



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

ANA BEATRIZ GOMES DE CARVALHO

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
CERÂMICAS VÍTREAS CRISTALIZADAS POR ENERGIA DE MICRO-
ONDAS**

2020

ANA BEATRIZ GOMES DE CARVALHO

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
CERÂMICAS VÍTREAS CRISTALIZADAS POR ENERGIA DE MICRO-ONDAS**

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

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de biomateriais e novas tecnologias em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Coorientadora: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos

São José dos Campos

2020

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2020]. 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).

Carvalho, Ana Beatriz Gomes de

Análise microestrutural e propriedades mecânicas de cerâmicas vítreas cristalizadas por energia de micro-ondas / Ana Beatriz Gomes de Carvalho. - São José dos Campos : [s.n.], 2020.
79 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2020.

Orientador: Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Coorientadora: Nathália de Carvalho Ramos

1. Cerâmicas. 2. Vitrocerâmicas. 3. Micro-ondas. I. Saavedra, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni, orient. II. Ramos, Nathália de Carvalho, 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. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dra. Renata Marques de Melo

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Profa. Assoc. Neide Pena Coto

Universidade de São Paulo (USP)

São Paulo

São José dos Campos, 31 de janeiro de 2020.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus avós maternos **Armando Ribeiro Carneiro** e **Maria José Soares Carneiro**, e meu avô paterno **Omar Gomes de Carvalho (Zizinho)**, os quais não se encontram mais neste mundo mas que, com certeza, estão em festa e orgulhosos por mais uma etapa concluída em minha trajetória.

AGRADECIMENTOS

Inicio agradecendo à **Deus** por me conceder saúde e sabedoria em mais uma etapa de minha vida. Ele, que está presente em todos os momentos, que sabe de todas as coisas e sempre me dá forças para continuar a acreditar no futuro. Tudo está em suas mãos, e eu confio em cada fase e cada ensinamento enviado por Ti.

Agradeço aos meus pais **Omar Gomes Filho** e **Zilda Lúcia Carneiro de Carvalho**, e minha irmã **Gabriella Gomes de Cavalho**, por serem a melhor família que alguém poderia ter. Vocês me ensinam os mais importantes valores, me enchem de amor, acreditam nos meus sonhos e me dão todo o suporte necessário para que eu possa concretizá-los. Uma vida inteira não seria suficiente para expressar meu amor e gratidão por tudo o que vocês fazem por mim.

Agradeço à minha família, em especial minha avó paterna **Maria Nazareth Coura Carvalho**, que sempre me anima com uma simples ligação no telefone! A todos os meus tios, tias, madrinhas, padrinho, primos, primas e afilhada, agradeço por todas as conversas, churrascos, momentos felizes e por todo carinho que vocês têm comigo!

À **Universidade Estadual Paulista – Júlio de Mesquita Filho (UNESP)**, e ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, agradeço por estes seis anos, entre graduação e pós-graduação, de aprendizado profissional e pessoal. Agradeço ao Professor **Marco Antônio Bottino** pela dedicação ao Programa e pela oportunidade que me proporcionou de estudar na Holanda. E a todos os funcionários, técnicos e professores pelo empenho e dedicação com a Universidade e os alunos. Também agradeço à **CAPES** (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) e à **FAPESP** (Fundação de Amparo à Pesquisa) pelo apoio financeiro concedido à esta pesquisa, tanto no Brasil quanto no exterior (Processos nº 2018/09577-2 e 2019/06458-5).

Agradeço ao meu orientador, Professor **Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra**, pela convivência e por todos os ensinamentos clínicos, didáticos e sobre pesquisa nos últimos dois anos. Sua forma de orientação permite que seus alunos busquem seus objetivos e se desenvolvam, o que é extremamente importante para nossa formação. Desejo que esta parceria possa continuar e se fortalecer pelos próximos anos!

Às professoras da banca examinadora, Professora **Neide Pena Coto** que me acompanha desde antes mesmo de eu saber que me tornaria cirurgiã-dentista, e que sempre foi uma inspiração para mim. E Professora **Renata Marques de Melo Marinho**, que desde o começo do mestrado acreditou no meu potencial e acompanhou de perto minha trajetória no curso. Obrigada por estarem presentes neste momento especial da minha carreira!

Ao Professor **Sérgio Lúcio Pereira de Castro Lopes**, meu orientador na Iniciação Científica e que despertou em mim o interesse e amor pela pesquisa. Ao Professor **Lafayette Nogueira Junior** pelos ensinamentos clínicos na graduação e pós-graduação, e pelos dias de descontração e pesca! Ao Professor **Tiago Moreira Campos** por não medir esforços para me ajudar e por estar sempre disponível para o que eu precisasse. Muito obrigada!

Agradeço ao Professor **Miguel Ramirez**, da UNESP - campus de Guaratinguetá, por ter fornecido gentilmente o forno de micro-ondas para a realização deste trabalho, e por ter me ensinado sobre Engenharia de Materiais. Muito obrigada por ter me recebido tão bem!

À minha co-orientadora, que se tornou uma amiga-irmã durante esse período, Professora **Nathália de Carvalho Ramos**, minha eterna gratidão por tudo o que você faz por mim! Agradeço pela paciência, parceria, sintonia, e pela amizade que construímos neste tempo. O mundo precisa de pessoas como você, e eu me sinto privilegiada por poder aprender contigo!

Agradeço ao nosso grupo de pesquisa **Saavedra's Science**: Júlio Nogueira Luz, Nayara Fernanda Barchetta, Hilton Riquieri, Guilherme Schmitt de Andrade, Pedro Jacy dos Santos Diamantino, Elisa Donária Aboucauch Grassi e Barbara Fernandes. Agradeço o companheirismo e a oportunidade de aprender com todos vocês.

A todos os meus amigos de pós-graduação, em especial **Pamela Ricco**, **Leonardo Jiro Nomura Nakano**, **Rossana Reim Del'Gaudio Pignataro**, **Amanda Maria de Oliveira Dal Piva**, **João Paulo Mendes Tribst**, **Murilo Rocha Rodrigues**, **Isabela Vitelli Tanaka**, **Laura Nadal Ortiz** e **Laura Calvache**, obrigada pela companhia nos momentos de estudo e cafés, pelas conversas e pelas risadas!

Aos meus amigos queridos **Nathália de Carvalho Ramos**, **João Vitor Mariano Ribeiro**, **Guilherme Schmitt de Andrade**, **Marina Gullo** e **Júlio Nogueira Luz**, obrigada

pela amizade e por fazerem parte do sexteto mais engraçado do mundo! Vocês tornam a rotina mais leve!

Agradeço também às minhas amigas **Alana Cucoloto, Adriana Tamada, Flavia Galter, Gabriella Correa, Isabela Dimes, Larissa Santiago, Maithê Cizino e Karina Borges**, que me acompanham desde o colégio e são essenciais na minha vida! E minhas amigas **Viviane Siqueira, Carolina Narracci, Laís Ferraz e Victória Lima**, que estão comigo desde a graduação e se fazem presentes até hoje. Todas vocês têm um espaço no meu coração e eu sou muito grata por todos estes anos de amizade!

Ao meu namorado **Júlio Nogueira Luz**, que com amor me ensina sobre a vida e também sobre Odontologia, todo meu carinho e gratidão. Obrigada por me acolher quando preciso e por ser meu parceiro de todos os momentos. Você é uma pessoa especial e eu sou extremamente feliz por tê-lo por perto.

Também gostaria de agradecer o Professor **Cornelis Johannes Kleverlaan** e a ACTA – Academisch Centrum Tandheelkunde Amsterdam, universidade em que realizei uma parte desta pesquisa. A experiência no exterior me trouxe momentos e ensinamentos que levarei para o resto da minha vida. Agradeço a todos os amigos que fiz neste período, em especial **Sara Al-Hussein e Scarlett Yap** pela companhia no laboratório; **Tijmen Münker, Cindy Kelder, Carolyn Moonen, Pardis Keikhosravani, Ursula Puetter e Katarzyna Lagosz**. I will always have a little piece of each of you with me, guys!

Por fim, gostaria de agradecer a todos aqueles que não estão citados no texto, mas que cruzaram meu caminho durante este tempo e me mudaram de alguma forma. Somos compostos por um pouco de cada pessoa que passa por nós, e eu sou grata por todos aqueles que me ajudaram a formar o ser humano que sou hoje.

*“Você pode fazer coisas incríveis. Mas, mais do que isso, pode ver
que são incríveis as coisas que você já faz.”*

Gil Pinna

SUMÁRIO

RESUMO.....	11
ABSTRACT.....	12
1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	16
2.1 Cerâmicas odontológicas	16
2.1.1 Vitrocerâmicas	17
2.2 Processo de cristalização.....	20
2.2.1 O processo de cristalização por energia de micro-ondas	21
3 PROPOSIÇÃO	23
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	24
4.1 Material	24
4.2 Método.....	26
4.2.1 Preparo dos espécimes	26
4.2.2 Protocolo de temperatura	29
4.2.3 Caracterização das amostras	32
4.2.3.1 Densidade	32
4.2.3.2 Microscopia eletrônica de varredura	33
4.2.3.3 Difração de raios-X.....	34
4.2.3.4 Translucidez.....	35
4.2.3.5 Rugosidade superficial	36
4.2.4 Comportamento mecânico das amostras	37
4.2.4.1 Teste de flexão biaxial.....	37
4.2.4.2 Dureza Vickers	38
4.2.4.3 Desgaste de três corpos e desgaste dois corpos (Three-body wear. 39 e two-body wear)	39
4.2.4.4 Análise fractográfica	41

5 RESULTADOS	42
5.1 Protocolo de temperatura	42
5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG)	42
5.1.2 Difração de raios-x (DRX)	47
5.1.3 Flexão biaxial	50
5.2 Caracterização das amostras	53
5.2.1 Densidade	53
5.2.2 Translucidez.....	54
5.2.3 Rugosidade superficial	55
5.3 Comportamento mecânico das amostras	57
5.3.1 Dureza Vickers	57
5.3.2 Desgaste de três corpos (Three-body wear)	59
5.3.3 Desgaste de dois corpos (Two-body wear).....	60
5.3.4 Análise fractográfica	63
6 DISCUSSÃO	65
7 CONCLUSÃO	72
REFERÊNCIAS*	73

Carvalho ABG. Análise microestrutural e propriedades mecânicas de cerâmicas vítreas cristalizadas por energia de micro-ondas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi verificar a viabilidade de um processo alternativo de cristalização por meio de energia de micro-ondas, e estabelecer um protocolo de cristalização para três vitrocerâmicas comerciais; além de avaliar o efeito deste processo na microestrutura e propriedades mecânicas das mesmas. A hipótese nula foi que a cristalização por meio de energia de micro-ondas não afetou as características microestruturais e consequentemente as propriedades destes materiais cerâmicos. Foram confeccionados 180 discos a partir de blocos de três diferentes vitrocerâmicas: dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) e silicatos de lítio reforçados por zircônia (I – Suprinity, Vita Zahnfabrik; II – Celtra, Dentsply), seguindo as dimensões da norma ISO 6872 (12 x 1,2 mm). Foram testadas três temperaturas de cristalização em forno de micro-ondas (700°C, 770°C e 850°C), e os testes de flexão biaxial, MEV e DRX foram utilizados para definir qual a temperatura em que as cerâmicas apresentaram melhor comportamento. Os testes de densidade, translucidez, rugosidade superficial, dureza Vickers e desgaste de três e dois corpos foram realizados com as amostras cristalizadas apenas nas temperaturas selecionadas para cada cerâmica. Para o grupo DL-mo, a temperatura de cristalização foi 850°C, e a resistência do material aumentou ($422,4 \pm 63,53$). Para os grupos SLZ1-mo e SLZ2-mo, a temperatura de cristalização foi 770°C, com resistências aproximadamente semelhantes ao grupo convencional ($302,8 \pm 37,86$ e $268,7 \pm 44,85$ respectivamente). Os testes de translucidez e densidade mostraram uma relação estatística em que as cerâmicas com maior densidade possuem maior translucidez, como as SLZ1-mo e SLZ2-mo. O teste de rugosidade não apresentou diferença estatística para os parâmetros Ra e Rsm, apenas para Rz. Para o teste de desgaste de três corpos, o grupo cristalizado em micro-ondas sofreu menor taxa de desgaste (0.22 ± 0.71) do que o grupo convencional (0.62 ± 0.4); enquanto para o teste de desgaste de dois corpos a forma de cristalização não foi uma variável estatisticamente significativa. SLZ1 apresentou maior taxa de desgaste, independentemente da forma de cristalização (1.30 ± 1.79). Concluiu-se que o processo de cristalização é viável para vitrocerâmicas, e que diferentes temperaturas de cristalização resultam em diferentes microestruturas e propriedades mecânicas. A temperatura de cristalização para DL, utilizando energia de micro-ondas, é 850°C e para SLZ1 e SLZ2 é 770°C. Cerâmicas cristalizadas em forno de micro-ondas apresentam menor taxa de desgaste, maior resistência à flexão, maiores módulos de Weibull, e consequentemente maior longevidade.

Palavras-chave: Cerâmicas. Vitrocerâmicas. Micro-ondas.

Carvalho ABG. Microstructural characterization and mechanical properties of glass-ceramics crystallized by microwave energy [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2020.

ABSTRACT

The aim of this study was to verify the viability of an alternative process of crystallization using microwave energy and to establish a crystallization protocol for three commercial glass-ceramics; besides evaluating the effect of this process on the microstructure and mechanical properties of them. The null hypothesis was that the crystallization by microwave energy did not affect the microstructural characteristics and consequently the mechanical properties of these ceramic materials. 180 discs were made from blocks of three different glass-ceramics: lithium disilicate (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) and lithium silicates reinforced by zirconia (I - Suprinity, Vita Zahnfabrik; II - Celtra, Dentsply); according to ISO 6872 (dimensions: 12 x 1.2 mm). Three crystallization temperatures were tested in a microwave oven (700°C, 770°C and 850°C), and the biaxial flexure, SEM and XRD tests were performed to define the temperature in which the ceramics presented their best behavior. Density, translucency, surface roughness, Vickers hardness and three and two-body wear tests were performed with the crystallized samples only at the selected temperatures for each ceramic. For DL-mo group, the crystallization temperature was 850°C and material's resistance increased (422.4 ± 63.53). For SLZ1-mo and SLZ2-mo groups, the crystallization temperature was 770°C, with resistances approximately similar to the conventional group (302.8 ± 37.86 and 268.7 ± 44.85 respectively). Translucency and density tests showed that the higher the density, the higher the translucency. The roughness test showed no statistical difference for R_a and R_{sm} parameters, only for R_z . For the three-body wear test, the microwave crystallized group suffered lower wear rate (0.22 ± 0.71) than the conventional group (0.62 ± 0.4); while for the two-body wear test the crystallization approach was not a statistically significant variable. SLZ1 presented higher wear rates, regardless of the crystallization approach (1.30 ± 1.79). It was concluded that the crystallization process is viable for glass ceramics, and that different crystallization temperatures result in different microstructures and mechanical properties. The crystallization temperature for DL using microwave energy is 850°C and for SLZ1 and SLZ2 is 770°C. Microwave oven crystallized ceramics have a lower wear rate, higher flexural resistance, higher Weibull modulus, and consequently higher longevity.

Keywords: Ceramics. Vitroceramics. Microwaves.

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas são materiais bastante importantes para a odontologia por apresentarem alta aplicabilidade, biocompatibilidade, estética e características mecânicas desejáveis para a reabilitação oral (Saavedra et al., 2009; Albakry et al., 2003). Essas características aliadas às propriedades ópticas, faz com que estes materiais se assemelhem à estrutura dentária (Mainjot et al., 2016), fazendo com que restaurações livres de metal consigam excelentes resultados de cor e translucidez, uma vez que a transmissão da luz não é interrompida pela estrutura metálica como nas restaurações metalo-cerâmicas (Raptis, 2006).

Estes materiais cerâmicos são classificados didaticamente quanto à sua composição em quatro grupos: porcelanas, vitrocerâmicas, compósitos infiltrados por vidro e as cerâmicas policristalinas. Dentre as características desses materiais, a estética e a resistência constituem um paradoxo, uma vez que quanto menor a resistência, maior é a estética do mesmo, sendo o inverso verdadeiro (Borba et al., 2011). A busca pela associação entre estética e resistência nos materiais restauradores cerâmicos contribuiu para o desenvolvimento das vitrocerâmicas.

As vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio já são consagradas para uso clínico devido as suas excelentes propriedades ópticas e resistência mecânica, e possuem uma série de aplicações clínicas como confecção de laminados, restaurações do tipo *inlay* e *onlay*, coroas parciais e totais unitárias anteriores e posteriores (Zarone et al., 2016). Porém, a matriz vítrea das vitrocerâmicas é bastante susceptível à propagação de trincas (Borba et al., 2011).

Em busca de aumentar a tenacidade à fratura do material, os desenvolvedores adicionaram um conteúdo de dióxido de zircônio dez vezes maior do que em outras vitrocerâmicas (Vita Zahnfabrik, 2014; Dentsply – DeguDent GmbH, 2014), formando os silicatos de lítio reforçados por zircônia. Essas vitrocerâmicas reforçadas possuem indicações semelhantes ao dissilicato de lítio, sendo indicadas para restaurações tipo *inlays*, *onlays*, coroas totais anteriores e posteriores, e próteses implanto suportadas (Elsaka, Elnaghy, 2016). Segundo os fabricantes, esta nova geração recém-desenvolvida de materiais cerâmicos combina as características positivas da zircônia e da vitrocerâmica, uma vez que as partículas de zircônia

incorporadas à cerâmica promovem interrupção da propagação de trincas (Vita Zahnfabrik). A introdução de uma segunda fase em cerâmicas vítreas tem como principal objetivo criar mecanismos de tenacificação que aumentem sua tolerância ao dano (Lohbauer et al., 2010).

A apresentação comercial das vitrocerâmicas citadas se dá em forma de pastilhas para injeção ou blocos para usinagem no sistema CAD/CAM (Computed Aided Design/Computer Aided Manufacture). Com relação à cristalização desses materiais, eles se apresentam em um estado intermediário de cristalização, o qual necessita de tratamento térmico para o crescimento dos cristais de silicato ou dissilicato de lítio, aumentando assim a resistência à flexão e à fratura do material (Lien et al., 2015). Esses materiais apresentam-se em um estágio metacristalizado, o qual facilita a usinagem no sistema CAD/CAM, e alcançam os ideais de cor somente depois de passar pelo processo de cristalização final (Belli et al., 2017).

O processo de cristalização altera a microestrutura das vitrocerâmicas, uma vez que é possível observar diferentes tamanhos de grãos de silicato de lítio em seus estados parcialmente e totalmente cristalizados. Como a microestrutura afeta as características mecânicas dos materiais, consequentemente, o processo de cristalização causa impacto no comportamento mecânico dos materiais cerâmicos. Cerâmicas que são submetidas ao processo de cristalização apresentam maior dureza e maior resistência a flexão comparadas às parcialmente cristalizados (Riquieri et al., 2018).

O tratamento térmico das cerâmicas pode ocorrer de duas formas distintas: a forma convencional, em que o aquecimento é centrípeto, ou seja, de fora para dentro; e por energia de micro-ondas, em que o material é submetido por um aquecimento volumétrico mais homogêneo (Almazdi et al., 2012). O processo realizado com micro-ondas tem se mostrado mais vantajoso devido à economia energética, e uma absorção de temperatura mais uniforme pelo material, o que faz com que suas aplicações industriais sejam indicadas (Menezes et al., 2007; Marinis et al., 2013).

Estudos prévios mostraram a possibilidade e eficiência do processo de sinterização da zircônia e da porcelana feita por energia de micro-ondas (Menezes et al., 2007; Barchetta, 2015; Luz et al., 2018); porém, até o momento, pouco se sabe sobre a aplicação do micro-ondas para a realização da cristalização. O aquecimento volumétrico gerado pelo micro-ondas mantém as propriedades da zircônia como

densidade, resistência e comportamento à fadiga, e ainda aumenta a confiabilidade do material comparada à zircônia sinterizada em forno convencional e a homogeneidade estrutural (Luz et al., 2018).

Sendo assim, mesmo sabendo que o comportamento das cerâmicas vítreas e policristalinas são diferentes, é possível acreditar que a aplicação da energia de micro-ondas na cristalização das cerâmicas vítreas pode ser uma alternativa viável, e que gere resultados superiores tanto nas características mecânicas como nas microestruturais das vitrocerâmicas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmicas odontológicas

Em 2013, a American Dental Association (ADA) apresentou uma nova definição para cerâmicas odontológicas, como sendo “materiais que podem ser prensados, queimados ou usinados contendo predominantemente compostos inorgânicos refratários em sua composição, incluindo porcelanas, vidros e vitrocerâmicas”. São materiais conhecidos por sua aparência natural e suas propriedades químicas e ópticas duráveis (Kelly, 1996). São confiáveis o suficiente para serem usadas em espessuras de até 0,5 mm e proporcionam restaurações mais duradouras quando comparadas àquelas feitas com uma infraestrutura de zircônia e recobertas com porcelana (Guess et al., 2010; Silva et al., 2012).

Os materiais cerâmicos estéticos livres de metal podem ser utilizados tanto em regiões posteriores quanto anteriores, e com correta indicação e manuseio seguindo as instruções do fabricante, apresentam uma alta taxa de sobrevivência de 98% em 6 anos de acordo com Della Bona e Kelly em 2008. Esta alta taxa de sucesso deve-se, em maioria, pelo procedimento de cimentação adesiva pelo qual esta cerâmica é aderida ao tecido dentário. Além disso, diversos estudos têm buscado aumentar cada vez mais a taxa de sobrevivência dos materiais cerâmicos em boca, como por exemplo, técnicas de neutralização do ácido fluorídrico a fim de promover menor quantidade de interferências nestes processos de união entre a cerâmica e o remanescente dental (Saavedra et al., 2009).

Diferentes formas de classificação desses materiais foram propostas ao longo dos anos, de acordo com indicações clínicas de cada cerâmica, composição, métodos de processamento, temperaturas de sinterização e cristalização, microestrutura, translucidez, resistência a fratura, desgaste ao antagonista, entre outros. Entretanto, segundo Gracis et al. (2015), estas classificações tendem a ser imprecisas, além de não permitirem facilmente a inclusão de novos materiais restauradores. Para estes autores, classificar as cerâmicas de acordo com sua composição e microestrutura é um método lógico, uma vez que a compreensão da composição do material é

essencial para obter bons resultados.

Em 2009, Della Bona classificou as cerâmicas odontológicas segundo sua microestrutura e composição: (1) cristalinas ou policristalinas, (2) parcialmente cristalinas ou vidros com partículas e (3) vidros amorfos. E, depois de alguns anos, Gracis et al. (2015) propuseram uma nova classificação em 2015: (1) cerâmicas com matriz vítrea: materiais cerâmicos inorgânicos e não-metálicos, que contém fase vítrea, (2) cerâmicas policristalinas: materiais cerâmicos inorgânicos e não-metálicos, que não contém nenhuma fase vítrea, (3) cerâmicas com matriz resinosa: matrizes poliméricas contendo compostos refratários predominantemente inorgânicos que podem incluir porcelanas, vidros, cerâmicas e vitrocerâmicas.

O conhecimento da microestrutura e a indicação correta dos materiais cerâmicos é um fator de suma importância para o sucesso do tratamento. Sendo assim, as propriedades mecânicas e estéticas de cada sistema cerâmico deve ser conhecida pelo profissional, uma vez que quanto menor a resistência da cerâmica, maior é sua estética, e quanto maior sua resistência, menor é a estética do material (Borba et al., 2011). Portanto, a microestrutura e as propriedades de cada cerâmica vão determinar as suas indicações clínicas, por exemplo, as cerâmicas menos resistentes, porém mais estéticas, devem ser utilizadas em regiões que recebem menor carga mastigatória, e cerâmicas mais resistentes e menos estéticas, por sua vez, devem ser utilizadas em regiões de maior carga mastigatória (Bottino et al., 2009).

2.1.1 Vitrocerâmicas

Borba et al. (2011) observou que a matriz vítrea das cerâmicas vítreas é bastante susceptível à propagação de trincas, então, a fim de associar as propriedades de estética e resistência e aumentar a tenacidade à fratura desses materiais, os fabricantes desenvolveram as vitrocerâmicas, que apresentam materiais de menor módulo de elasticidade incorporados à matriz cerâmica. Segundo Traini et al. (2016) este material está disposto de forma homogênea e com pequeno tamanho de grãos, resultando em alta resistência e polimento superficial excelente.

De acordo com a classificação já citada de Gracis et al criada em 2015, as vitrocerâmicas se enquadram na primeira delas, ou seja, a classificação das cerâmicas com matriz vítrea. Esta classificação abrange também as cerâmicas feldspáticas usadas para cobertura e revestimento, cerâmicas leucíticas indicadas para *inlays*, *onlays*, coroas e próteses fixas em região anterior, e cerâmicas aluminizadas que, apesar de pertencerem a este grupo, apresentam certa opacidade e por isso necessitam de recobrimento para obter melhor resultado estético.

O IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) é uma das vitrocerâmicas mais conhecidas do mercado, composta por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio, alumina e entre outros. Sua forma de apresentação se dá em blocos pré-cristalizados usináveis por CAD/CAM, os quais são processados por aquecimentos, fusões e esfriamentos, com nucleação simultânea de dois cristais diferentes. O processo de cristalização parcial forma cristais de metasilicato de lítio responsáveis pelas características mecânicas de alta resistência e estabilidade das bordas, mesmo antes da cristalização. Além disso, este estado pré-cristalizado permite uma fresagem mais suave, reduzindo possíveis danos à superfície da cerâmica e desgaste precoce das brocas utilizadas na fresadora para confecção da prótese (Chaysuwan et al., 2011). Depois de fresadas, as peças de cerâmica ainda necessitam de tratamento térmico (cristalização) para que ocorra o crescimento dos cristais de dissilicato de lítio. Este processo torna-se bastante importante, pois não causa alterações na fase cristalina do material, o que parece não modificar a microestrutura cerâmica original (Aurélio et al., 2017).

Com relação a microestrutura deste material, os blocos pré-sinterizados apresentam 40% de cristais de metasilicato de lítio em forma de placas, envoltos por uma matriz vítrea. O tamanho destes cristais varia de 0,2 a 1,0 μm . Já após o tratamento térmico e completa cristalização, obtemos 70% de cristais finos de dissilicato de lítio, envoltos por uma matriz vítrea (Ritter, 2010). Devido à sua alta resistência e estética favorável, este material pode ser utilizado para diversos tipos de restaurações, garantindo uma abordagem minimamente invasiva aliada a excelente função e estética. Além disso, suas propriedades biomecânicas permitem redução na espessura das restaurações, resultando em conservação dos tecidos dentários naturais (Fabbri et al., 2014). Um estudo clínico realizado por Fasbinder et al. (2010), acompanhou pacientes com coroas monolíticas de IPS e.max CAD durante 2 anos, e

ao final do acompanhamento, não houve fratura ou lascamento da cerâmica em nenhuma das 62 coroas.

Com o intuito de melhorar cada vez mais as propriedades das cerâmicas, diversos componentes foram sendo incorporados às fórmulas destes materiais. Alguns estudos já demonstraram que aumentando o conteúdo cristalino na composição das cerâmicas, há uma diminuição da fase vítrea, aumentando então os valores de resistência à fratura, limitando a propagação de trincas, e aumentando o módulo de elasticidade (Martins et al., 2010). Desse modo, a incorporação de óxido de zircônio na composição das vitrocerâmicas promoveu resultados positivos, resultando no aumento de sua resistência mecânica e melhora do polimento superficial (Elsaka, Elnaghy, 2016). Além disso, apesar de conter partículas de zircônia em sua composição, trata-se de uma cerâmica vítrea cuja superfície pode ser condicionada com ácido fluorídrico (Sato et al., 2016).

Suprinity (Vita Zahnfabrik) e Celtra Duo (Dentsply) são duas vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçado por zircônia. O fornecedor da primeira, Vita Zahnfabrik, divulgou que trata-se de uma cerâmica vítrea com dióxido de zircônio em sua composição, e sua microestrutura com grãos finos e homogêneos garantem alta resistência à fratura e confiabilidade a longo prazo, além de translucidez, fluorescência e opalescência. A indicação desta cerâmica é ampla, desde *inlays*, *onlays*, coroas totais e até próteses sobre implantes. Os blocos são fornecidos de forma pré-sinterizada, necessitando apenas de um ciclo térmico para cristalização final.

Já a Dentsply, fabricante do Celtra Duo, afirma que esta também é uma cerâmica vítrea com dióxido de zircônio em sua composição, indicada para elementos unitários posteriores e anteriores, coroas, *inlays*, *onlays* e facetas. Além disso, afirma que esta cerâmica combina boas características de estética, resistência e velocidade de processamento, uma vez que pode ser cimentada ao remanescente dental sem passar pelo processo de cristalização. Em oposição a esta informação, Riquieri et al em 2018 analisaram 140 discos de silicato de lítio reforçados por zircônia (Suprinity e Celtra Duo), e afirmaram que as cerâmicas apresentam maior dureza e maior resistência à flexão biaxial após passarem pelo processo de cristalização. Ou seja, há influência do tratamento térmico na microestrutura das cerâmicas, uma vez que é possível observar diferentes tamanhos de zircônia tetragonal e quantidade de fase vítrea nas duas cerâmicas após o processo de cristalização.

2.2 Processo de cristalização

Para alcançar suas propriedades finais, as cerâmicas devem passar por um tratamento térmico (Flório, 1998). Porém, condições específicas deste tratamento como temperatura ou tempo de processamento podem influenciar as características mecânicas e ópticas das restaurações cerâmicas (Janney et al., 1992; Stawarczyk et al., 2013). Apesar de tratar-se de um tratamento térmico, este processo ocorre de formas distintas para cerâmicas cristalinas, como a zircônia, e para as vitrocerâmicas.

Para zircônias, este processo é denominado sinterização, e para vitrocerâmicas, cristalização. O processo de cristalização promove nucleação e crescimento do tamanho dos cristais (Hallmann et al., 2018), além da conversão do metasilicato para cristais de dissilicato de lítio, alterando a microestrutura e a resistência, além de fazer com que a restauração atinja a sua cor final (Denry, Holloway, 2010; Guess et al., 2011). Além disso, o processo de aquecimento, em si, promove o alívio das tensões geradas dentro do material pelo processo de usinagem do sistema CAD/CAM.

Alguns estudos já relataram que as características das cerâmicas, tais como sua microestrutura, composição, cristalinidade, tamanho e forma dos grãos, bem como suas propriedades mecânicas, podem ser controladas e alteradas de acordo com o processo, temperatura e tempo de cristalização (Hallmann et al., 2018; Goharian et al., 2010; Apel et al., 2007; Lien et al., 2015). A microestrutura do material determina tanto suas propriedades físicas, devido a estresses internos micromecânicos que ocorrem após o resfriamento devido à incompatibilidade elástica e térmica entre as fases constituintes (Höland et al., 2007; Quinn et al., 2003), quanto ópticas, uma vez que a translucidez está diretamente ligada com o tamanho dos cristais e as diferenças no índice de refração da matriz de vidro e na fase cristalina. Pode-se dizer que a translucidez é inversamente proporcional ao tamanho dos cristais, ou seja, cristais grandes diminuem a translucidez apesar de melhorarem as propriedades mecânicas da cerâmica vítrea (Höland et al., 2002).

Este processo pode ocorrer de duas formas: a forma convencional e através de energia de micro-ondas, e diversos estudos têm sido realizados ao longo do tempo

a fim de comparar o efeito causado no material, a partir dessas duas formas de energia (Oghbaei, 2010; Almazdi et al., 2012; Ramesh et al., 2018).

2.2.1 O processo de cristalização por energia de micro-ondas

A energia de micro-ondas é uma forma de energia eletromagnética com faixa de frequência de 300 MHz a 300 GHz e os comprimentos de onda correspondentes estão entre 1 mm e 1 m. A princípio era utilizada no uso extensivo de comunicação, como aplicações em radares, televisões e satélites (Thostenson, 1999). Com o passar do tempo e o avanço dos estudos, verificou-se que a energia de micro-ondas poderia ser utilizada para sinterização de forma eficiente tanto à metais em pó quanto à muitas cerâmicas (Oghbaei, 2010). Apesar do aquecimento por micro-ondas ter começado há 50 anos atrás, seu uso para processamento de cerâmicas é relativamente novo (Agrawal, 1998).

Segundo Agrawal em 1998, o processamento de cerâmicas por energia de micro-ondas tem a vantagem de obter microestruturas mais finas, inatingíveis pelo aquecimento convencional, o que levou à sua aplicação no desenvolvimento de cerâmicas translúcidas. Além disso, o interesse e a atividade do processamento por micro-ondas têm crescido continuamente, e o uso dessa tecnologia tem sido empregada para aplicações industriais com novos desenvolvimentos de engenharia e *design* para estes sistemas.

O processamento por energia de micro-ondas foi aceito mundialmente como um novo método para aquecimento e sinterização de diversos materiais, tais como a zircônia, pois oferece muitas vantagens como consumo de energia reduzido, menor custo de processamento, taxas de aquecimento mais rápidas, melhores propriedades físico-mecânicas, e menores riscos ambientais, características estas que não são observados nos processos convencionais (Oghbaei, 2010). Tais resultados corroboram com os achados de Menezes et al. (2007) e Marinis et al. (2013), que evidenciaram que o processo realizado com micro-ondas apresenta diversas vantagens como economia energética e absorção uniforme de temperatura pelo

material, ao contrário da técnica convencional, em que o gasto energético é maior, e a absorção de temperatura ocorre de forma centrípeta.

Diversos estudos já comprovaram a viabilidade e eficácia do uso de energia de micro-ondas no processo de sinterização de zircônia, processo semelhante à cristalização. Kim, Ahn e Kim (2013) realizaram um estudo avaliando o efeito das condições de sinterização das zircônias dentárias no tamanho e translucidez dos grãos, e concluíram que o tempo de sinterização afetou o tamanho dos grãos de zircônia, sendo que quanto menor o tempo de sinterização, menor o tamanho dos grãos, e tal diminuição resultou em maior translucidez das amostras. Sendo assim, o processo de sinterização e cristalização das cerâmicas por energia de micro-ondas pode afetar também suas propriedades ópticas, uma vez que alguns estudos já afirmaram que o uso da energia de micro-ondas reduz o tempo do processo de sinterização.

Como por exemplo, um outro estudo laboratorial realizado por Almazdi et al., (2012) comparou os dois processos e concluiu que a energia de micro-ondas promoveu a cristalização em menor tempo e com características mecânicas equivalentes quando comparada a técnica convencional. Assim como Kim e Kim (2017), que concluíram que amostras de zircônia monolítica sinterizadas por micro-ondas apresentaram percepção de cor e translucidez similares às sinterizadas por forno convencional, com redução no tempo de processamento.

O levantamento bibliográfico apresentado mostrou que a técnica de cristalização por micro-ondas pode ser viável, e que qualquer alteração na microestrutura das vitrocerâmicas poderá alterar seu comportamento mecânico. Portanto é necessário realizar estudos como este, que analisam as propriedades microestruturais associadas à propriedades mecânicas, para prever o comportamento dos materiais em situação clínica.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste trabalho foi estabelecer um protocolo de cristalização por energia de micro-ondas em que as vitrocerâmicas atinjam o seu melhor comportamento; avaliar o efeito da cristalização por energia de micro-ondas na microestrutura, densidade, rugosidade superficial, dureza Vickers, e na resistência à flexão biaxial de três vitrocerâmicas comerciais; e analisar as propriedades ópticas de translucidez das vitrocerâmicas cristalizadas em micro-ondas.

As hipóteses testadas foram:

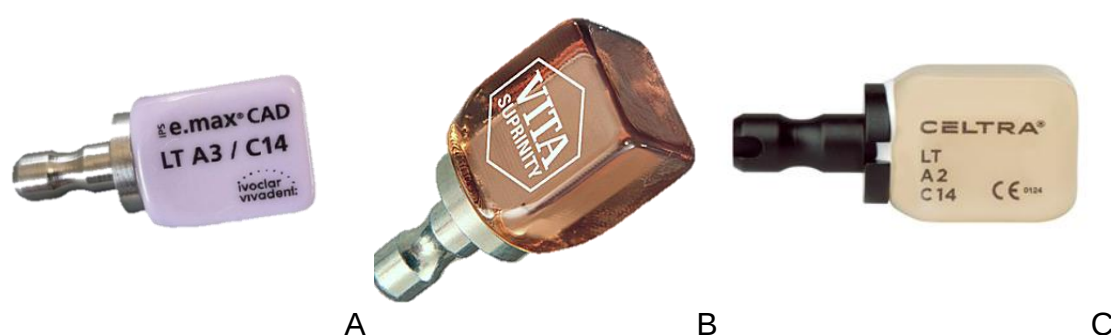
- a) H0 – O processo de cristalização por meio de energia de micro-ondas não é viável para vitrocerâmicas, pois não afetou as características microestruturais, e consequentemente as propriedades mecânicas das vitrocerâmicas;
- b) H1 – O processo de cristalização por meio de energia de micro-ondas é viável para vitrocerâmicas, pois afetou as características microestruturais, e consequentemente as propriedades mecânicas das vitrocerâmicas.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Neste estudo foram utilizados blocos para CAD/CAM dos seguintes materiais: dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent), e silicato de lítio reforçado por zircônia (I – Suprinity, Vita Zahnfabrik; II – Celtra, Dentsply) (Figura 1 e Quadro 1).

Figura 1 – Blocos de e.max CAD (A), Suprinity (B) e Celtra (C)



Fonte: Website das respectivas empresas.

Quadro 1 – Materiais utilizados na confecção dos experimentos

(continua)

Abreviatura	Material	Classificação	Componentes	Lote e cor	Fabricante
DL-c (convencional)	IPS e.max CAD	Dissilicato de lítio	57%-80% SiO ₂ , 11%- 19% Li ₂ O, 0%-13% K ₂ O, 0%- 11% P ₂ O ₅ ,	X10850 HT A1	Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtensteine

(conclusão)

Abrevia- tura	Material	Classifica- ção	Componen- tes	Lote e Cor	Fabricante
DL-mo (micro- ondas)			0%-8% ZrO ₂ , 0%- 8% ZnO, 0%-5% Al ₂ O ₃ , e 0%-5% MgO*		
SLZ1-c (convencio- nal) SLZ1-mo (micro- ondas)	Suprinity	Silicato de lítio reforçado por zircônia	56-64% SiO ₂ , 15- 21% LiO ₂ , 1-4% K ₂ O, 3-8% P ₂ O ₅ , 1-4% Al ₂ O ₃ , 0-4% CeO ₂ , 0-6% pigmentos e 10% ZrO ₂ *	49131 HT A1	Vita Zahnfabrik
SLZ2-c (convencio- nal) SLZ2-mo (micro- ondas)	Celtra Duo	Silicato de lítio reforçado por zircônia	58% SiO ₂ ; 18.5% LiO ₂ ; 10.1% ZrO ₂ ; 5% P ₂ O ₅ ; 2% CeO ₂ ; 1.9% Al ₂ O ₃ ; e 1% ZnO**	18022540 HT A1	Dentsply

Fonte: Elaborado pelo autor.

* Informações fornecidas pelo fabricante.

** Alves et al., 2019.

4.2 Método

4.2.1 Preparo dos espécimes

Foram utilizados 180 discos das três diferentes vitrocerâmicas comerciais citadas acima (n=30). Os blocos foram usinados em torno mecânico em formato cilíndrico com diâmetro de 12 mm, em seguida foram envolvidos com silicone de adição (Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtensteine) e posicionados em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) para que fossem fatiados, formando discos de 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro de acordo com a norma ISO 6872 (2008).

Um dispositivo metálico com uma cavidade central e as dimensões desejadas (Figura 2) ($\phi = 12$ mm; 1,2 mm espessura) foi utilizado para promover melhor acabamento e polimento das amostras em uma máquina de polimento semi-automática (Ecomet 250 Grinder Polisher, Buehler, Illinois, USA). Foram utilizadas lixas de carboneto de silício de granulação #400, 600, 1200 e 2500 (Buehler Carbimet, Illinois, EUA).

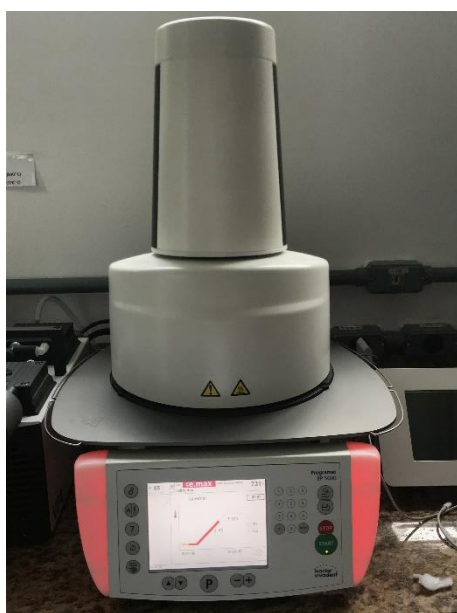
Figura 2 – Matriz utilizada para auxiliar o polimento das amostras



Fonte: Riquieri et al., 2018.

Metade dos espécimes de cada grupo de cerâmica foi cristalizada em forno convencional (Programat EP5000, IvoclarVivadent, Schaan, Liechtensteine; Vita Vacumat 6000 MP, Vita Zahnfabrik, Alemanha) (Figura 3) de acordo com as instruções do fabricante (Quadro 2). A outra metade por sua vez, foi cristalizada em forno de micro-ondas (FMO-1200, Fortelab Furnaces, São Carlos, Brasil) (Figura 4). Foi realizado um estudo piloto utilizando 3 programas pré-determinados para a cristalização das amostras, variando a temperatura de cristalização. Após a análise das amostras piloto, foi determinado o programa de cristalização em micro-ondas a ser utilizado nesse estudo.

Figura 3 – Fornos utilizados para cristalização convencional (A - Programat EP5000, IvoclarVivadent; B - Vita Vacumat 6000 MP, Vita Zahnfabrik)



A



B

Fonte: Elaborado pelo autor.

Quadro 2 – Programa de temperaturas fornecidos pelas empresas Ivoclar Vivadent, Vita Zahnfabrik e Dentsply Sirona

	IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent)	Vita Suprinity (Vita Zahnfabrik)	Celtra Duo (Dentsply)
Temperatura inicial (°C)	403	400	500
Tempo de fechamento (min)	6:00	8:00	1:00
Acréscimo de temperatura (°C/min)	90	55	55
Temperatura de cristalização (°C)	840	840	820
Tempo de manutenção (min)	7:00	8:00	1:30
Temperatura de abertura (°C)	700	680	750

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 4 – Forno FMO-1200 utilizado para cristalização em micro-ondas



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.2 Protocolo de temperatura

O forno utilizado para realizar os testes e o desenvolvimento do protocolo de temperatura para cristalizar vitrocerâmicas foi o Fortelab FMO1200 (São Carlos, Brasil). Está localizado no laboratório de materiais cerâmicos da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP.

Este forno apresenta uma taxa de aquecimento de 8°C/min até atingir 500°C, e para temperaturas acima desta, a taxa de aquecimento é de 5°C/min. Essa taxa de aquecimento é muito baixa quando comparada ao forno convencional (90°C/min), o que faz com que o processo demore muito para alcançar a temperatura desejada. Já era sabido, através de cálculos, que o tempo de cristalização em micro-ondas seria maior do que quando comparado ao forno convencional. Entretanto, os ciclos de cristalização foram realizados para saber se, apesar de lento, o processo seria viável.

As temperaturas escolhidas para a determinação do protocolo foram 700°C, 770°C e 850°C, e o tempo de manutenção para todas elas foi de 10 minutos (Simba et al., 2019). Após os ciclos térmicos, as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura, difração de raios-x e submetidas ao teste de flexão biaxial em três pontos, para a determinação do protocolo de temperatura. As metodologias para estes testes será descrita a seguir.

A temperatura de 700°C foi a primeira escolhida para o teste do protocolo de temperatura (Figura 5) pois, de acordo com Mahmoud et al em 2012 foi encontrado um pico exotérmico em 683°C, representando o calor liberado devido à reação de cristalização.

O protocolo de cristalização utilizado foi o seguinte:

- Taxa de aquecimento: 8°C/min até 500°C e 5°C/min até 700°C
- Temperatura de cristalização: 700°C
- Tempo de manutenção: 10 minutos
- Taxa de resfriamento: 5°C/min até 500°C
- Em 500°C a porta do forno foi aberta, e então o resfriamento foi feito progressivamente, sem controle da taxa de resfriamento. Com 100°C as amostras foram removidas de dentro do forno e colocadas sobre a bancada.

Figura 5 – Visor ao lado do forno, em que se programam as temperaturas utilizadas no ciclo



Fonte: Elaborado pelo autor.

A temperatura de 770°C foi escolhida para o segundo teste de temperatura por ser um valor intermediário entre o primeiro testado e o valor da cristalização em forno convencional (Figura 6). O protocolo de cristalização utilizado foi o seguinte:

- Taxa de aquecimento: 8°/min até 500°C e 5°/min até 770°C
- Temperatura de cristalização: 770°C
- Tempo de manutenção: 10 minutos
- Taxa de resfriamento: 5°/min até 500°
- Em 500° a porta do forno foi aberta, e então o resfriamento foi feito progressivamente, sem controle da taxa de resfriamento. Com 100° as amostras foram removidas de dentro do forno e colocadas sobre a bancada.

Figura 6 – Visor do forno de micro-ondas marcando 770°C



Fonte: Elaborado pelo autor.

A temperatura de 850°C foi escolhida para a realização do terceiro teste de cristalização pois é a temperatura mais próxima àquela utilizada nos fornos convencionais (Figura 7). O protocolo de cristalização utilizado foi o seguinte:

- Taxa de aquecimento: 8°/min até 500°C e 5°/min até 850°C
- Temperatura de cristalização: 850°C
- Tempo de manutenção: 10 minutos
- Taxa de resfriamento: 5°/min até 500°
- Em 500° a porta do forno foi aberta, e então o resfriamento foi feito progressivamente, sem controle da taxa de resfriamento. Com 100° as amostras foram removidas de dentro do forno e colocadas sobre a bancada.

Figura 7 – Visor do forno de micro-ondas mostrando 850°C (temperatura de cristalização)



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.3 Caracterização das amostras

4.2.3.1 Densidade

Primeiramente foi realizada a medida da massa das amostras, para então calcular o valor de suas respectivas densidades. Foram realizadas mensurações de massa das amostras secas (M_s), molhadas (imersas em água, M_i) e úmidas (M_u) nesta sequência, em uma balança de precisão (OHAUS - Modelo Adventurer) (Figura 8). Para isto, foi mensurada a massa das amostras secas, em seguida foram colocadas em beakers individuais com água destilada durante 24 horas. Após as 24 horas, foi medida a massa das amostras molhadas, ou seja, imersas em água. Por fim, as amostras foram secas levemente com papel absorvente para obtenção dos valores de massa para amostras úmidas. A densidade e porosidade das cerâmicas cristalizadas foram determinadas pelo método de imersão baseado no princípio de Arquimedes (ASTM C 20-00) utilizando as seguintes equações:

$$D = \frac{M_s}{M_u - M_i} \times P_{\text{água}}$$

$$P = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100$$

Onde D é a densidade (g.cm³) e P é a porosidade. Ms corresponde à massa seca, Mu é a massa úmida, Mi é a massa imersa (todas em gramas) e P_{água} é a densidade da água.

Figura 8 – Balança de precisão utilizada para a mensuração da densidade das amostras



Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.3.2 Microscopia eletrônica de varredura

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca) (Figura 9), e o microscópio eletrônico de varredura de alta resolução com canhão de emissão de campo para nanoestruturas

(MEV FEG) (Magellan 400L, FEI Company, Brno – Moravia, República Tcheca) com a finalidade de analisar a microestrutura das amostras quanto ao tamanho e morfologia dos cristais e a matriz vítrea. Para isso, as amostras foram fixadas em uma plataforma de alumínio com fita dupla face de carbono, e foram analisadas por meio do princípio de reflexão do feixe de elétrons secundários em magnificações desde 3.000x a 60.000x (Assunção e Souza, 2009).

Figura 9 – Microscópio Eletrônico de Varredura (Inspect S50, FEI Company, República Tcheca)



Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.3.3 Difração de raios-X

A difratometria de raios-x (DRX) foi realizada para a determinação dos picos cristalização das viro-cerâmicas (Panalytical, modelo X'Pert Powder, PANalytical, Almelo, Holanda) (Figura 10). Este teste foi realizado em 2 amostras por grupo após a cristalização.

Os dados foram obtidos pelo equipamento e enviados para o software (Origin 8.0, Califórnia, EUA) que vai desenhar gráficos para análise dos dados.

Figura 10 – Difratorômetro utilizado para a mensuração das amostras



Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.3.4 Translucidez

Para realizar a mensuração da translucidez foi realizado o polimento prévio extra das amostras com feltros de polimento utilizando pastas diamantadas de 15, 6, 3 e 1 μm .

Foi utilizado um espectrofotômetro CM-2600D (Konica Minolta – Japão) (Figura 11) para realizar as mensurações do grau de translucidez através dos parâmetros L (lightness), a (redness) e b (greeness) (modelo CIE, Commision Internationale de l'Eclairage), com anteparos preto (preto $L^* = 1,8$, $a^* = 1,3$, $b^* = -1,5$) e branco ($L^* = 95,7$, $a^* = -1,3$, $b^* = 2,6$) (Kaizer et al., 2017). Para garantir a continuidade óptica, uma gota de glicerol foi colocada entre o espécime e o anteparo (Nogueira, Della Bona,

2013). A determinação da alteração de cor (Tp, parâmetro de translucência) foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$Tp = [(L_b^* - L_p^*)^2 + (a_b^* - a_p^*)^2 + (b_b^* - b_p^*)^2]^{1/2}$$

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).

Figura 11 – Espectrofotômetro CM 2600D



Fonte: Imagem cedida pelo Prof. Dr. Eduardo Bresciani.

4.2.3.5 Rugosidade superficial

A rugosidade superficial de cada amostra foi avaliada em um perfilômetro (PRK profilometer nº720702, Perthen GmbH, Hannover, Germany) usando diferentes parâmetros (Ra, Rz e RSm), Ra refere-se a rugosidade média, Rz refere-se a profundidade de defeitos e RSm refere-se ao espaçamento entre os defeitos da superfície.

4.2.4 Comportamento mecânico das amostras

4.2.4.1 Teste de flexão biaxial

As amostras foram posicionadas sob três esferas de suporte (3,2 mm de diâmetro) que foram colocadas 10 mm equidistantes entre si, formando um plano triangular (ISO 6872). Os testes foram realizados em água e um pistão circular plano (1,6 mm diâmetro) fixado em uma célula de carga de 1.000 kgF em uma máquina universal de ensaios (Emic DL – 1000, Emic, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) que aplicou a carga (0,5 mm/min) no centro de uma superfície superior das amostras até a ocorrência da falha catastrófica. Uma fita adesiva (3M ESPE, EUA) foi colocada no lado compressivo das amostras para proporcionar melhor distribuição do contato entre o pistão e os discos, e também para evitar a separação dos fragmentos (Pereira et al., 2015). A força de flexão biaxial (σ) (MPa) foi calculada de acordo com a ISO 6872, e os cálculos de força foram baseados na seguinte equação:

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

onde P é a carga em Newtons, X e Y são parâmetros relacionados às propriedades elásticas do material (Razão de Poisson em Módulo Elástico) e d é a espessura da amostra na origem da fratura em milímetros.

Para fornecer uma previsão confiável da resistência à fratura de cerâmica, as probabilidades de falha de Weibull devem ser levadas em consideração. A probabilidade de falha de Weibull é descrita pelo módulo de Weibull, m. Um valor m mais alto indica uma dispersão menor nas propriedades medidas. Portanto, os dados obtidos no teste de resistência à flexão biaxial foram registrados e submetidos à análise de Weibull, utilizando a distribuição biparamétrica descrita por Quinn e Quinn (2010), nas seguintes equações:

$$P_f = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_\theta}\right)^m\right)$$

$$\ln(1 - P_f) = -\left(\frac{\sigma}{\sigma_\theta}\right)^m$$

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1 - P_f}\right)\right] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_\theta$$

onde a resistência característica σ_θ é o parâmetro de localização, em que um grande σ_θ desloca os dados para a direita, enquanto um pequeno σ_θ desloca para esquerda. Este parâmetro corresponde à resistência em que probabilidade de falha (P_f) corresponde a 63,2%. O módulo de Weibull (m) corresponde à forma do gráfico da distribuição. Quanto mais contida a distribuição, menor a dispersão dos dados, maior o módulo e, portanto, mais confiável o material.

As diferenças estatísticas entre os dados de resistência características foram determinadas sem sobreposição dos intervalos de confiança de 95%. A média e o desvio padrão da resistência à flexão biaxial também foram submetidos ao teste de Anova bidirecional ($\alpha = 0,5$) e teste de Tukey.

4.2.4.2 Dureza Vickers

Nove amostras de cada grupo foram submetidas ao teste de dureza em um microdurômetro Vickers (Shimadzu Micro Hardness tester, modelo HMV-G 21DT, Shimadzu, Kyoto, Japão) (Figura 12) com carga de 10 N por 10 s (a carga foi aumentada progressivamente até fosse produzido um padrão de indentação e trincas aceitável), seguindo as recomendações da norma ASTM C 1327-03. Três identificações (aumento de 10x) foram feitos em cada amostra, com pelo menos 0,5 mm de distância um do outro.

A área de indentação foi calculada automaticamente por um software (Software de Teste da Série HMV-G, Shimadzu Corporation, Japão), a partir de medições

microscópicas das diagonais da impressão (Designação ASTM E384-89). A dureza Vickers foi obtida pela equação:

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

onde HV é a dureza Vickers, F é a carga em KgF e d é a média aritmética entre duas diagonais em mm (área de indentação).

Anova one-way e teste de Tukey ($p < 0,05$) foram usados para encontrar as diferenças estatísticas entre os grupos, usando os dados obtidos da dureza Vickers (média e desvio padrão) de cada material ($n=30$).

Figura 12 – Microdurômetro digital HMV-G21DT, Shimadzu



Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.4.3 Desgaste de três corpos e desgaste dois corpos (Three-body wear e two-body wear)

Os testes de desgaste (three-body e two-body wear) foram realizados na ACTA (Academic Centre for Dentistry Amsterdam) segundo de Gee e Palav (1994). A máquina utilizada para a realização destes testes consiste em duas rodas cilíndricas motorizadas com diferentes diâmetros, que deslizam uma sobre a outra. Uma das rodas contém as amostras a serem testadas, e a outra é a roda antagonista, feita de aço inoxidável. As rodas apresentam um deslizamento de superfície de cerca de 15%, e são colocadas dentro de um refratário contendo um meio específico.

Os discos foram adaptados nos espaços presentes na roda das amostras (14 mm de comprimento x 10 mm de largura x 3 mm de espessura), e o espaço faltante foi preenchido com resina composta (3M ESPE Filtek Z250). As amostras foram limpas em banho de ultrassom com água destilada por 5 minutos, e então alinhadas e fixadas na roda com cola a base de cianoacrilato (Pereira et al., 2019). Cada roda comporta dez amostras, sendo três amostras de cada grupo de cerâmica (IPS e.max CAD, Suprinity e Celtra) e uma amostra de resina composta (3M ESPE Filtek Z250 cor A2) usada como material padrão para mensurar a quantidade de desgaste. Para a roda das amostras, duas rodas diferentes foram confeccionadas: uma com as amostras cristalizadas em forno convencional e outra com as amostras cristalizadas em forno de micro-ondas.

Antes do início dos testes de desgaste, a roda das amostras foi lixada na máquina de desgaste usando rodas de diamante de diferentes grãos (D126 e D15), a fim de obter um diâmetro uniforme de 48 milímetros.

Para o teste de desgaste de três corpos é utilizado um meio abrasivo, o qual consiste em uma mistura de arroz, cascas de semente de milho, azida de sódio e uma solução tampão, que simulam o bolo alimentar (pH = 7). Já para o teste de desgaste de dois corpos, o meio utilizado é apenas água.

Tanto para o desgaste de três corpos, quanto para o desgaste de dois corpos, a roda antagonista foi pressionada contra a roda das amostras utilizando uma força de 15 N. Cada corrida consiste em 200,000 ciclos da roda das amostras, a uma velocidade de rotação de 1 Hz. As rodas giram em sentidos opostos, com taxa de deslizamento de 15% entre elas, de acordo com de Gee e Palav (1994), para balanço adequado dos mecanismos de erosão e para fazer com que o meio abrasivo passe entre as duas rodas, promovendo abrasão e desgaste. Os testes foram realizados em duplicata, logo, foram realizadas duas corridas de 200,000 ciclos neste experimento.

Para medir o desgaste, uma medida inicial após o desgaste com as rodas de diamante foi tomada, para criar um parâmetro na superfície da cerâmica. Os planos de referência não desgastados (na parte superior e inferior de cada amostra) foram registrados, enquanto a superfície restante (porção central) foi desgastada devido ao contato com o meio abrasivo ou água, para os testes de desgaste de três e dois corpos, respectivamente (Benetti et al., 2016). Antes do início do teste de desgaste, e após cada corrida, 10 medidas com 100 pontos de medição foram tomadas em posições fixas na superfície de cada amostra, para determinar a quantidade de desgaste em μm (PRF perfilômetro nº. 720702, Perthen GmbH, Hannover, Alemanha). Foi realizada uma média entre estas 10 medidas, e então foi determinada a perda de material em μm (van Duinen et al., 2005). A topografia superficial de cada amostra foi avaliada no microscópio eletrônico de varredura (XL 20, Philips, Eindhoven, Holanda).

4.2.4.4 Análise fractográfica

As amostras fraturadas tiveram suas superfícies analisadas em estereomicroscópio (Discovery V20, CarlZeiss, Jena, Thuringia, Alemanha) para determinação das características de fratura. Foram selecionadas amostras mais representativas de todos os grupos para serem analisadas em MEV. Foram determinadas as origens das fraturas e relação entre o caminho percorrido pela trinca e a microestrutura dos materiais estudados.

5 RESULTADOS

5.1 Protocolo de temperatura

Para a **cristalização em 700°C**, tempo final do processo foi 2 horas e 35 minutos aproximadamente e ao final dele, as amostras de DL não apresentaram mudança de cor, ou seja, permaneceram arroxeadas da mesma forma como são fornecidas pelo fabricante.

Para a **cristalização em 770°C**, o tempo final do processo foi 3 horas e 50 minutos aproximadamente. Ao final do processo, as amostras de DL apresentaram-se ainda levemente arroxeadas, as amostras de SLZ1 apresentaram aspecto próximo ao esperado, até levemente mais translúcidas quando comparadas às amostras cristalizadas em forno convencional, e as amostras de SLZ2 apresentaram-se semelhantes ao aspecto esperado.

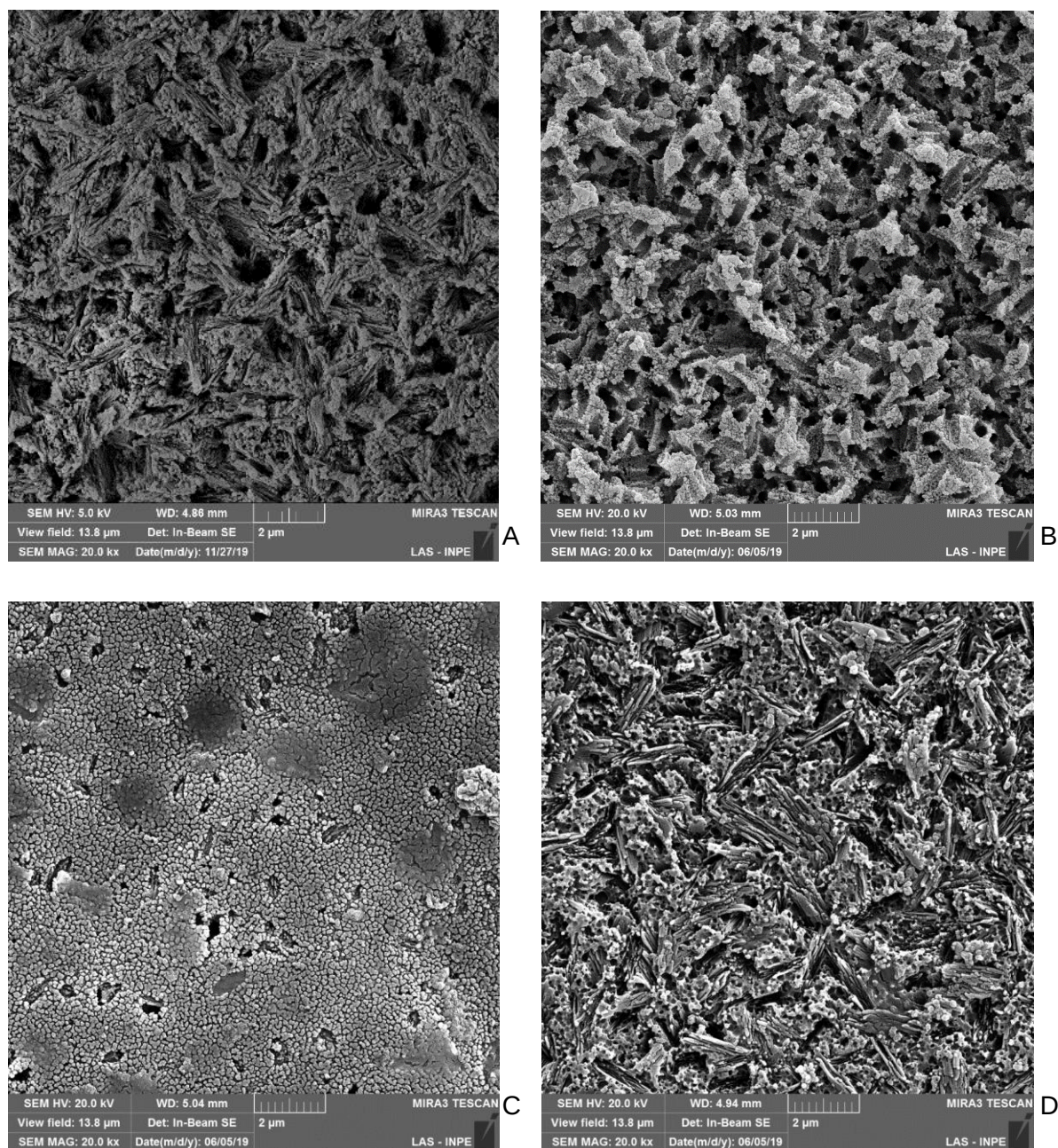
Para a **cristalização em 850°C**, o tempo final do processo foi 4 horas e 30 minutos aproximadamente. Ao serem removidas do forno, as amostras de DL apresentaram alteração de cor semelhantes ao resultado esperado, ou seja, semelhantes às amostras cristalizadas em forno convencional. Entretanto, as amostras de SLZ1 e SLZ2 apresentaram um aspecto muito mais opaco em relação ao que era esperado.

5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG)

As imagens obtidas em MEV-FEG estão apresentadas a seguir. Para a temperatura de 700°C, a microscopia eletrônica de varredura mostrou que as cerâmicas não apresentaram a microestrutura compatível com as cerâmicas cristalizadas em forno convencional. No caso do grupo DL-mo, a imagem obtida foi de uma microestrutura sem a presença das chamadas “agulhas” características da fase cristalina desta cerâmica. Para a temperatura de 770°C, o grupo DL-mo apresentou alguns pontos de alongamento de cristais dispersos, sinalizando uma cristalização

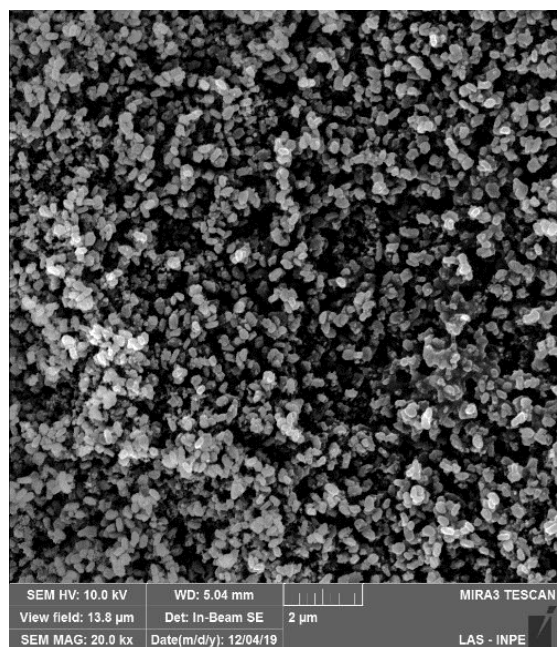
parcial do material. Já para a cerâmica de SLZ1 a microscopia evidenciou uma microestrutura bastante semelhante à do material cristalizado em forno convencional, o que significa que esta cerâmica foi cristalizada nesta temperatura. Para a temperatura de 850°C, o MEV-FEG evidenciou que as amostras de DL-mo apresentaram microestrutura coerente com a cristalização convencional, podendo ser observado o crescimento e alongamento dos cristais de dissilicato de lítio. Isto mostra que este material foi cristalizado nesta temperatura. Para as amostras de SLZ1, além do processo de cristalização ter ocorrido, houve também um crescimento maior dos grãos de zircônia. As micrografias das cerâmicas DL estão representadas na figura 13, das cerâmicas SLZ1 estão representadas na figura 14 e das cerâmicas SLZ2 na figura 15.

Figura 13 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da cerâmica DL, magnificação 20.000 x. A: DL-c; B: DL-mo 700°C; C: DL-mo 770°C e D: DL-mo 850°C

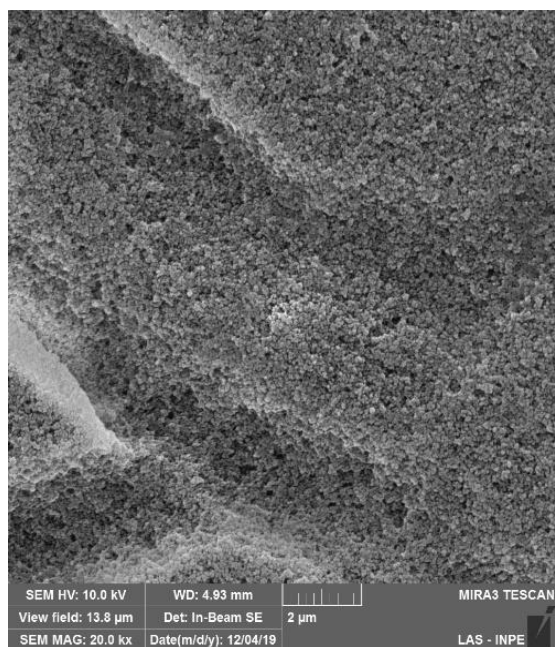


Fonte: Elaborado pelo autor.

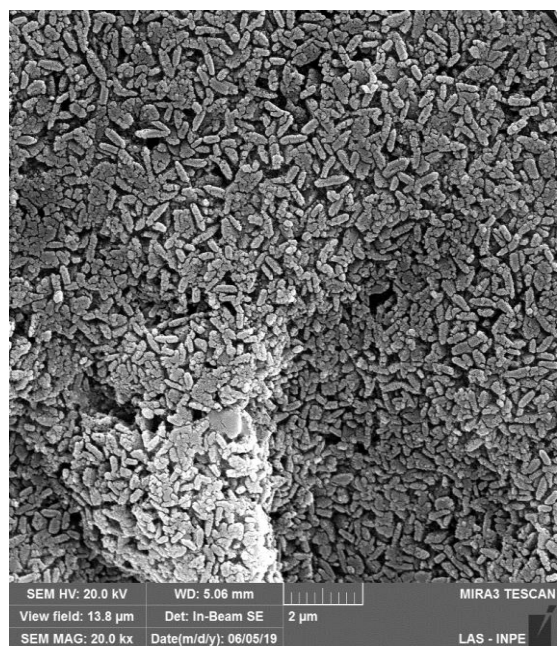
Figura 14 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da cerâmica SLZ1, magnificação 20.000 x. A: SLZ1-c; B: SLZ1-mo 700°C; C: SLZ1-mo 770°C e D: SLZ1-mo 850°C



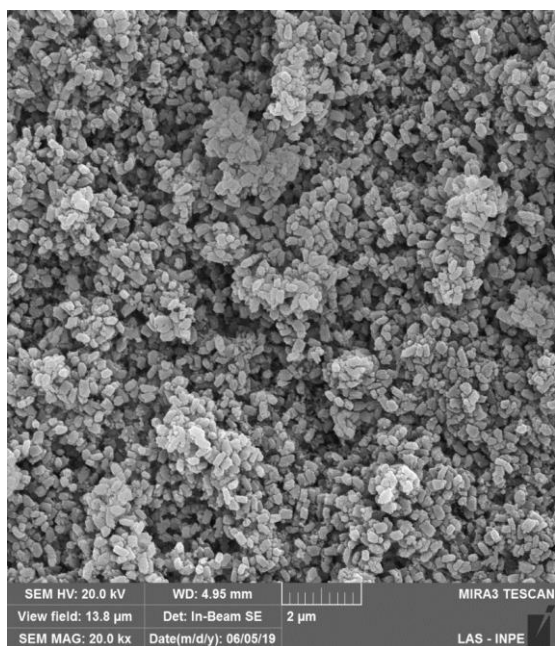
A



B



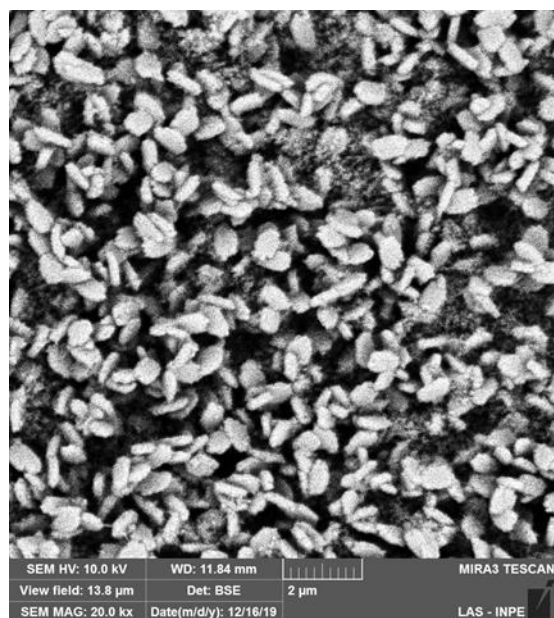
C



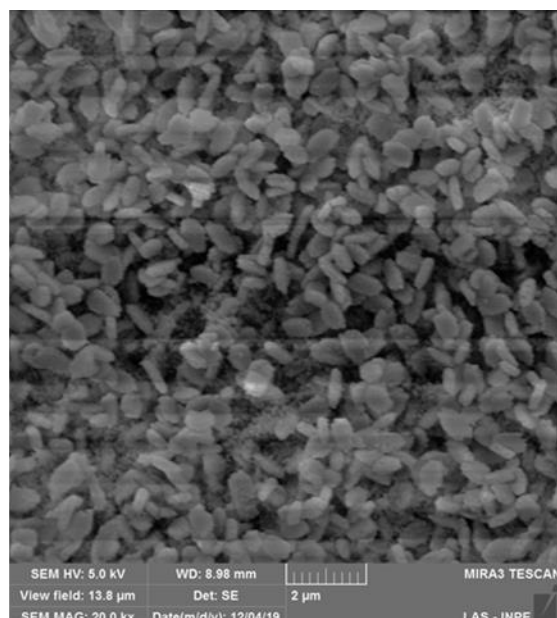
D

Fonte: Elaborado pelo autor.

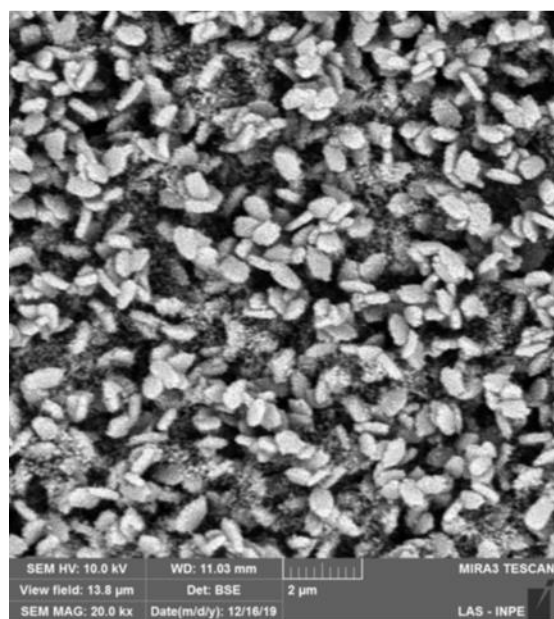
Figura 15 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da cerâmica SLZ2, magnificação 20.000 x. A: SLZ2-c; B: SLZ2-mo 700°C; C: SLZ2-mo 770°C e D: SLZ2-mo 850°C



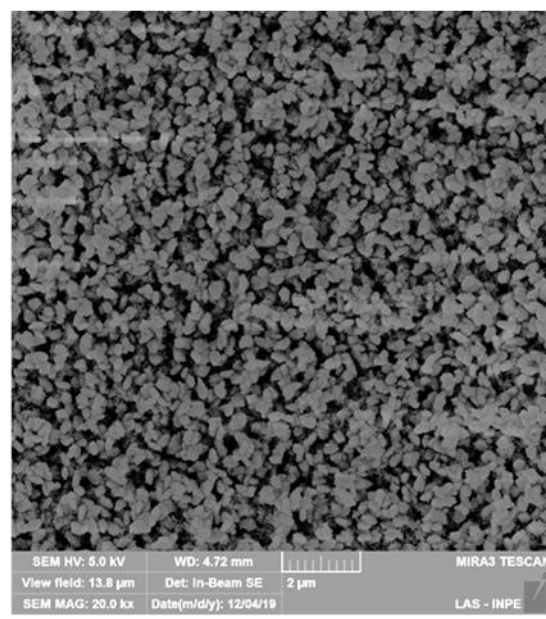
A



B



C



D

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.2 Difração de raios-x (DRX)

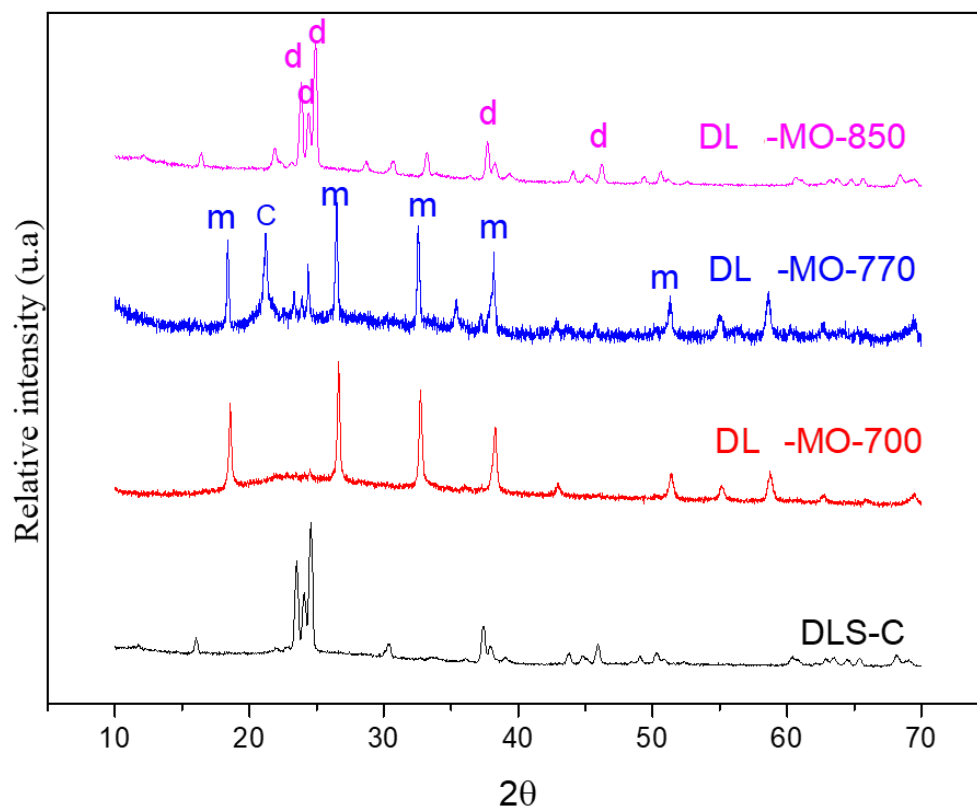
Os gráficos gerados pelo DRX (Figura 16) sobre os diferentes tipos de cerâmica e comparando as diferentes temperaturas de cristalização mostra as fases e picos cristalinos presentes em cada um dos materiais analisados.

Para a **cristalização em 700°C**, o teste de DRX evidenciou que as amostras não foram cristalizadas, uma vez que não houve a formação dos picos cristalinos característicos de uma cerâmica cristalizada, no caso de DL-mo e SLZ1-mo as fases encontradas foram apenas de metassilicato (m) e não dissilicato de lítio (d). Já para SLZ2-mo, o gráfico assemelha-se bastante com o gráfico do grupo controle, mas isto se deve ao fato de que esta cerâmica já é fornecida pelo fabricante na sua forma cristalizada.

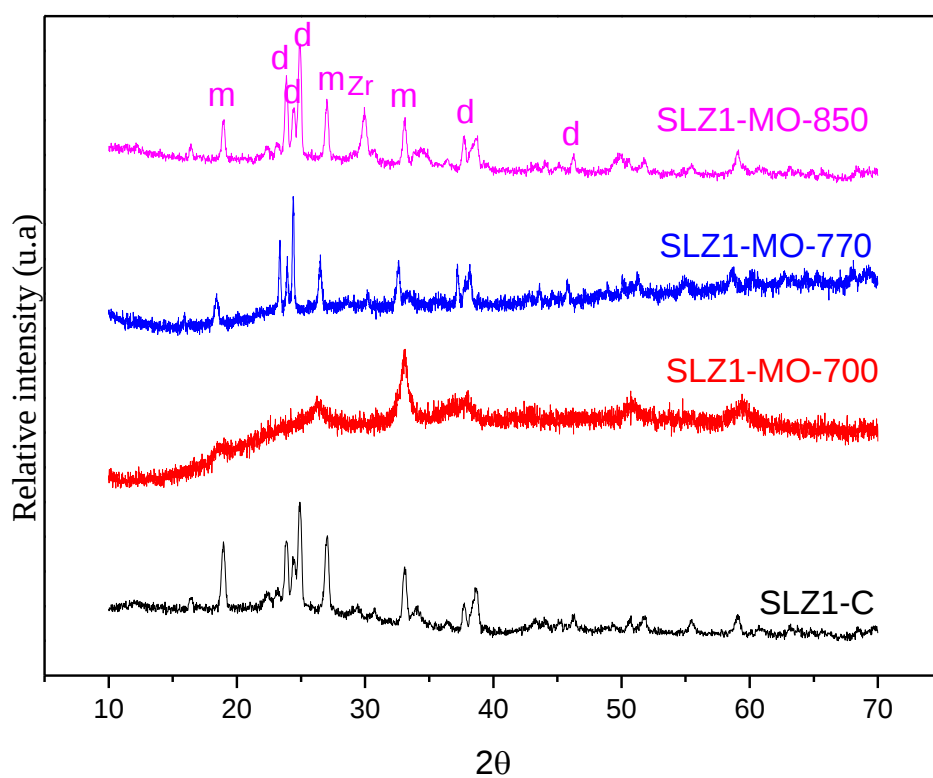
Para a **cristalização em 770°C**, o gráfico de DRX mostrou um alto pico do componente cristobalita (C) na cerâmica DL-mo, e diferentes quantidades de conteúdo de metassilicato e dissilicato de lítio. Já para a cerâmica SLZ1-mo, foi encontrada maior quantidade de picos de dissilicato de lítio, do que metassilicato de lítio. Para a cerâmica SLZ2-mo, o gráfico também se assemelha ao grupo controle, pelo mesmo motivo citado anteriormente.

Para a **cristalização em 850°C**, DL-mo apresentou maior formação de dissilicato de lítio do que o grupo DL-c, e o pico de cristobalita encontrado anteriormente foi, nesta temperatura, inexistente. SLZ1-mo apresentou maior formação de metassilicato comparado ao ZLS1-c, além de apresentar um grande pico de zircônia. Por fim, para SLZ2-mo, o gráfico assemelha-se ao grupo controle, com exceção de um grande pico de zircônia, assim como na cerâmica SLZ1-mo.

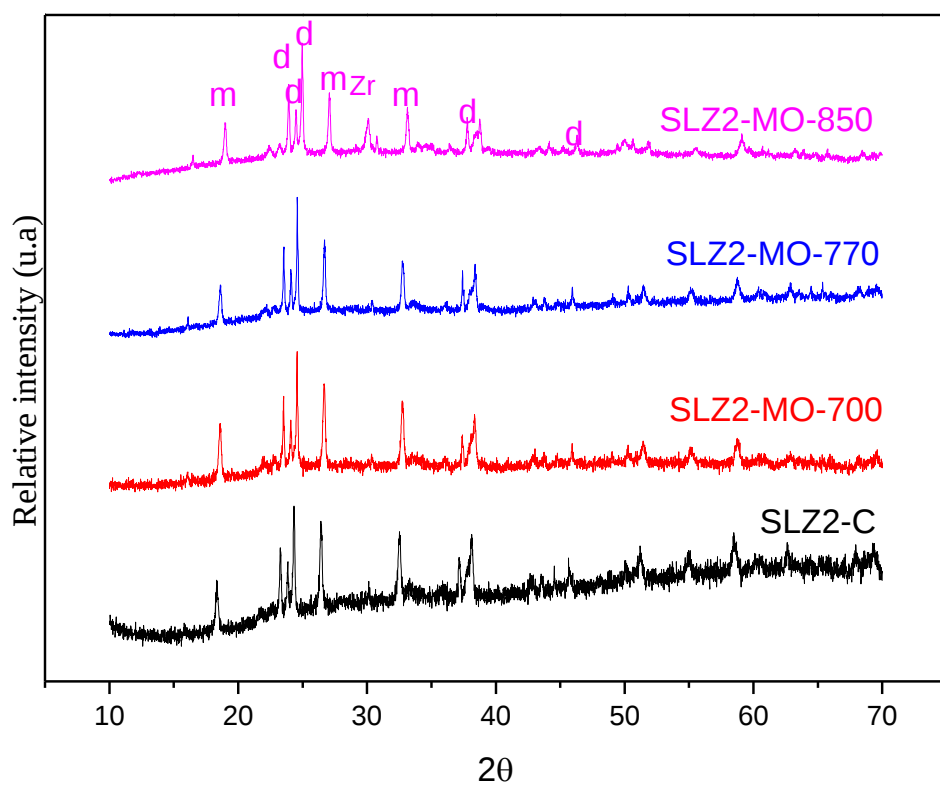
Figura 16 – Gráfico com dados de DRX evidenciando as fases presentes em cada material



A



B



C

Legenda: a) DL (dissilicato de lítio); b) SLZ1 (silicato de lítio reforçado por zircônia 1); c) SLZ2 (silicato de lítio reforçado por zircônia 2); m= metassilicato de lítio; d= dissilicato de lítio; C= cristobalita; Zr= zircônia.

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.3 Flexão biaxial

Os valores médios de resistência para as amostras cristalizadas em forno convencional e para os três testes de temperatura em forno de micro-ondas estão apresentados na tabela 1. Para as amostras cristalizadas em forno convencional, a média de resistência para o grupo DL-c foi de $344,3 \pm 40,9$, para o grupo SLZ1-c foi de $286,8 \pm 73,96$, e para SLZ2-c foi de $232,7 \pm 48,05$. Na **cristalização em 700°C**, a média de resistência das amostras de DL-mo foi de $261,4 \pm 55$ MPa, valor abaixo do que o fabricante indica e também abaixo da média de resistência das amostras de DL-c citada anteriormente. Para SLZ1-mo, a média dos valores de resistência foi $209,76 \pm 13,71$ e para SLZ2-mo foi de $187,78 \pm 20,03$. Para a **cristalização em 770°C**, a média dos valores de resistência foi $318,4 \pm 50,2$ MPa para DL-mo, $302,8 \pm 37,86$ MPa para SLZ1-mo e $268,7 \pm 44,85$ para SLZ2. Para a **cristalização em 850°C** a média da resistência para DL-mo foi de $422,4 \pm 63,53$. Para SLZ1-mo, o valor médio de resistência foi $320,55 \pm 25$ MPa e para SLZ2-mo foi de $320,57 \pm 34$. Foram realizados os testes ANOVA 1 fator e Tukey (95%), e o valor de P obtido foi 0,000 ou seja, houve diferença estatística entre os resultados ($p < 0,005$). A cristalização em 850°C resultou em maior resistência para a cerâmica DL, resultando em um aumento significativo de aproximadamente 80 MPa. Esta temperatura também promoveu aumento da resistência para as cerâmicas de silicato de lítio reforçado por zircônia. Para a temperatura de 770°C, estas cerâmicas também tiveram suas resistências aumentadas, porém, o aumento foi de aproximadamente 20 MPa e não foi estatisticamente significativo. O grupo DL-mo 850°C apresentou o maior valor de resistência, seguido por DL-c, e os grupos de SLZ1 e SLZ2 apresentam-se com valores intermediários, com exceção de SLZ2-mo 700°C, que apresentou o menor valor dentre todos materiais testados. A figura 17 ilustra a análise de Weibull, sendo que, quanto maior o módulo de Weibull, maior é a homogeneidade estrutural do material, e mais previsível é seu comportamento.

Diante dos resultados obtidos, a temperatura de cristalização escolhida para o DL foi 850°C e para SLZ1 e SLZ2 foi 770°C, e todos os testes seguintes foram realizados apenas com as temperaturas estabelecidas no protocolo. Os resultados do

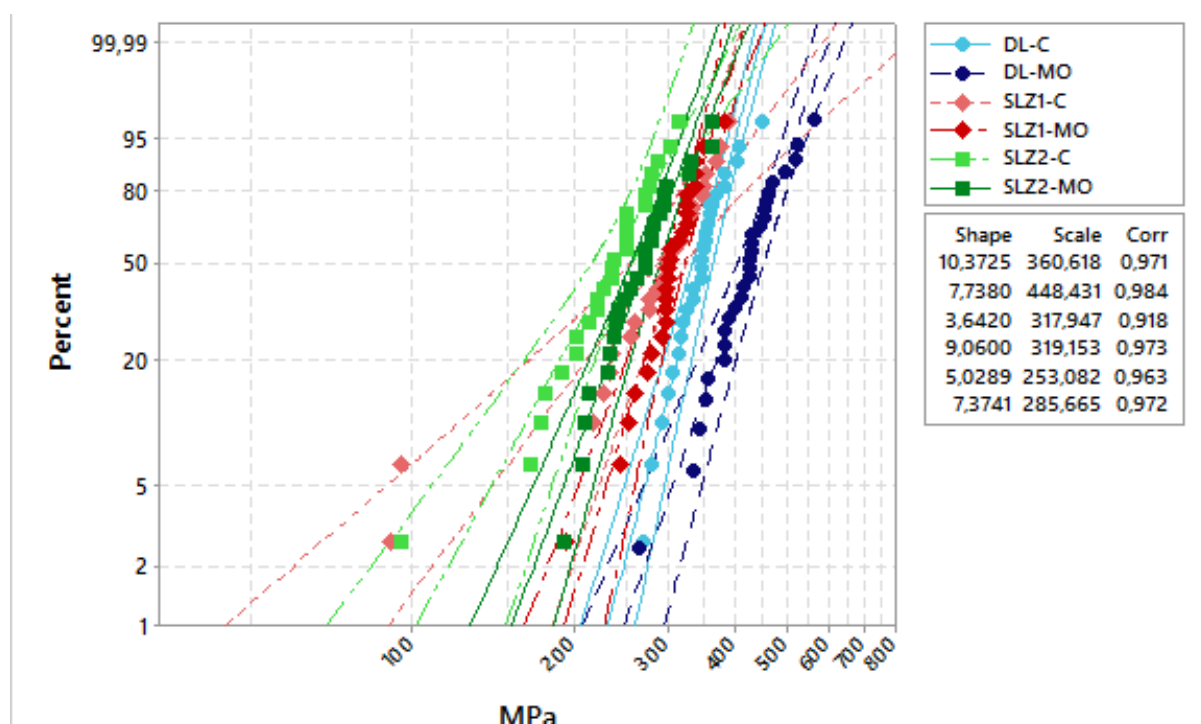
teste de flexão biaxial para as temperaturas selecionadas, bem como o gráfico e tabela correspondentes à análise de Weibull estão apresentadas a seguir.

Tabela 1 – Valores médios de resistência e desvios-padrões para cada grupo analisado

Material	Resistência (MPa)
DL-c	344,3 ± 40,9
DL-mo 850°	422,4 ± 63,53
SLZ1-c	286,8 ± 73,96
SLZ1-mo 770°	302,8 ± 37,86
SLZ2-c	232,7 ± 48,05
SLZ2-mo 770°	268,7 ± 44,85

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 17 – Gráfico com distribuição de Weibull para os resultados do teste de flexão biaxial



Legenda: Shape = módulo de Weibull. Scale = resistência característica. Corr = índice de correlação da reta.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 2 – Tabela com resultados da análise de Weibull

Grupo	m Weibull	IC (m)	σ_0	IC (σ_0)
DL-C	10,37 ^A	8,46-12,71	360,61 ^B	346,48-375,32
DL-MO	7,73 ^{ABC}	6,00-9,97	448,43 ^A	426,24-471,77
SLZ1-C	3,64 ^{BC}	2,08-6,36	317,94 ^{BC}	283,74-356,26
SLZ1-MO	9,06 ^{AB}	6,65-12,34	319,15 ^C	305,19-333,74
SLZ2-C	5,02 ^{BC}	3,35-7,53	253,08 ^D	233,45-274,36
SLZ2-MO	7,37 ^{ABC}	5,85-9,28	285,66 ^{BD}	270,11-302,11

Legenda: m Weibull = módulo de Weibull. IC (m) = intervalo de confiança do módulo de Weibull. σ_0 = resistência característica. IC (σ_0) = intervalo de confiança da resistência característica.

Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significantes na mesma coluna.

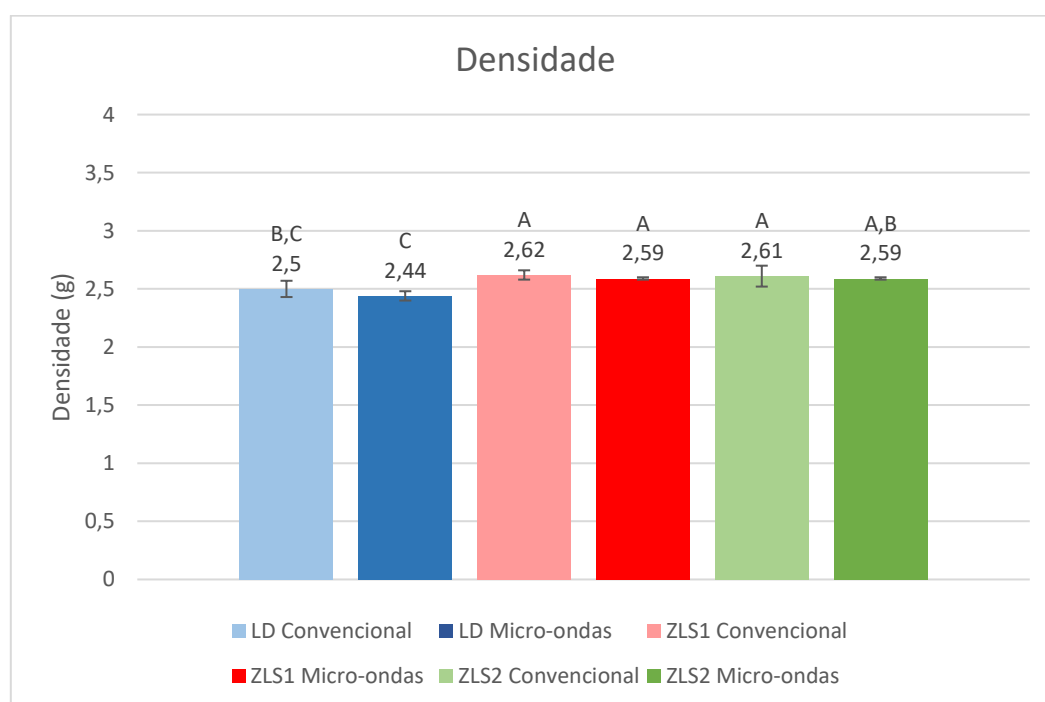
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Caracterização das amostras

5.2.1 Densidade

Os resultados de média (em gramas) e desvio padrão para o teste de densidade estão descritos no gráfico abaixo (figura 18). DL-c apresentou densidade média de 2,5 gramas, enquanto o mesmo material em forno de micro-ondas apresentou densidade média de 2,44 gramas. SLZ1-c teve densidade média de 2,62 gramas, enquanto o cristalizado em forno micro-ondas teve a média de 2,59 gramas. SLZ2-c obteve média de 2,61 gramas e o mesmo em forno de micro-ondas obteve média de 2,59 gramas. Foram realizados os testes ANOVA 1 fator e Tukey (95%), com $p=0,000$, o que significa que houve diferença estatística entre os resultados.

Figura 18 - Gráfico ilustrando as médias (em gramas) de densidade dos materiais analisados



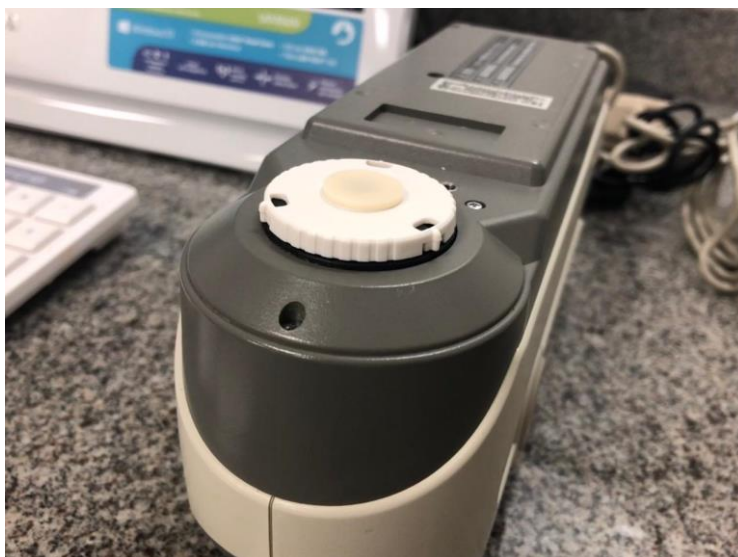
Fonte: Elaborado pelo autor.

Letras maiúsculas semelhantes significam que não houve diferença estatística.

5.2.2 Translucidez

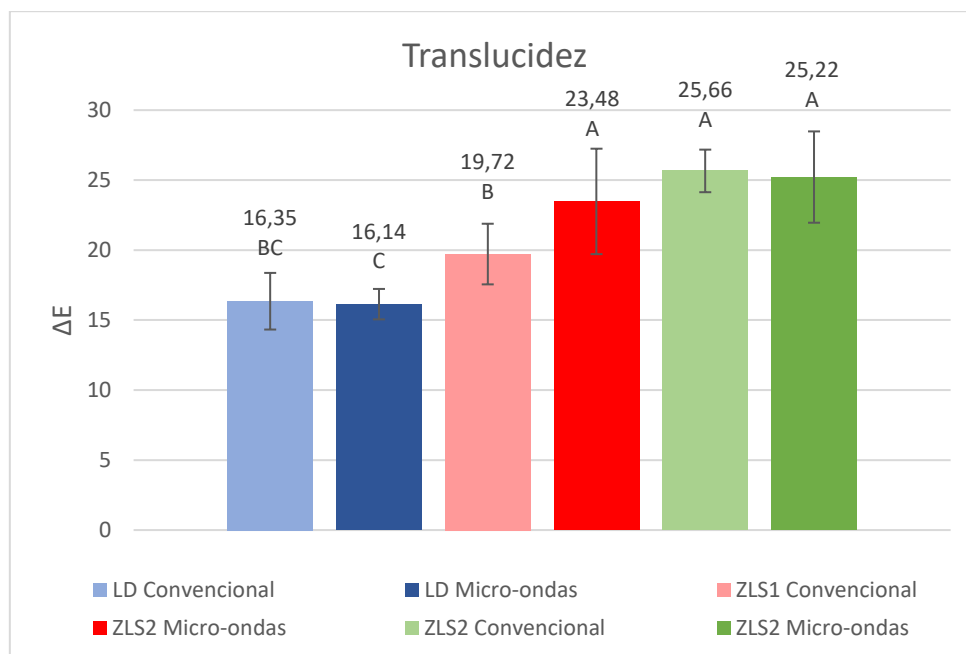
Com relação a translucidez (Figura 19), foi realizado o teste estatístico ANOVA 1 fator e teste de Tukey 95%. SLZ2-c ($25,66 \pm 1,52$), SLZ2-mo ($25,22 \pm 3,26$) e SLZ1-mo ($23,48 \pm 3,76$) apresentaram maior média de translucidez, seguido de SLZ1-c ($19,72 \pm 2,16$), DL-c ($16,35 \pm 2,02$), e DL-mo ($16,145 \pm 1,08$). Os dados com média e desvio padrão para cada grupo estão ilustrados no gráfico abaixo (Figura 20).

Figura 19 – Imagem do espectrofotômetro no momento da realização do teste



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 20 – Gráfico com os valores de média (ΔE) e desvio padrão para o teste de translucidez



Letras maiúsculas semelhantes significam que não houve diferença estatística.
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.3 Rugosidade superficial

O teste ANOVA dois fatores revelou que não houve influência do material e do tipo de cristalização na rugosidade média (R_a) e espaçamento entre defeitos na superfície (R_{Sm}), porém, com relação a altura dos picos de rugosidade (R_z) ambos fatores foram significantes isoladamente. A tabela 2 resume o teste ANOVA para todos os parâmetros de rugosidade.

Para o parâmetro R_a , DL ($0,13 \pm 0,05$), SLZ1 ($0,19 \pm 0,09$) e SLZ 2 ($0,19 \pm 0,11$) apresentaram valores de média similares, assim como a cristalização convencional ($0,17 \pm 0,09$) e cristalização por energia de micro-ondas ($0,18 \pm 0,09$).

Considerando o parâmetro R_z , DL ($2,63 \pm 0,65$) apresentou valores de média inferiores que SLZ1 ($3,68 \pm 1,31$) e SLZ 2 ($3,83 \pm 1,36$). Com relação a forma de cristalização, a energia de micro-ondas ($3,70 \pm 1,32$) mostrou maior média de valor de R_z do que a forma convencional ($3,06 \pm 1,12$).

Em relação ao parâmetro RSm, DL ($429,6 \pm 375,9$), SLZ1 ($453,4 \pm 253,9$) e SLZ2 ($540,8 \pm 289,4$) apresentaram valores de média semelhantes. Além disso, cristalização em forno convencional ($463,6 \pm 316,1$) e micro-ondas ($485,7 \pm 307$) apresentaram valores de média semelhantes. A análise estatística descritiva com média (μ m) e desvio padrão para Ra, Rz e RSm está descrita na tabela 3.

Tabela 2 – Análise de variância ANOVA dois fatores para o parâmetro Ra

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-value
Ra					
Cristalização	1	0.000667	0.000667	0.07	0.785
Material	2	0.047603	0.023802	2.68	0.078
Cristalização*Material	2	0.008703	0.004352	0.49	0.616
Erro	54	0.480400	0.008896		
Total	59	0.537373			
Rz					
Cristalização	1	5.991	5.9914	4.69	0.035*
Material	2	17.163	8.5817	6.72	0.002*
Cristalização*Material	2	1.700	0.8500	0.67	0.518
Erro	54	68.976	1.2773		
Total	59	93.831			
RSm					
Cristalização	1	7322	7322	0.08	0.785
Material	2	137151	68576	0.70	0.499
Cristalização*Material	2	227931	113966	1.17	0.318
Erro	54	5265699	97513		
Total	59	5638104			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 3 – Análise descritiva com média (μm) e desvio padrão para os parâmetros Ra, Rz e RSm de acordo com o material e tipo de cristalização

Cristalização	DL	SLZ1	SLZ2
Ra			
Convencional	$0.13 \pm 0.06^{A,a}$	$0.18 \pm 0.09^{A,a}$	$0.21 \pm 0.12^{A,a}$
Micro-ondas	$0.14 \pm 0.04^{A,a}$	$0.21 \pm 0.09^{A,a}$	$0.18 \pm 0.12^{A,a}$
Rz			
Convencional	$2.3 \pm 0.7^{B,a}$	$3.1 \pm 1.0^{A,a}$	$3.6 \pm 1.2^{A,a}$
Micro-ondas	$2.8 \pm 0.5^{B,a}$	$4.2 \pm 1.7^{A,a}$	$3.9 \pm 1.5^{A,a}$
RSm			
Convencional	$360 \pm 280^{A,a}$	$415 \pm 256^{A,a}$	$615 \pm 372^{A,a}$
Micro-ondas	$499 \pm 457^{A,a}$	$491 \pm 259^{A,a}$	$466 \pm 162^{A,a}$

Letras maiúsculas semelhantes indicam que não houve diferença estatística na mesma linha.
Letras minúsculas semelhantes indicam que não houve diferença estatística na mesma coluna.

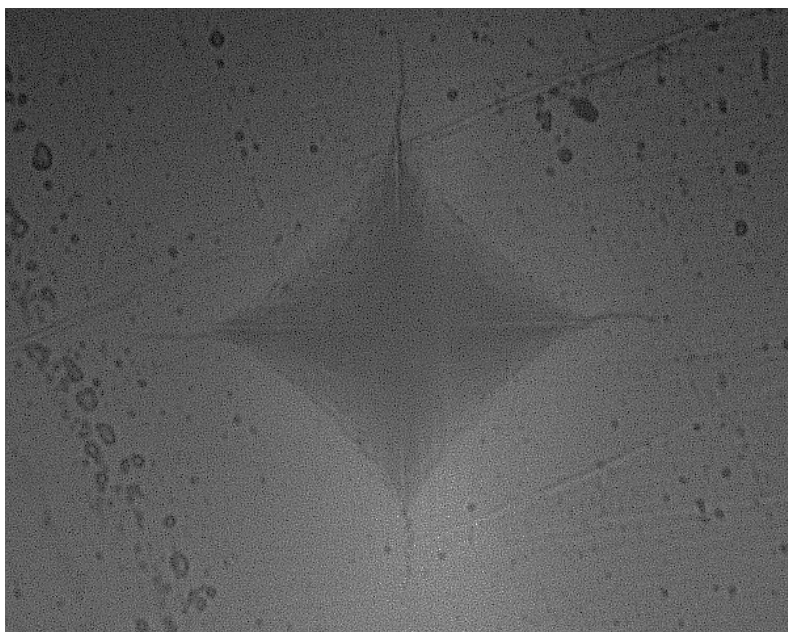
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Comportamento mecânico das amostras

5.3.1 Dureza Vickers

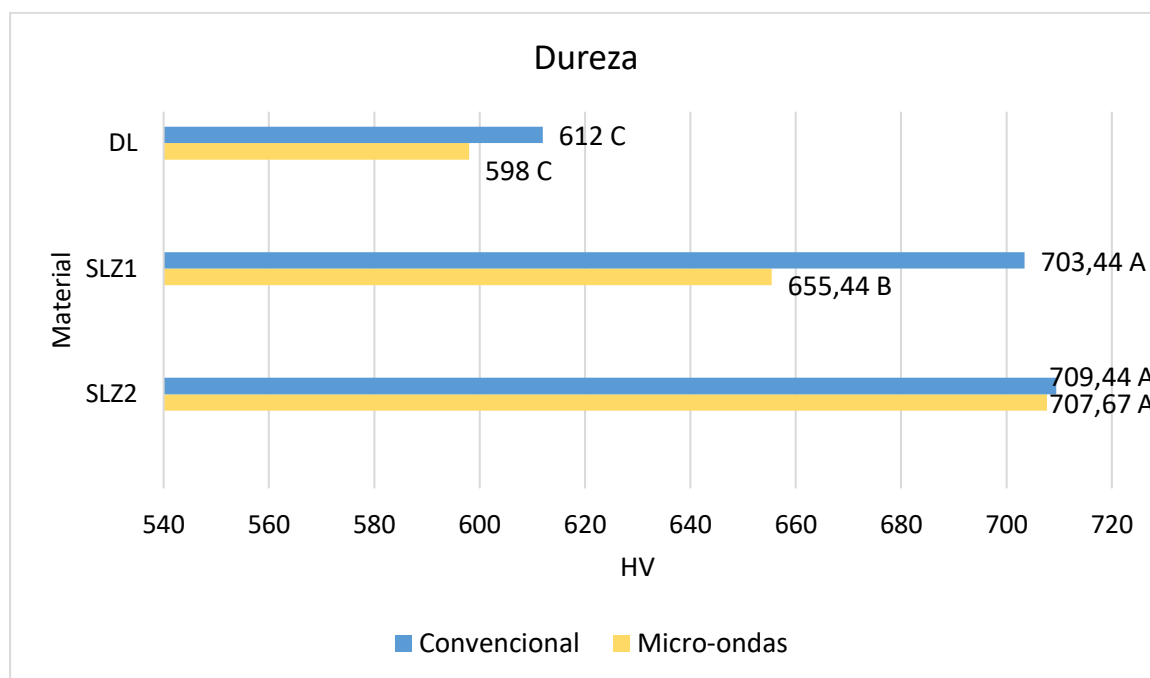
Com relação à dureza, nove amostras de cada grupo foram analisadas, sendo que DL-c apresentou valor médio de $612 \pm 10,75$ HV enquanto DL-mo apresentou média de $598 \pm 7,5$ HV. SLZ1-c apresentou média de $703,44 \pm 17,47$ HV e SLZ1-mo $655,44 \pm 17,18$ HV. Já SLZ2-c apresentou média de $709,44 \pm 13,57$ HV e SLZ2-mo $707,67 \pm 14,57$ HV. De acordo com o teste estatístico ANOVA 1-fator e teste de Tukey 95%, as cerâmicas SLZ2-c, SLZ2-mo e SLZ1,c apresentaram maiores valores de dureza e médias estatisticamente semelhantes; seguidos por SLZ1-mo e, por fim, DL-c e DL-mo. Uma identificação está ilustrada na Figura 21, e um gráfico com as respectivas médias de dureza para cada grupo (Figura 22) estão ilustrados abaixo.

Figura 21 – Indentação em amostra de DL-mo



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 22 – Gráfico com valores de média para dureza de cada grupo analisado



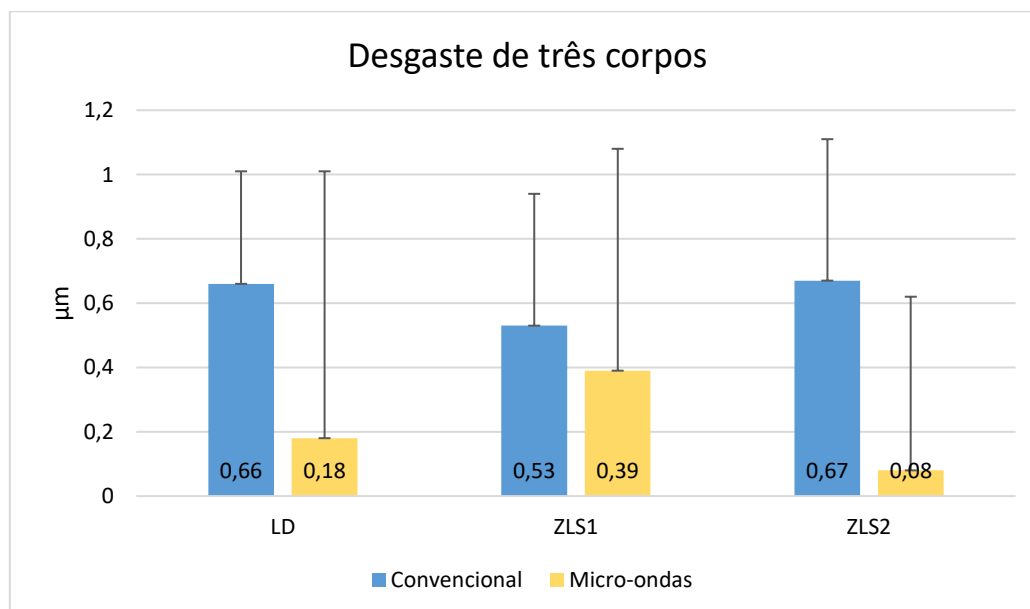
Fonte: Elaborado pelo autor.

Letras maiúsculas semelhantes significam que não houve diferença estatística.

5.3.2 Desgaste de três corpos (Three-body wear)

Para o teste de desgaste de três corpos, a taxa de desgaste foi influenciada pela forma de cristalização, porém não pelo tipo de material. Os dados obtidos pelo teste ANOVA dois fatores estão descritos na tabela 4. Sendo assim dissilicato de lítio (0.42 ± 0.68), silicato de lítio reforçado por zircônia 1 (0.46 ± 0.57) e silicato de lítio reforçado por zircônia 2 (0.38 ± 0.57) apresentaram médias semelhantes. No que diz respeito a forma de cristalização, a forma convencional (0.62 ± 0.4) apresentou maior taxa de desgaste quando comparado ao forno de micro-ondas (0.22 ± 0.71). A análise descritiva para este teste está descrita na tabela 5 e ilustrada na figura 23.

Figura 23 – Gráfico ilustrando a média (μm) e desvio padrão das taxas de desgaste de três corpos, de acordo com o material e tipo de cristalização

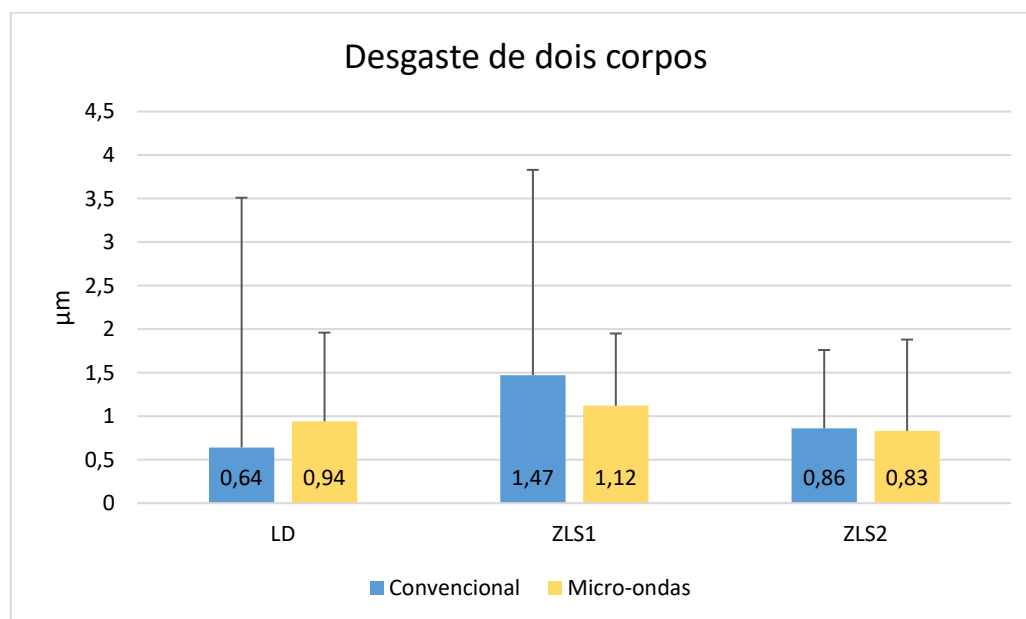


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3.3 Desgaste de dois corpos (Two-body wear)

Com relação ao teste de desgaste de dois corpos, o teste ANOVA dois fatores revelou que a taxa de desgaste não foi influenciada pela forma de cristalização, mas sim pelo tipo de material (tabela 4). Silicato de lítio reforçado por zircônia 1 (1.30 ± 1.79) sofreu maior taxa de desgaste quando comparado ao dissilicato de lítio (0.79 ± 2.15) e silicato de lítio reforçado por zircônia 2 (0.85 ± 0.94). Além disso, a cristalização convencional (0.99 ± 2.21) apresentou média de desgaste semelhante a cristalização por energia de micro-ondas (0.97 ± 0.99). A análise descritiva para este teste está ilustrada na figura 24 e também descrita na tabela 5.

Figura 24 – Gráfico ilustrando a média (μm) e desvio padrão das taxas de desgaste de dois corpos, de acordo com o material e tipo de cristalização



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 4 – Análise de variância ANOVA dois fatores para taxas de desgaste obtidas nos testes de desgaste de três e dois corpos

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-value	P-value
Desgaste de três corpos					
Cristalização	1	14.601	14.6007	44.24	0.000*
Material	2	0.417	0.2084	0.63	0.532
Cristalização*Material	2	3.117	1.5585	4.72	0.009*
Erro	354	116.831	0.3300		
Total	359	134.965			
Desgaste de dois corpos					
Cristalização	1	0.05	0.05378	0.02	0.892
Material	2	18.51	9.25419	3.17	0.043*
Cristalização*Material	2	6.44	3.21803	1.10	0.333
Erro	354	1032.66	2.91710		
Total	359	1057.65			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 5 – Análise descritiva com média (μm) e desvio padrão das taxas de desgaste de três e dois corpos, de acordo com o material e tipo de cristalização

<i>(continua)</i>			
Cristalização	DL	SLZ1	SLZ2
Desgaste de três corpos			
Convencional	0.66 ± 0.35^A	0.53 ± 0.41^A	0.67 ± 0.44^A
Micro-ondas	$0.18 \pm 0.83^{B,C}$	$0.39 \pm 0.69^{A,B}$	0.08 ± 0.54^C
Letras maiúsculas semelhantes indicam que não houve diferença estatística.			

(conclusão)

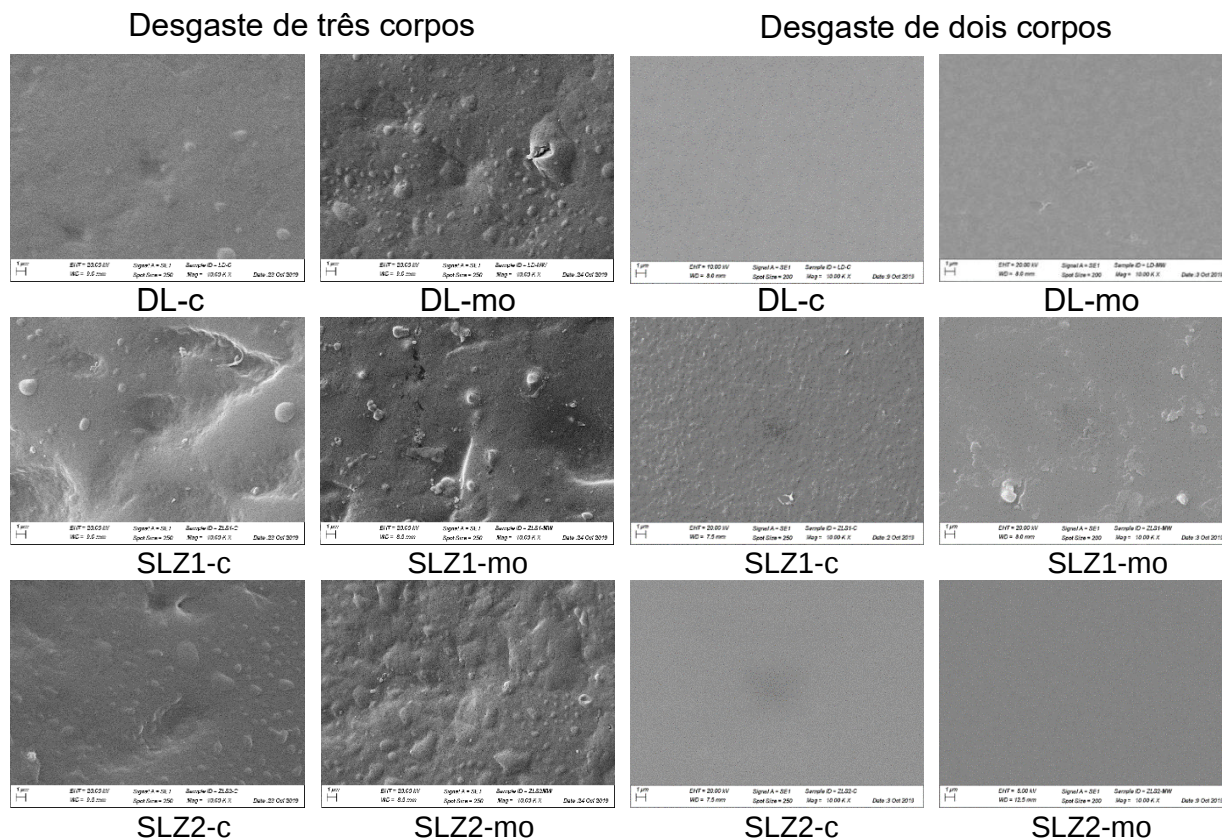
Cristalização	DL	SLZ1	SLZ2
Desgaste de dois corpos			
Convencional	$0.64 \pm 2.87^{A,a}$	$1.47 \pm 2.36^{A,a}$	$0.86 \pm 0.83^{A,a}$
Micro-ondas	$0.94 \pm 1.02^{A,a}$	$1.12 \pm 0.90^{A,a}$	$0.83 \pm 1.05^{A,a}$

Letras maiúsculas semelhantes indicam que não houve diferença estatística na mesma linha.
 Letras minúsculas semelhantes indicam que não houve diferença estatística na mesma coluna.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para o teste de desgaste de três corpos, as imagens de MEV mostram padrões de desgaste semelhantes para o grupo cristalizado em forno convencional e micro-ondas, separadamente, independente do tipo de material. A superfície das cerâmicas cristalizadas em forno de micro-ondas aparecem menos desgastadas, confirmando os dados estatísticos. Já para o teste de desgaste de dois corpos, as imagens de MEV mostram padrões semelhantes de superfície de desgaste para as cerâmicas DL e SLZ2, independentemente da forma de cristalização. Entretanto, a imagem da cerâmica SLZ1 mostrou um padrão mais irregular (Figura 25).

Figura 25 – Imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos diferentes materiais após o teste de desgaste de três (esquerda) e dois (direita) corpos

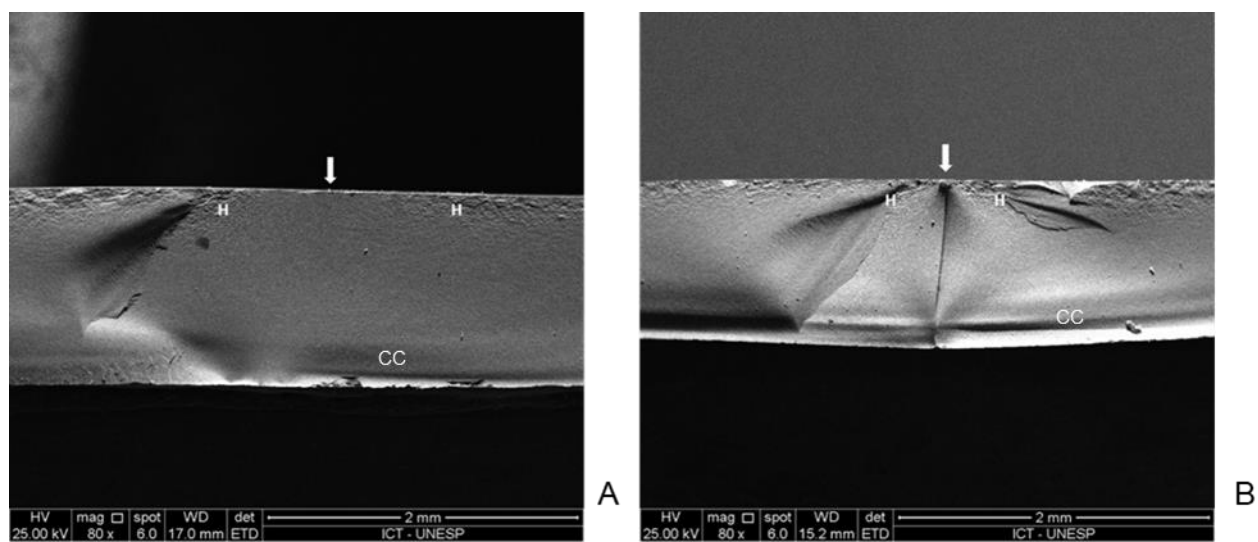


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3.4 Análise fractográfica

Para análise fractográfica, todas as amostras foram analisadas em estereomicroscópio, e amostras significativas de cada um dos grupos foi analisada em microscopia eletrônica de varredura, a fim de identificar possíveis origens e causas da fratura. O padrão de fratura encontrado nas amostras foi semelhante entre os grupos, sendo os defeitos superficiais o tipo de falha encontrado na grande maioria das amostras. Uma imagem da análise fractográfica da cerâmica SLZ2 cristalizada em forno convencional e em micro-ondas encontra-se a seguir (Figura 26).

Figura 26 – Fractografia de amostra SLZ2-c (A) e SLZ2-mo (B) com magnificação de 80x



Legenda: Seta = provável origem do defeito. H = velocity hackles em volta do espelho de fratura. CC = curva de compressão.

Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

Diante dos resultados expostos e do objetivo deste estudo, que foi avaliar a viabilidade do processo de cristalização por meio da energia de micro-ondas, e estabelecer um protocolo de temperatura para o mesmo, é possível constatar que a hipótese nula foi rejeitada. Sendo assim, o processo de cristalização por energia de micro-ondas é viável para vitrocerâmicas, e além disso, também é possível alterar a microestrutura e consequentemente as propriedades mecânicas e ópticas do material a partir de diferentes temperaturas de cristalização.

Quando as vitrocerâmicas foram submetidas ao processo de cristalização na temperatura de 700°C, a cerâmica DL não sofreu alteração de cor e este é o primeiro sinal de que esta temperatura não foi suficiente para transformar o material. Além disso, as imagens de MEV obtidas neste estudo também confirmam este fato, pois é possível perceber que não houve formação e consequente alongamento dos cristais de dissilicato de lítio; além de que os valores de resistência obtidos foram abaixo do esperado. Este fato conflita com os achados de Mahmoud et al. (2012), que analisou a cristalização da cerâmica DL em forno de micro-ondas e detectou um pico exotérmico em 683°C, evidenciando a transformação do material como resultado do processo de cristalização. A diferença entre estes resultados pode ser devido às características de cada um dos fornos de micro-ondas utilizados, como o modelo, fabricante, voltagem, potência, e taxa de aquecimento, que são fatores que influenciam diretamente os resultados, desde a quantidade de energia dissipada para as amostras no interior do forno até a duração do ciclo de queima.

Na cristalização em 770°C, as imagens de MEV evidenciaram que a cerâmica DL apresentou alguns focos de alongamento de cristais de dissilicato de lítio, entretanto, este padrão não foi encontrado em toda a extensão da amostra, o que indica que a cristalização foi iniciada, porém não concluída. Este fato pode ser confirmado pelo fato dessa cerâmica ainda apresentar-se levemente arroxeadada. Com relação ao teste de flexão biaxial, esta cerâmica apresentou valor de resistência levemente abaixo do grupo controle, porém, estatisticamente significativa, o que é mais um indício de que o processo de cristalização não foi realizado por completo. A cerâmica SLZ1 apresentou mudança de cor, ou seja, aspecto semelhante ao

esperado, porém se apresentou mais translúcida do que o grupo controle. Em MEV, esta cerâmica apresentou microestrutura compatível com o grupo controle, o que simboliza que esta temperatura foi viável para o processo de cristalização.

Com relação ao último teste de temperatura, de 850°C, DL apresentou-se na cor esperada de acordo com o grupo controle, cristalizado em forno convencional. Em contrapartida, SLZ1 apresentou-se com baixa translucidez e aspecto de coloração “leitosa” quando comparado ao grupo controle. Esta baixa translucidez pode ser devido à precipitação de grãos de zircônia, que podem ser vistos nas imagens de MEV como grãos mais condensados e/ou redondos, no gráfico do DRX como um pico deste componente entre o intervalo 30 e 35, e também na resistência, a qual aumentou consideravelmente para esta temperatura. Além disso, o gráfico do DRX também evidenciou maior conteúdo de metassilicato, ao invés de dissilicato de lítio para a cerâmica SLZ1-mo.

Com relação aos gráficos de DRX, para a cerâmica DL é possível identificar três estágios da reação de cristalização. Para a formação do dissilicato de lítio, o metassilicato de lítio deve reagir com a cristobalita (sílica cristalina), e esta reação ocorre com o auxílio de um agente nucleante, o fosfato de lítio. Sendo assim, no gráfico de DRX para 700°C, é possível observar grande quantidade de metassilicato de lítio, e não há presença de picos de dissilicato de lítio. Já no gráfico para a temperatura de 770°C, é possível observar um pico grande do componente cristobalita, e também os picos de dissilicato de lítio começam a aparecer por volta do intervalo 25. Este grande pico de cristobalita juntamente com o aparecimento dos picos de dissilicato simbolizam o acontecimento do processo de cristalização, em que há a presença dos três componentes envolvidos nesta reação. Esta situação também pôde ser observada no estudo de Zhang et al. (2014), que avaliaram os efeitos do tratamento térmico na microestrutura e propriedades do dissilicato de lítio. Por fim, para a temperatura de 850°C, os picos de dissilicato de lítio já estão formados, e não há mais a presença de cristobalita, o que simboliza que a reação de cristalização foi concluída. Também é possível observar que a quantidade de metassilicato foi reduzida consideravelmente, uma vez que este componente foi transformado em dissilicato de lítio.

Os gráficos de DRX para a cerâmica SLZ1-mo na temperatura de 700°C evidenciaram nanocristais de metassilicato de lítio, o que justifica a baixa resistência

desse grupo, já que os cristais não tiveram tempo suficiente para aumentar seu tamanho e consequentemente aumentar a resistência do material. Já em 770°C, após a reação de cristalização, houve maior formação de dissilicato do que metassilicato de lítio, fator responsável pelo aumento de resistência deste grupo em relação ao grupo controle. Na temperatura de 850°C este fato se repete, tendo também maior formação de dissilicato de lítio, e este fato simboliza que a cristalização por energia de micro-ondas favoreceu a formação deste componente, ao invés do metassilicato de lítio. Ainda nesta temperatura foi observado um grande pico de zircônia, muito provavelmente relacionado com o tempo em que as amostras permaneceram em alta temperatura. Este componente químico colaborou para um aumento ainda maior da resistência desta cerâmica, entretanto, como desvantagem, houve redução significativa da translucidez. Estas variações de composição em função da temperatura revelam que este material é menos estável quimicamente, uma vez que a mudança de temperatura de cristalização resultou em mudanças abruptas nas propriedades mecânicas e ópticas.

Ainda sobre os gráficos de DRX, para o grupo SLZ2, a condição encontrada foi um pouco diferente com relação às outras duas citadas anteriormente. Este material já é fornecido pelo fabricante em sua forma cristalizada, podendo ser fresado pelo sistema CAD/CAM e logo em seguida levado em boca, sem a necessidade de passar pelo processo de cristalização. Apesar de alguns estudos como Riquieri et al. (2018), já terem demonstrado que as propriedades deste material são, de fato, afetadas pelo ciclo de cristalização, havendo aumento de resistência após este processo, os gráficos de DRX realizados neste estudo não relataram alterações significativas na composição dos grupos em diferentes temperaturas. O único fator que se difere do grupo controle é a presença de zircônia no gráfico da temperatura de 850°C, situação semelhante ao que ocorreu para a cerâmica SLZ1.

As cerâmicas SLZ1 e SLZ2, por terem fases metaestáveis, apresentam-se menos estáveis do que a cerâmica DL, a qual não apresentou alteração de composição decorrente do protocolo de temperatura utilizado. Este fator pode ser de grande relevância clínica, uma vez que diversos protocolos de queima são realizados em procedimentos de aplicação de glaze ou correção de peças protéticas. Caso a peça protética seja submetida a diversos ciclos de aquecimento, pode haver

precipitação de zircônia na superfície do material, comprometendo a estética da peça e o trabalho do profissional.

Os valores de resistência obtidos a partir do teste de flexão biaxial acompanham os achados de MEV e DRX. As amostras que não tiveram o processo de cristalização finalizado apresentaram valores de resistência abaixo dos valores recomendados pelo fabricante e também abaixo do grupo controle. Além disso, também foi observado que SLZ1-mo e SLZ2-mo tinham seus valores de resistência aumentados e valores de translucidez reduzidos a medida que a temperatura de cristalização aumentava.

Além disso, alguns autores como Stawarczyk et al. (2013) e Hallmann et al. (2018) já reportaram que os tratamentos térmicos controlam a composição de fases, cristalinidade, tamanho e formato dos grãos, morfologia e as propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos. Este fato também pôde ser observado no presente estudo, uma vez que diferentes microestruturas e diferentes propriedades mecânicas foram obtidas de acordo com a variação de temperatura. Isso leva à sugestão da possibilidade de alternar as propriedades mecânicas e ópticas do material, mudando apenas seu protocolo de temperatura, obtendo um material com características específicas para cada indicação desejada. Como exemplo clínico é possível citar a possibilidade de confeccionar uma coroa cerâmica com diferentes graus de translucidez e resistência, para reabilitação anterior ou posterior, alterando sua temperatura de cristalização. Esta característica constitui-se em uma vantagem para o material, relacionando-se com o conceito de biomimética e possibilitando que o material restaurador aproxime-se cada vez mais da estrutura dentária, conceito priorizado por diversos autores na literatura (Magne, Belser, 2003; McLaren, Cao, 2009).

Simba et al. (2019) concluíram que para a cerâmica DL, a transformação de fase de metasilicato de lítio para dissilicato de lítio ocorre na temperatura de 820°C, em 7 minutos de cristalização, sem afetar de forma positiva as propriedades do material. Este fato corrobora com os resultados deste estudo, o qual cristalizou esta cerâmica em 850°C durante 10 minutos, resultando em aumento da resistência da mesma. Além disso, este estudo também concluiu que variações de temperatura tem maior influência nas alterações microestruturais do que a duração do tratamento

térmico, por isso este estudo priorizou variações de temperatura ao invés de variações de tempo.

Com relação a rugosidade do material, os parâmetros de rugosidade média (Ra) e média de espaçamento entre defeitos (RSm) não foram influenciados pelo tipo de material ou tipo de cristalização utilizada. Para o parâmetro de média de altura dos picos de rugosidade (Rz), o material DL apresentou picos menores do que SLZ1 e SLZ2 e, com relação ao tipo de cristalização, micro-ondas apresentou maiores picos do que a cristalização convencional. Este último fato pode estar relacionado com a forna com que as micro-ondas atingem a superfície do material e promovem seu aquecimento. A porção vítrea presente no material pode ter sofrido uma espécie de derretimento, o qual pode ter contribuído para a alteração dos padrões de rugosidade, entretanto, não foram encontrados fatos que comprovem este acontecimento.

A cristalização em forno de micro-ondas promoveu menor taxa de desgaste nas superfícies dos materiais na presença de um terceiro meio, como o bolo alimentar, quando comparado ao forno convencional. Além disso, SLZ1 sofreu maior taxa de desgaste comparado a DL e SLZ2 no teste de desgaste de dois corpos, como em situação de oclusão, articulação e deglutição vazia, independentemente da forma de cristalização. As imagens de MEV das superfícies desgastadas comprovam este fato, sendo possível identificar partículas de zircônia se desprendendo da superfície da cerâmica, em ambas amostras cristalizadas em forno convencional ou micro-ondas, que foram submetidas ao teste de desgaste de dois corpos.

Pereira et al. (2019) mensuraram as taxas de desgaste de diferentes materiais, incluindo esmalte e dentina. Para esmalte, a taxa de desgaste foi de 0,8 μm para o teste de desgaste de três corpos, o que está de acordo com os achados deste estudo para cerâmicas cristalizadas em forno convencional. Para todos os materiais analisados, a cristalização em forno de micro-ondas reduziu as taxas de desgaste superficiais, o que aumenta a longevidade da restauração.

O mesmo estudo reportou 0,6 μm de desgaste em esmalte para o teste de desgaste de dois corpos, e este valor corrobora com os valores encontrados nesta pesquisa para DL e SLZ2 entretanto, SLZ1 apresentou maior taxa de desgaste quando comparado com os outros dois materiais. Ludovichetti et al. (2018) encontrou taxas semelhantes para DL e SLZ1 no teste de desgaste de dois corpos, o que conflita com os resultados encontrados nesta pesquisa. Este fato pode se dar pela diferença

inerente presente nos diferentes tipos de máquinas de desgaste dos laboratórios, e também pela pequena diferença presente nas casas decimais das taxas de deslizamento (15%) entre as rodas no momento do teste. Com relação a dentina, esta apresentou maiores taxas de desgaste (194,6 μm para desgaste de três corpos e 158,3 μm para dois corpos), então é bastante importante que o cirurgião-dentista atente-se e não deixe este tecido exposto e em contato com o antagonista, especialmente quando estivermos diante de um material cerâmico. Uma vez que este tecido foi exposto, é extremamente recomendado rebrobrí-lo com resina composta pela técnica direta, para evitar desgaste acelerado e excessivo, o que resulta em perda de estrutura dentária (Pereira et al., 2019; Osiewicz et al., 2019).

De acordo com Osiewicz et al. (2019), 200,000 ciclos representam seis meses de desgaste fisiológico e, de acordo com os resultados encontrados neste estudo, cerâmicas dentárias não são materiais susceptíveis ao desgaste e, devido às taxas de desgaste que se aproximam à do esmalte, elas são uma boa alternativa de material restaurador para a reabilitação oral. Apesar de seis meses representar um curto espaço de tempo de atividade do material em boca, já foi possível constatar a maior resistência ao desgaste e consequente maior longevidade das cerâmicas cristalizadas em forno de micro-ondas, o que constitui uma boa vantagem deste método comparado a técnica convencional.

Este estudo identificou diferentes taxas e diferentes padrões de superfícies de desgaste comparando os testes de três e dois corpos, o que concorda com os estudos de Hu et al. (2002), Pereira et al. (2019), Stöckl et al. (2018) e Osiewicz et al (2015). Isso reforça o fato de que as condições no paciente, ou seja, *in vivo*, consistem em mecanismos complexos de desgaste, e que podem diferir de um paciente para outro. A combinação dos testes de desgaste de três e dois corpos, em diferentes condições, faz com que os resultados obtidos *in vitro* se aproximem ao máximo das condições *in vivo*, conforme norma ISO [ISSO/TX 14569-2 (2001)], por isso, estes dois testes devem ser combinados para a obtenção de resultados mais realísticos. Além disso, segundo Okeson 1981, a geometria, forma e anatomia dos dentes naturais afetam, de fato, os padrões e taxas de desgaste, assim como outros fatores específicos de cada paciente, tais como força muscular mastigatória, amplitude de movimentos mastigatórios, entre outros. E, apesar das limitações dos testes de desgaste, estes

resultados devem ser levados em consideração ao escolher um material restaurador para o tratamento de reabilitação oral.

Uma outra limitação encontrada neste estudo é, de fato, o tempo decorrente desde o início até o final do ciclo térmico. Estudos realizados anteriormente utilizando fornos de micro-ondas como o de Oghbaei (2010) e Almazdi et al. (2012), afirmaram que uma das grandes vantagens deste tipo de forno é a redução do tempo de processamento, o que não ocorreu neste estudo. Enquanto o tempo de processamento do forno convencional utilizados foi em média 25 a 30 minutos, o tempo de processamento do forno de micro-ondas foi de 2 a 4 horas. Esta diferença se dá exclusivamente pela taxa de aquecimento dos fornos em questão, sendo a taxa de aquecimento do forno convencional aproximadamente 10 vezes maior do que a do forno de micro-ondas.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os achados deste estudo, é possível concluir que o processo de cristalização em forno de micro-ondas é um procedimento viável para vitrocerâmicas, sendo 850°C a temperatura de cristalização para dissilicato de lítio e 770°C a temperatura de cristalização para as cerâmicas de silicato de lítio reforçadas por zircônia. Além disso, a cristalização em forno de micro-ondas pode proporcionar diferentes microestruturas e propriedades mecânicas nos materiais, utilizando diferentes temperaturas de cristalização.

REFERÊNCIAS*

Agrawal DK. Microwave processing of ceramics. *Curr Opin Solid State Mater Sci*. 1998;3(5):480-85.

Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. *J Prosthet Dent*. 2003 Apr;89(4):374-80. PubMed PMID: 12690350.

Almazdi AA, Khajah HM, Monaco EA Jr, Kim H. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. *J Prosthet Dent*. 2012 Nov;108(5):304-9. doi:10.1016/S0022-3913(12)60181-4. PubMed PMID: 23107238.

Alves MFRP, Simba BG, de Campos LQB, Ferreira I, dos Santos C. Influence of heat-treatment protocols on mechanical behavior of lithium silicate dental ceramics. *Int J Appl Ceram Technol*. 2019;16(5):1920-31.

Assunção e Souza RO. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2009.

Apel E, Van't Hoen C, Rheinberger V, Holland W. Influence of ZrO₂ on the crystallization and properties of lithium disilicate glass-ceramics derived from a multicomponent system. *J Eur Ceram Soc*. 2007;27:1571–77.

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. doi: 0.1016/j.dental.2016.12.002. Epub 2017 Jan 6. PubMed PMID: 28069245.

Barchetta NF. Protocolo para sinterização de zircônia odontológica por energia de micro-ondas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2015.

Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dent Mater*. 2017 Jan;33(1):84-98. doi: 10.1016/j.dental.2016.10.009. Epub 2016 Nov 24. PubMed PMID: 27890354.

Borba M, de Araújo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater*. 2011 Dec;27(12):1259-66. doi: 10.1016/j.dental.2011.09.008. Epub 2011 Oct 6. PubMed PMID: 21982199; PubMed Central PMCID: PMC3205330.

* 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 06 maio 2019]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Bottino MA, Salazar-Marochio SM, Leite FP, Vásquez VC, Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *J Prosthodont*. 2009 Jul;18(5):417-20. doi: 10.1111/j.1532-849X.2009.00462.x. Epub 2009 May 8. PubMed PMID: 19432762.

Caneppele TM, Borges AB, Torres CR. Effects of dental bleaching on the color, translucency and fluorescence properties of enamel and dentin. *Eur J Esthet Dent*. 2013 Summer;8(2):200-12. PubMed PMID: 23712341.

Chaysuwan D, Sirinukunwattana K, Kanchanatawewat K, Heness G, Yamashita K. Machinable glass-ceramics forming as a restorative dental material. *Dent Mater J*. 2011;30(3):358-67. Epub 2011 May 20. PubMed PMID: 21597218.

de Gee AJ, Pallav P. Occlusal wear simulation with the ACTA wear machine. *J Dent*. 1994;22 Suppl 1:S21-7. Review. PubMed PMID: 8201084.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 2008 Sep;139 Suppl:8S-13S. Review. PubMed PMID: 18768903.

Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Denry I, Holloway JA. Ceramics for dental applications: a review. *Materials (Basel)*. 2010 Jan;3(1):351-68. doi:10.3390/ma3010351.

Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater*. 2016 Jul;32(7):908-14. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.013. Epub 2016 Apr 14. PubMed PMID: 27087687.

Fabbri G, Zarone F, Dellificorelli G, Cannistraro G, De Lorenzi M, Mosca A, et al. Clinical evaluation of 860 anterior and posterior lithium disilicate restorations: retrospective study with a mean follow-up of 3 years and a maximum observational period of 6 years. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2014 Mar-Apr;34(2):165-77. doi: 10.11607/prd.1769. PubMed PMID: 24600653.

Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. *J Am Dent Assoc*. 2010 Jun;141 Suppl 2:10S-4S. PubMed PMID: 20516109.

Flório DZ. Estudos de sinterização e de envelhecimento térmico de cerâmicas de zircônia-ítria por espectroscopia de impedância [dissertação]. São Paulo (SP): Universidade de São Paulo (USP), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares; 1998.

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. doi: 10.11607/ijp.4244. PubMed PMID: 25965634.

Goharian P, Nemati A, Shabanian M, Afshar A. Properties, crystallization mechanism and microstructure of lithium disilicate glass-ceramic. *J. Non-Cryst. Solids*. 2010; 356:208–14.

Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. *Int J Prosthodont*. 2010 Sep-Oct;23(5):434-42. PubMed PMID: 20859559.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am*. 2011 Apr;55(2):333–52. doi:10.1016/j.cden.2011.01.005. PubMed PMID:21473997.

Hallmann L, Ulmer P, Kern M. Effect of microstructure on the mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;82:355-70.

Höland W, Beall G. Glass-ceramic technology. 3.ed. New Jersey: American Ceramic Society; 2002.

Höland W, Rheinberger V, Apel E, Hoen C. Principles and phenomena of bioengineering with glass-ceramics for dental restoration. *J Eur Ceram Soc*. 2007;27(2.3):1521–26.

Hu X, Shortall AC, Marquis PM. Wear of three dental composites under different testing conditions. *J Oral Rehabil*. 2002 Aug;29(8):756-64. PubMed PMID: 12220343.

International Organization for Standardization. ISO/TS 14569-2, 2001. Dental materials guidance on testing of wear. Part 2. Wear by two- and/or three- body contact. International Organization for Standardization, Geneva: ISO; 2001. <<http://www.iso.org/iso/store.htm>>.

Janney MA, Calhoun LC, Kimrey HD. Microwave sintering of solid oxide fuel cell materials: I, zirconia-8 mol% yttria. *J Am Ceram Soc*. 1992;75(2):341-46.

Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int*. 2017 Oct 1;43(14):10999-11005.doi: 10.1016/j.ceramint.2017.05.141. Epub 2017 May 19. PubMed PMID: 29097830; PubMed Central PMCID: PMC5662116.

Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent*. 1996 Jan;75(1):18-32. Review. PubMed PMID: 9005250.

Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY, Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont*. 2013 May;5(2):161-6. doi: 10.4047/jap.2013.5.2.161. Epub 2013 May 30. PubMed PMID: 23755342; PubMed Central PMCID: PMC3675289.

Kim HK, Kim SH. Comparison of the optical properties of pre-colored dental monolithic zirconia ceramics sintered in a conventional furnace versus a microwave oven. *J Adv Prosthodont*. 2017 Oct;9(5):394-401. doi:10.4047/jap.2017.9.5.394. Epub 2017 Oct 16. PubMed PMID: 29142648; PubMed Central PMCID: PMC5673617.

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. doi: 10.1016/j.dental.2015.05.003. Epub 2015 Jun 12. PubMed PMID: 26076831.

Lohbauer U, Frankenberger R, Krämer N. Surface quality controls mechanical strength and fatigue lifetime of dental ceramics and resin composites. *Ceramic Materials*. 2010;9:176-97.

Ludovichetti FS, Trindade FZ, Werner A, Kleverlaan CJ, Fonseca RG. Wear resistance and abrasiveness of CAD-CAM monolithic materials. *J Prosthet Dent*. 2018 Aug;120(2):318.e1-318.e8. doi: 10.1016/j.prosdent.2018.05.011. PubMed PMID:30097264.

Luz JN. O efeito do envelhecimento por fadiga na microestrutura de cerâmicas y-tzp sinterizadas por energia de micro-ondas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2015.

Magne P, Belser U. Compreensão da estrutura dental intacta e do princípio de Biomimética. In: Magne P, Belser U. *Restaurações adesivas de porcelana na dentição anterior: uma abordagem biomimética*. São Paulo: Quintessence; 2003. p.23-56.

McLaren EA, Cao PT. Ceramics in dentistry-part 1: classes of materials. *Inside Dentistry*. 2009;5:94–105.

Mahmoud MM, Folz DC, Suchicital CT, Clark DE. Crystallization of lithium disilicate glass using microwave processing. *J Am Ceram Soc*. 2012;95(2):579-85.

Mainjot AK, Dupont NM, Oudkerk JC, Dewael TY, Sadoun MJ. From artisanal to CAD-CAM blocks: state of the art of indirect composites. *J Dent Res*. 2016 May;95(5):487-95. doi: 10.1177/0022034516634286. Epub 2016 Mar 1. Review. PubMed PMID: 26933136.

Marinis A, Aquilino SA, Lund PS, Gratton DG, Stanford CM, Diaz-Arnold AM, et al. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens. *J Prosthet Dent*. 2013 Mar;109(3):165-71. doi:10.1016/S0022-3913(13)60037-2. PubMed PMID: 23522365.

Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. *Cerâmica*. 2010;56:148-55.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: aspectos fundamentais. *Cerâmica*. 2007a;53(325):1-10.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte II: sinterização de varistores ZnO-CuO, ferrita e porcelanas. *Cerâmicas*. 2007b; 53:108-15.

Nogueira AD, Della Bona A. The effect of a coupling medium on color and translucency of CAD-CAM ceramics. *J Dent*. 2013 Aug;41 Suppl 3:18-23. doi:10.1016/j.jdent.2013.02.005. Epub 2013 Feb 22. PubMed PMID: 23438417.

Oghbaei M, Miraei O. Microwave versus conventional sintering: a review of fundamentals, advantages and applications. *J Alloys Compd*. 2010;494(1-2):175-89.

Okeson JP. Etiology and treatment of occlusal pathosis and associated facial pain. *J Prosthet Dent*. 1981;45(2):199–204.

Osiewicz MA, Werner A, Pytko-Polonczyk J, Roeters FJ, Kleverlaan CJ. Contact- and contact-free wear between various resin composites. *Dent Mater*. 2015 Feb;31(2):134-40. doi: 10.1016/j.dental.2014.11.007. Epub 2014 Dec 9. PubMed PMID: 25498520.

Osiewicz MA, Werner A, Roeters FJM, Kleverlaan CJ. Wear of direct resin composites and teeth: considerations for oral rehabilitation. *Eur J Oral Sci*. 2019 Apr;127(2):156-61. doi: 10.1111/eos.12600. Epub 2019 Jan 4. PubMed PMID: 30609131.

Pereira G, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015 May;45:183-92. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.12.009. Epub 2014 Dec 25. PubMed PMID: 25746851.

Pereira GKR, Dutra DM, Werner A, Prochnow C, Valandro LF, Kleverlaan CJ. Effect of zirconia polycrystal and stainless steel on the wear of resin composites, dentin and enamel. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019.91, 287-93. PMID: 30611925 DOI: 10.1016/j.jmbbm.2018.12.024.

Quinn JB, Sundar V, Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater*. 2003 Nov;19(7):603-11. PubMed PMID: 12901984.

Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):135-47. doi: 10.1016/j.dental.2009.09.006.

Ramesh S, Zulkifli N, Tan CY, Wong YH, Tarlochan F, Teng WD et al. Comparison between microwave and conventional sintering on the properties and microstructural evolution of tetragonal zirconia. *Ceram Int*. 2018;44(8):8922-27.

Raptis NV, Michalakis KX, Hirayama H. Optical behavior of current ceramic systems. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2006 Feb;26(1):31-41. PubMed PMID: 16515094.

Riquieri H, Monteiro JB, Viegas DC, Campos TMB, de Melo RM, Saavedra GSFA. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. *Dent Mater*. 2018 Oct;34(10):1483-91. doi:10.1016/j.dental.2018.06.010. Epub 2018 Jun 23. PubMed PMID: 29945797.

Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic-lithium disilicate. *J Esthet Restor Dent*. 2010 Oct;22(5):332-41. doi: 10.1111/j.1708-8240.2010.00362.x. PubMed PMID: 21029337.

Saavedra G, Ariki EK, Federico CD, Galhano G, Zamboni S, Baldissara P, et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. *Oper Dent*. 2009 Mar-Apr;34(2):211-6. doi: 10.2341/08-68. PubMed PMID: 19363977.

Sato TP, Anami LC, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Oper Dent*. 2016 May-Jun;41(3):284-92. doi: 10.2341/14-357-L. Epub 2015 Dec 11. PubMed PMID: 26652019.

Silva NR, Bonfante EA, Martins LM, Valverde GB, Thompson VP, Ferencz JL, et al. Reliability of reduced-thickness and thinly veneered lithium disilicate crowns. *J Dent Res*. 2012 Mar;91(3):305-10. doi: 10.1177/0022034511433504. Epub 2011 Dec 28. PubMed PMID: 22205635; PubMed Central PMCID: PMC3275335.

Simba BG, Ribeiro MV, Suzuki PA, Alves MFRP, Strecker K, Santos CD. Mechanical properties of lithium metasilicate after short-term thermal treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Oct;98:179-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.06.011. Epub 2019 Jun 11. PubMed PMID: 31247537.

Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013 Jan;17(1):269-74. doi: 10.1007/s00784-012-0692-6. Epub 2012 Feb 23. PubMed PMID: 22358379.

Stöckl C, Hampe R, Stawarczyk B, Haerst M, Roos M. Macro- and microtopographical examination and quantification of CAD-CAM composite resin 2- and 3-body wear. *J Prosthet Dent*. 2018 Oct;120(4):537-45. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.11.014. Epub 2018 Apr 5. PubMed PMID: 29627213.

Thostenson ET, Chou TW. Microwave processing: fundamentals and applications. *Compos Part A Appl Sci Manuf*. 1999;30(9):1055-71.

Traini T, Sinjari B, Pascetta R, Serafini N, Perfetti G, Trisi P, et al. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. *Dent Mater J*. 2016 Oct 1;35(5):748-55. Epub 2016 Aug 20. PubMed PMID: 27546858.

van Duinen RN, Kleverlaan CJ, de Gee AJ, Werner A, Feilzer AJ. Early and long-term wear of 'fast-set' conventional glass-ionomer cements. *Dent Mater*. 2005 Aug;21(8):716-20. PubMed PMID: 16026667.

Vita Suprinity CAD/CAM Restorative. [Internet] São Paulo (SP): Vita Suprinity Brochure [cited 2018 Fev]. Available from: <https://www.vita-zahnfabrik.com/en/VITA-SUPRINITY-14036.html>.

Zarone F, Ferrari M, Mangano FG, Leone R, Sorrentino R. Digitally oriented materials: focus on lithium disilicate ceramics. *Int J Dent*. 2016. doi:10.1155/2016/9840594. PubMed PMID: 9840594.

Zhang P, Li X, Yang J, Xu S. Effect of heat treatment on the microstructure and properties of lithium disilicate glass-ceramics. *J Non Cryst Solids*. 2014 402: 101-05.