



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

RAFAELA BARBOSA ARAÚJO

**EFEITO DA CICLAGEM MECÂNICA E DA ESTRATÉGIA CARACTERIZADORA
NA RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAIXIAL DE CERÂMICAS VÍTREAS PARA
CAD/CAM**

Recife
2023

RAFAELA BARBOSA ARAÚJO

**EFEITO DA CICLAGEM MECÂNICA E DA ESTRATÉGIA CARACTERIZADORA
NA RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAIXIAL DE CERÂMICAS VÍTREAS PARA
CAD/CAM**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Odontologia da
Universidade Federal de Pernambuco,
como requisito parcial para obtenção do
título de Mestre em Odontologia.
Área de concentração: Clínica Integrada.

Orientadora: Flávia Maria de Moraes Ramos Perez

Coorientadora: Fabíola Pessoa Pereira Leite

Recife

2023

Catálogo na fonte:
Bibliotecário: Aécio Oberdam, CRB4: 1895

A663e Araújo, Rafaela Barbosa.
 Efeito da ciclagem mecânica e da estratégia caracterizadora na resistência a flexão biaxial de cerâmicas vítreas para cad/cam / Rafaela Barbosa Araújo – 2023.
 52 p.

 Orientadora: Flávia Maria de Moraes Ramos Perez
 Coorientadora: Fabíola Pessôa Pereira Leite
 Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Recife, 2023.
 Inclui referências e apêndices.

 1. Vitrocerâmica. 2. Caracterização extrínseca. 3. Resistência à flexão. 4. Prótese dentária. 5. CAD/CAM. Perez, Flávia Maria de Moraes Ramos (orientadora). II. Título.

617.6 CDD (23.ed.)

UFPE (CCS 2023 - 267)

RAFAELA BARBOSA ARAÚJO

**EFEITO DA CICLAGEM MECÂNICA E DA ESTRATÉGIA CARACTERIZADORA
NA RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAxIAL DE CERÂMICAS VÍTREAS PARA
CAD/CAM**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Odontologia da
Universidade Federal de Pernambuco,
como requisito parcial para obtenção do
título de Mestre em Odontologia.
Área de concentração: Clínica Integrada

Aprovado em: 31/07/2023.

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite (Coorientadora)
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dra. Juliana Raposo Souto Maior Costa (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Ronaldo Luís Almeida de Carvalho (Examinador Externo)
Centro Universitário Brás Cubas

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Pernambuco, pela oportunidade de ser aluna do Programa de Pós-graduação em Odontologia, o que me fez sentir extremamente honrada, pois retornei à casa mais de vinte anos após a conclusão do curso de graduação.

Aos professores da instituição pelo compartilhamento de seus ensinamentos, que muito contribuíram para o meu crescimento profissional.

Ao Departamento de Odontologia da Universidade de Taubaté – UNITAU, na pessoa da Prof^a. Marina Amaral e do técnico Flávio Henrique Alves, pela parceria formada, que possibilitou a utilização das instalações e equipamentos da instituição, e por se fazerem presentes quando eu não podia estar, o que foi imprescindível para a realização deste estudo *in vitro*.

À minha orientadora, Flávia Maria de Moraes Ramos Perez, pelo apoio e pelo incentivo incondicional, além da confiança e compreensão a mim dispensadas, fundamentais para que eu me lançasse neste desafio, fazendo-me acreditar que seria possível concretizá-lo apesar de todas as minhas atribuições.

À minha coorientadora, Fabíola Pessoa Pereira Leite, por me abrir as portas ao mundo da pesquisa científica, concedendo-me a oportunidade de vivenciar o que um dia pensei ser impossível. Muito obrigada por tudo!

Ao Prof. Ronaldo Luís Almeida Carvalho, por todos os ensinamentos, a parceria, o apoio, a disponibilidade e a paciência, sem os quais eu não conseguiria realizar este trabalho.

Ao meu amigo Cledson Gonçalves da Costa, pela amizade e pelo apoio incontestáveis, por me permitir utilizar as instalações do seu consultório, além de abrir as portas da sua casa.

Ao meu pai, Antônio Soares Araújo (*in memoriam*), cujos ensinamentos ecoam em mim, impulsionando-me a enfrentar os desafios.

À minha mãe, Maria Placidina de Azevedo Barbosa Araújo, por ser exemplo de perseverança, provando-nos que é possível conciliar trabalho, estudo e família.

A Joaquim e Maria, por entenderem desde cedo que a minha ausência foi por um nobre motivo.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes estratégias de caracterização extrínseca na resistência à flexão biaxial das cerâmicas vítreas para CAD/CAM após fadiga por ciclagem mecânica. Blocos da cerâmica ZLS (Suprinity-silicato de lítio reforçado com zircônia) e de cerâmica LD (E max CAD- dissilicato de lítio) foram arredondados e cortados em forma de disco para obtenção de 120 amostras com dimensão final de 12 mm de diâmetro $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ de espessura. Foram obtidos 60 discos de cada material, os quais foram distribuídos aleatoriamente em 4 grupos ($n=15$) e cada cerâmica recebeu três estratégias de caracterização diferentes (Gl: Glazer – cristalização seguida de glazer; Pig: Pigmentação – cristalização seguida de pigmentação; Est: Estratificação – cristalização seguida de estratificação) enquanto as amostras controle não receberam nenhuma aplicação (Cl: Controle). Os discos foram submetidos à ciclagem mecânica (1×10^6 ciclos, com frequência de 4 Hz, carga constante de 50 N para as de dissilicato de lítio e de 30 N para as de silicato de lítio) e em seguida ao teste de resistência à flexão biaxial (célula de carga de 1000 Kgf até o momento da fratura). Os dados obtidos foram submetidos a análise estatística de variância (ANOVA), teste de Tukey e teste t ($\alpha=5\%$). Os resultados revelaram que houve alteração da resistência à fratura em razão da estratégia de caracterização utilizada para as amostras LD ($p=0,001$) e para as ZLS ($p=0,0010$). Para a cerâmica LD, todos os grupos apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si. Para ZLS, os grupos ZLS Pig e ZLS Cl apresentaram resultados semelhantes, porém diferentes dos grupos ZLS Gl e ZLS Est, diferentes entre si. O teste t entre os tipos de cerâmica apontou diferença estatisticamente significante apenas entre os grupos Gl ($p=0,0001$) e Est ($p=0,0139$). Foi possível concluir que as estratégias caracterizadoras influenciaram na resistência à flexão biaxial de ambas as cerâmicas vítreas para CAD/CAM. As cerâmicas que receberam camada de estratificação e de glazer apresentaram menor resistência à flexão. Ao analisar estratégias isoladamente, houve diferença na resistência apenas para as estratégias glazer e estratificação.

Palavras-chave: vitrocerâmica; caracterização extrínseca; resistência à flexão; prótese dentária; CAD/CAM.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different extrinsic characterization strategies on the biaxial flexural strength of glass ceramics for CAD/CAM after mechanical cycling fatigue. Blocks of ZLS ceramics (VITA Suprinity- lithium silicate reinforced with zirconia) and LD ceramics (Emax CAD- lithium disilicate) were rounded and cut in the shape of a disk to obtain 120 samples with a final dimension of 12 mm in diameter and $1.2 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ thick. 60 discs of each material were obtained, which were randomly distributed into 4 groups ($n=15$) and each ceramic received three different characterization strategies (Gl: Glazer – crystallization followed by glazer; Pig: Pigmentation – crystallization followed by pigmentation; Est : Stratification - crystallization followed by stratification) while the control samples did not receive any application (Cl: Control). The disks were submitted to mechanical cycling (1×10^6 cycles, with a frequency of 4 Hz, constant load of 50 N for lithium disilicate and 30 N for lithium silicate) and then to the test of resistance to biaxial flexion (load cell of 1000 Kgf until the moment of fracture). The data obtained were subjected to statistical analysis of variance (ANOVA), Tukey test and t test ($\alpha=5\%$). The results revealed that there was an alteration in the resistance to fracture due to the characterization strategy used for the LD samples ($p=0.001$) and for the ZLS ($p=0.0010$). For LD ceramics, all groups showed a statistically significant difference between them. For ZLS, the ZLS Pig and ZLS Cl groups showed similar results, but statistically different from the ZLS Gl and ZLS Est groups, which were statistically different from each other. The t-test between the ceramic types showed a statistically significant difference only between the Gl ($p=0.0001$) and Est ($p=0.0139$). In conclusion, the characterizing strategies influenced the biaxial flexural strength of both glass ceramics for CAD/CAM. The ceramics that received stratification and glazer layer showed lower resistance to flexion. Analyzing strategies separately, there was a difference in resistance only for the glazer and stratification strategies.

Keywords: glass-ceramics; extrinsic characterization; flexural strength; dental prosthesis; CAD/CAM.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Bloco cerâmico arredondado em lixadeira.....	15
Figura 2 – Máquina de Corte ISOMET 1000.....	16
Figura 3 – Politriz lixadeira Aropol E (AROTEC)	16
Figura 4 – Amostras LD pré-cristalizadas.....	17
Figura 5 – Amostras LD cristalizadas.....	17
Figura 6 – Delineamento dos grupos.....	18
Figura 7 – Materiais para pigmentação e glazer.....	18
Figura 8 – Amostras com glazer.....	19
Figura 9 – Amostras pigmentadas.....	19
Figura 10 – Cerâmica feldspática para estratificação.....	20
Figura 11 – Forno Programat® CS2 – Ivoclar Vivadent.....	20
Figura 12 – Amostras estratificadas.....	20
Figura 13 – Ciclagem mecânica.....	22
Figura 14 – Dispositivo para flexão biaxial.....	23

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes, lotes e composição química dos produtos utilizados nos experimentos.....	14
Tabela 2 – Descrição dos tratamentos térmicos aplicados aos materiais cerâmicos.....	17

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	OBJETIVOS	13
2.1	OBJETIVO GERAL.....	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	14
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS.....	14
3.2	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS.....	15
3.3	DELINEAMENTO DOS GRUPOS.....	16
3.4	ENSAIOS.....	21
3.4.1	<i>Fadiga mecânica</i>	21
3.4.2	<i>Ensaio de resistência à flexão biaxial</i>	22
3.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	24
4	RESULTADOS	25
5	CONCLUSÃO	26
	REFERÊNCIAS	27
	APÊNDICE A – Artigo para o periódico Dental Materials	33

1 INTRODUÇÃO

A crescente exigência por restaurações com excelentes qualidades estéticas, longevidade e estabilidade de cor vem impulsionando o desenvolvimento de novos sistemas totalmente cerâmicos para tratamentos reabilitadores (NISHIOKA *et al.*, 2018; KASHKARI *et al.*, 2019).

Os sistemas cerâmicos tiveram suas propriedades mecânicas aprimoradas com o advento do sistema CAD/CAM (computer-aided design/computer-aided manufacturing), que utiliza blocos cerâmicos pré-fabricados homogêneos e compactos produzidos em um processo padronizado, resultando em um material mais uniforme e, portanto, com qualidade melhor de processamento da cerâmica (AURÉLIO *et al.*, 2015.) Além disso, a evolução dos sistemas informatizados provocou uma importante mudança no fluxo de trabalho, ao simplificar as etapas laboratoriais e permitir a fabricação de restaurações cerâmicas altamente estéticas em uma única consulta (SILVA *et al.*, 2017; CORADO *et al.*, 2022).

O acréscimo de cristais de dissilicato de lítio à formulação das cerâmicas feldspáticas favoreceu as propriedades mecânicas do material, aumentando a resistência dessas cerâmicas sem prejudicar suas propriedades estéticas (GRACIS *et al.*, 2015; SILVA *et al.*, 2017; YUAN *et al.*, 2017), Ademais, em função da alta adesão ao substrato, resistência à flexão e translucidez (CORADO *et al.*, 2022), a cerâmica de dissilicato de lítio tem sido muito utilizada para a confecção de restaurações *inlays*, *onlays*, coroas parciais e totais, além de próteses parciais fixas de três unidades nas regiões anterior e posterior, sobre dentes e sobre implantes (ABDULRAHMAN *et al.*, 2021; PHARK, DUARTE JR, 2022).

Os blocos CAD/CAM desse material contêm 40% de cristais de metassilicato de lítio (Li_2SiO_3), cujos grãos em forma típica de plaquetas, com comprimento de aproximadamente 0,5 μm , são incorporados em uma matriz de vidro (KANG, CHANG, SON, 2013). Após o tratamento térmico, os metassilicatos reagem à sílica circundante, formando pequenos cristais de dissilicato de lítio de 1,5 μm em forma de agulha (MENDONÇA *et al.*, 2018). Devido a essa mudança de fase, o material adquire alta resistência e dureza, além de diminuir as tensões residuais mecânicas da usinagem, garantindo o desenvolvimento de uma microestrutura com 70% de cristais de dissilicato de lítio interligados, que pode retardar ou mesmo inibir a propagação de trincas (DENRY, 2013; KANG, CHANG, SON, 2013).

Com a expiração da patente foram introduzidas cerâmicas de silicato de lítio (LiO_3) enriquecidas com óxido de zircônia como alternativa para utilização no sistema CAD/CAM (GRACIS *et al.*, 2015), a qual possui microestrutura semelhante às cerâmicas de dissilicato de lítio (RAMOS *et al.*, 2016), e portanto, também são indicadas para a confecção de restaurações *inlays*, *onlays*, facetas, coroas anteriores, posteriores e sobre implantes (RIQUIERI *et al.*, 2018).

Essa cerâmica possui microestrutura de metassilicato de lítio fino, com cristais de dissilicato de lítio e matriz vítrea contendo 10% de óxido de zircônia, introduzido para melhorar as propriedades ópticas e mecânicas do material (MENDONÇA *et al.*, 2018). No momento em que passam pelo processo de cristalização os cristais de silicato de lítio atingem tamanho até seis vezes menores devido às partículas de zircônia, que atuam impedindo o crescimento do cristal (SILVA *et al.*, 2017). Além de reforçar a estrutura da cerâmica, os menores cristais de silicato de lítio podem tornar o material mais translúcido e com melhor acabamento superficial que a cerâmica de dissilicato de lítio (SEN, OLCER, 2017).

Apesar de apresentarem estética adequada em termos de translucidez, fluorescência e opalescência, os blocos vitrocerâmicos utilizados no sistema CAD/CAM são monocromáticos e, em alguns casos, a utilização de técnicas laboratoriais se faz necessária para alcançar a estética natural da restauração cerâmica (YUAN *et al.*, 2017; KANAT-ERTURK, 2020). Estratégias de caracterização são aplicadas sobre as cerâmicas monolíticas fresadas para assemelhá-las às dentições naturais (BITTAR *et al.*, 2019, MIRANDA *et al.*, 2020a).

A técnica da estratificação tem sido muito utilizada para a individualização das restaurações, conforme a necessidade estética dos pacientes, devido à alta refletividade da superfície e ausência de coloração interna nas restaurações monolíticas (SULAIMAN, DELGADO, DONOVAN, 2015). Nesse método, a restauração é confeccionada em duas camadas distintas, com uma infraestrutura cerâmica resistente e uma porcelana de revestimento, o que permite reproduzir maiores detalhes (SUBASI *et al.*, 2014).

Contudo, fatores podem tornar a técnica de estratificação mais sensível, como a diferença de coeficiente de expansão térmica entre as duas cerâmicas (ALESSANDRETTI *et al.*, 2019) e a proporção entre a espessura dessas camadas, os quais são determinantes para o comportamento mecânico da restauração (LIMA, J. *et al.*, 2020). Delaminação, fendas e lascas dos materiais de revestimento em

restaurações cerâmicas puras foram relatadas por vários autores (CHEN *et al.*, 2008; BORBA *et al.*, 2011; ZHAO *et al.*, 2012; JOHANSSON *et al.*, 2014, ZHANG *et al.*, 2016; NISHIOKA *et al.*, 2018; WIEDENMANN *et al.*, 2019).

Sendo assim, as restaurações cerâmicas monolíticas, confeccionadas inteiramente com um único tipo de cerâmica têm demonstrado ser um ótimo recurso reabilitador (BRANDEBURSKI, DELLA BONA, 2020). Essa técnica, associada à pigmentação extrínseca, por meio da aplicação de pastas pigmentadas que podem ser queimadas juntamente com a cristalização da cerâmica ou posteriormente a essa etapa, tem sido muito utilizada para mimetizar os dentes naturais (DAL PIVA *et al.*, 2020).

No entanto, para atingir uma estética satisfatória, ciclos de queimas adicionais podem ser necessários (SUBASI *et al.*, 2022), podendo acarretar alteração da estrutura cristalina e concentração de tensões em toda a superfície, dando origem à deformação do material (KURT *et al.*, 2020; DE MORAIS *et al.*, 2021), comprometendo a resistência à flexão do material (AURÉLIO *et al.*, 2018; SUBASI *et al.*, 2022).

Não há consenso na literatura em relação ao comportamento mecânico das vitrocerâmicas frente à aplicação de pigmentos e aos diferentes protocolos térmicos utilizados no processo de coloração (AURÉLIO *et al.*, 2015; DE MORAIS *et al.*, 2021). Dessa forma, este estudo *in vitro* tem como objetivo avaliar a influência de diferentes estratégias de caracterização na resistência à flexão biaxial em cerâmicas vítreas para CAD/CAM com propriedades mecânicas similares. A hipótese nula é que não há alteração na resistência à flexão biaxial das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia após a aplicação de diferentes estratégias caracterizadoras.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o efeito de diferentes estratégias de caracterização extrínseca na resistência à flexão biaxial de cerâmicas vítreas para CAD/CAM após fadiga por ciclagem mecânica.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

I. Analisar se os procedimentos de aplicação de *glazer*, pigmentação e estratificação podem influenciar a resistência à flexão biaxial das cerâmicas de dissilicato de lítio e das cerâmicas de silicato de lítio reforçado com zircônia.

II. Comparar a resistência à flexão biaxial das cerâmicas de dissilicato de lítio e das cerâmicas de silicato de lítio reforçado com zircônia após aplicação de *glazer*, pigmentação e estratificação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Tabela 1 – Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes, lotes e composição química dos produtos utilizados nos experimentos

Marca comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote	Composição Química
VITA SUPRINITY	Silicato de lítio reforçado com zircônia	Vita Zahnfabrik	45481	ZrO ₂ (Dióxido de zircônio), SiO ₂ (Dióxido de silício), Li ₂ O (Óxido de lítio), pigmentos e outros
IPS E.max CAD	Dissilicato de lítio	Ivoclar Vivadent	X51535	SiO ₂ , 57,0-80,0%; li ₂ O, 11,0–19,0%; k ₂ O, 0,0–13,0%; P ₂ O ₅ , 0,0–11,0%; outros óxidos
VITA AKZENT Plus GLAZE LT	Massa de glazer de baixa fusão	Vita Zahnfabrik	61100	Não fornecido pelo fabricante
VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS	Pigmento para Caracterização	Vita Zahnfabrik	66100	Não fornecido pelo fabricante
VITA AKZENT Plus POWDER FLUID	Líquido VITA AKZENT Plus	Vita Zahnfabrik	75140	Não fornecido pelo fabricante
VITA VM11 TRANSPA DENTINE	Cerâmica de cobertura	Vita Zahnfabrik	50850	Não fornecido pelo fabricante
VITA VM11 MODELLING LIQUID	Líquido para modelagem	Vita Zahnfabrik	77580	Não fornecido pelo fabricante

Fonte: a autora (2023).

3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

Foram obtidas 120 corpos de prova a partir de blocos de cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS, Suprinity, Vita) e cerâmica de dissilicato de lítio (LD, Emax CAD, Ivoclar Vivadent). O tamanho da amostra foi baseado em estudos anteriores e cada bloco foi caracterizado com um dispositivo metálico oriundo de outros blocos cerâmicos CAD/CAM com o auxílio de um adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder, São Paulo, Brasil) em sua extremidade oposta, para permitir melhor manuseio a partir de arredondamento em lixadeira Politriz (Aropol E, AROTEC, S/A IND. COM, Cotia, SP, Brasil).

Figura 1 – Bloco cerâmico arredondado em lixadeira



Fonte: a autora (2023).

Esses blocos foram arredondados com lixa de carbeto de silício de granulação 80 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil) até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos (Figura 1). Em seguida, em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com uma velocidade de 260 rpm e refrigeração a água, os cilindros arredondados foram cortados em pastilhas com disco de corte diamantado (Extec High Concentration, Extec, Enfield, CT, EUA) (Figura 2), obtendo-se dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e de $1,2 \pm 0,2$ mm de espessura. O preparo das amostras foi realizado no laboratório da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora.

Figura 2 – Máquina de Corte ISOMET 1000

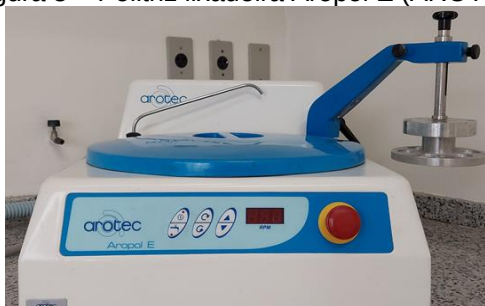


Fonte: a autora (2023).

Posteriormente, todos os discos receberam polimento, um a um, em ambas as faces, na lixadeira Politriz (Aropol E, AROTEC S/A IND. COM, Cotia, SP, Brasil) (Figura 3), pertencente ao laboratório da faculdade de Odontologia da Universidade de Taubaté- UNITAU.

Foram utilizadas lixas de carbeto de silício de granulação 400, 600 e 1200 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil), sequencialmente, sob refrigeração, por tempo variável até que a superfície estivesse brilhante e não apresentasse riscos visíveis. Em consonância com a norma ISO 6872/2015, os espécimes alcançaram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e aproximadamente $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ de espessura, medidos com paquímetro.

Figura 3 – Politriz lixadeira Aropol E (AROTEC)



Fonte: a autora (2023).

3.3 DELINEAMENTO DOS GRUPOS

Após a obtenção de 60 amostras de cada tipo de cerâmica, os espécimes foram cuidadosamente limpos em banhos de água destilada em ultrassom durante 5 minutos e depois submetidos a uma queima de cristalização (Figuras 6 e 7),

conforme parâmetros estabelecidos pelo fabricante, descritos nas Tabelas 2. Essa etapa foi realizada em um consultório particular localizado na cidade de Caruaru-PE.

Tabela 2 – Descrição dos tratamentos térmicos aplicados aos materiais cerâmicos

	Temperatura inicial C°	Temperatura por taxa de aumento C°/min	Temperatura final C°	Tempo de espera em temperatura final
LD	403	90	840	10 min
ZLS	400	55	840	8 min
VITA AKENT Plus GLAZE LT	400	80	780	1 min
VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS	400	80	700	1 min
VITAVM11 TRANSPA DENTINE	400	55	800	1 min

Fonte: a autora (2023)

Figura 4 – Amostras LD pré-cristalizadas



Fonte: a autora (2023).

Figura 5 – Amostras LD Cristalizadas

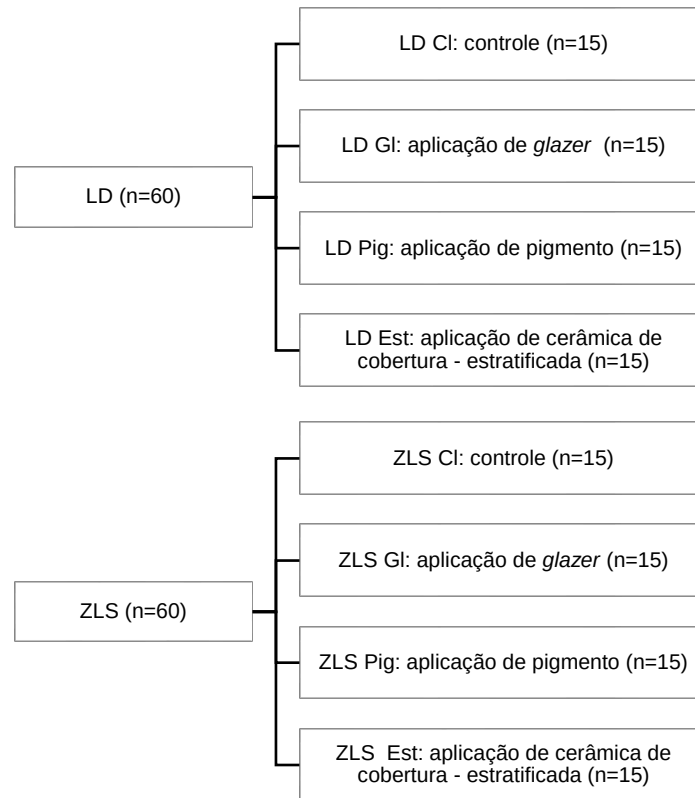


Fonte: a autora (2023).

Em seguida, os discos de cada material (n=60) foram divididos aleatoriamente em 04 grupos (Figura 8) e cada vitrocerâmica recebeu três estratégias de

caracterização diferentes (n=15): *glazer*, pigmentação e estratificação. As amostras controle não receberam nenhuma caracterização. As aplicações dos materiais foram realizadas por único pesquisador previamente treinado no mesmo consultório particular.

Figura 6 – Delineamento dos grupos



Fonte: a autora (2023).

Figura 7 – Materiais para pigmentação e *glazer*



Fonte: a autora (2023).

Os grupos LD Gl e ZLS Gl receberam a aplicação do *glazer* (VITA AKZENT Plus GLAZE LT – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) (Figura 9), massa de *glazer* de baixa fusão formada pela manipulação manual de quantidades adequadas do pó e líquido, conforme instruções do fabricante. Então, uma fina

camada de *glazer* foi aplicada em uma das faces dos discos (Figura 10), cuja queima foi realizada no forno de cerâmica Programat® CS2 (Ivoclar Vivadent) seguindo as recomendações contidas na Tabela 2.

Figura 8 – Amostras com *glazer*



Fonte: a autora (2023).

Os grupos LD Pig e ZLS Pig receberam a aplicação da pigmentação (VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS – Cor ES13 – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) (Figura 9). O pó foi misturado ao Power Fluid, formando massa homogênea, de modo que uma fina camada do material foi aplicada em uma das superfícies do disco (Figura 11). A queima para a fixação do pigmento foi realizada no forno Programat® CS2 (Ivoclar Vivadent), obedecendo aos parâmetros do fabricante, de acordo com a Tabela 2.

Figura 9 – Amostras pigmentadas



Fonte: a autora (2023).

Por sua vez, os grupos LD Est e ZLS Est receberam a aplicação de camada da cerâmica feldspática de $\pm 0,5$ mm de espessura (VITAVM11 TRANSPADENTINE, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) (Figura 12). O pó foi misturado ao líquido até a formação de massa cremosa, aplicada manualmente com

o auxílio de pincel, o mais uniformemente possível, em uma das superfícies do disco, de acordo com instruções do fabricante (Figura 14). A queima dos discos foi feita no forno Programat® CS2 (Ivoclar Vivadent) (Figura 13), conforme protocolo descrito na Tabela 2.

Figura 10 – Cerâmica feldspática para estratificação



Fonte: a autora (2023)

Figura 11 – Forno Programat® CS2 – Ivoclar Vivadent



Fonte: a autora (2023).

Figura 12 – Amostras estratificadas



Fonte: a autora (2023).

Os discos dos grupos LD Est e ZLS Est tiveram suas espessuras mensuradas com paquímetro, de modo que obtiveram espessura final $1,2 \text{ mm} \pm$

0,5mm. As amostras com espessura final maior que 1,7 mm foram lixadas manualmente na face, a qual recebeu a aplicação da cerâmica de estratificação, por meio de movimento dos discos formando “8” com lixas de carbeto de silício de granulação 400, 600 e 1200 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil), até alcançarem a espessura máxima de $1,5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

Após o final de cada queima as amostras foram resfriadas naturalmente até a temperatura ambiente.

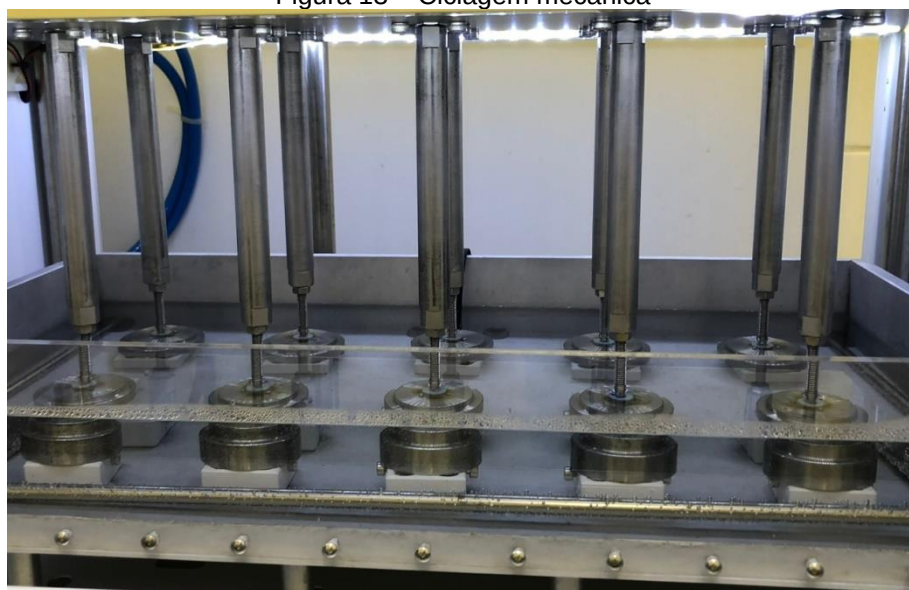
3.4 ENSAIOS

Os ensaios descritos a seguir foram realizados no laboratório da Faculdade de Odontologia da Universidade de Taubaté-UNITAU.

3.4.1 *Fadiga mecânica*

Todas as amostras foram submetidas à ciclagem mecânica, com o objetivo de simular as cargas mastigatórias na cavidade oral e, assim, avaliar o efeito desse envelhecimento mecânico na resistência dos materiais caracterizados. Dessa forma, 15 amostras dos grupos LD CI, LD GI, LD Pig, LD Est, ZLS CI, ZLS GI, ZLS Pig e ZLS Est foram submetidas à ciclagem mecânica em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (BIOPDI, Modelo: BioCicle V2, São Carlos – SP, Brasil) (Figura 15), a qual apresenta dez células de ciclagem, o que possibilita, portanto, o manuseio de dez amostras simultaneamente, sob as mesmas condições. Cada espécime foi submetido a 1.000.000 de ciclos (um milhão), em frequência de 4 Hz, com carga constante de 50 N para as amostras de dissilicato de lítio e carga constante de 30 N para discos de Suprinity, que correspondem a 30% da carga de fratura, respectivamente (RAMOS et al. 2016).

Figura 13 – Ciclagem mecânica



Fonte: a autora (2023).

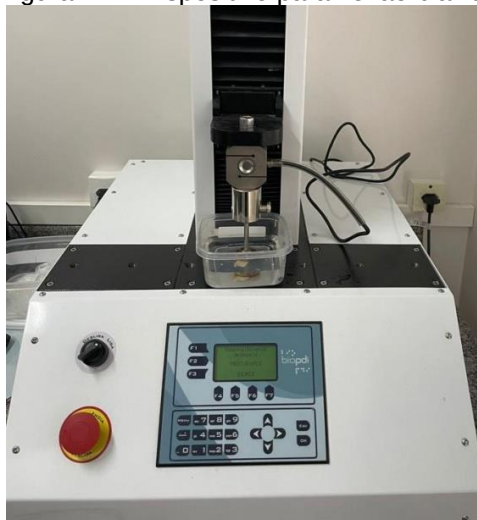
A carga aplicada no centro das amostras (identificada por uma marcação realizada previamente com caneta de retroprojctor) por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A carga foi aplicada na face oposta à que recebeu as estratégias restauradoras. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37°, cuja temperatura era controlada por um termostato contido no próprio equipamento. Para a fixação das amostras no equipamento foi utilizado um dispositivo metálico medindo 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, sendo que em sua face superior, havia três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872/2015.

3.4.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

O teste de resistência à flexão biaxial foi realizado nas quinze amostras de cada grupo, as quais foram posicionadas em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes umas das outras, formando um plano (ISO 6872/2015). Esse dispositivo foi encaixado em um recipiente metálico cujo diâmetro mede 42 mm x 31 mm de altura, o qual foi preenchido com água para que a amostra permanecesse imersa durante o ensaio. Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio universal (BIOPDI, MBIO, São Carlos/SP, Brasil) (Figura 16) e, após o posicionamento da amostra no dispositivo,

foi aplicada uma célula de carga de 1000 Kgf no centro da face superior dos espécimes (área de compressão), com velocidade de 1 mm/min até a fratura da amostra.

Figura 14 – Dispositivo para flexão biaxial



Fonte: a autora (2023).

Seguindo a ISO 6872/2015, a seguinte fórmula foi utilizada para o cálculo da resistência à flexão biaxial (MPa):

$$S = -0.2387 \frac{P(X-Y)}{d^2} \quad (1)$$

Nessa fórmula, S é a tensão máxima de tração em Mega Pascal; P é a carga total aplicada para se provocar a fratura em Newton; e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros. X e Y foram determinados por meio das seguintes equações:

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

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (3)$$

Aqui, ν é o coeficiente de Poisson (0,23 – NISHIOKA *et al.*, 2018); r_1 é o raio do círculo do suporte, em milímetros; r_2 é o raio da área sob carga, em milímetros;

r_3 é o raio da amostra, em milímetros; e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros (RAMOS *et al.*, 2016).

3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A distribuição dos resíduos foi considerada pelo teste de D'Agostino & Pearson, os dados obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, por meio do teste paramétrico de análise de variância (ANOVA 1-fator), com a finalidade de avaliar a influência da técnica de caracterização na resistência à fratura da cerâmica. Após a identificação da diferença entre os grupos, o teste de Tukey ($\alpha=0,05$) foi realizado, para verificar onde houve diferença estatisticamente significativa.

Para avaliar a influência da estratégia de caracterização nas amostras, os dados obtidos foram submetidos ao modelo estatístico do teste de normalidade D'Agostino & Pearson ($p<0,001$). Após essa análise, pode-se afirmar que os dados se ajustaram a uma distribuição normal de probabilidade. Desse modo, a análise de variância foi realizada pelo modelo ANOVA um fator ($p<0,05$).

4 RESULTADOS

Os resultados da pesquisa encontram-se apresentados em forma de artigo, o qual está disposto no Apêndice A.

5 CONCLUSÃO

Com base na metodologia realizada é possível concluir que:

I. As diferentes estratégias caracterizadoras influenciam na resistência à flexão biaxial de ambas as cerâmicas vítreas para CAD/CAM.

II. A aplicação das técnicas estratificação e glazer diminui a resistência das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia.

III. Quando comparadas entre si, a aplicação de glazer e estratificação aumenta a resistência apenas da cerâmica da do silicato de lítio reforçado com zircônia.

REFERÊNCIAS

- ABDULRAHMAN, S.; VON SEE MAHM, C.; TALABANI, R.; ABDULATEEF, D. Evaluation of the clinical success of four different types of lithium disilicate ceramic restorations: a retrospective study. **BMC Oral Health**, v. 21, n. 1, p. 625-632, 2021.
- ALESSANDRETTI, R.; RIBEIRO, R.; BORBA, M.; BONA, A. D.; Fracture Load and Failure Mode of CAD-on Ceramic Structures. **Brazilian Dental Journal**, v. 30, p. 4, p. 380-384, 2019.
- ALESSANDRETTI, R.; BORBA, M.; DELLA BONA, A. Cyclic contact fatigue resistance of ceramics for monolithic multilayer dental restorations. **Dental Materials**, v. 36, n. 4, p. 535-541, 2020.
- ANDRADE, E. C. **Efeito do número de queimas e da pigmentação extrínseca de uma cerâmica a base de silicato de lítio reforçado com zircônia**. 2020. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2020.
- AURÉLIO, I. L.; FRAGA, S.; DORNELES, L. S.; BOTTINO, M. A.; MAY, L. G. Extended glaze firing improves flexural strength of a glass ceramic. **Dental Materials**, v. 31, n. 12, p. e316-324, 2015.
- AURÉLIO, I. L.; PROCHNOW, C.; GUILARDI, L. F.; RAMOS, G. F.; BOTTINO, M. A.; MAY, L. G. The effect of extended glaze firing on the flexural fatigue strength of hard-machined ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 120, n. 5, p. 755-761, 2018.
- BARCELLOS, A. S. P.; MIRANDA, J. S.; AMARAL, M.; ALVARENGA, J. A.; NOGUEIRA, L.; KIMPORA, E. T. Effect of staining on the mechanical, surface and biological properties of lithium disilicate. **The Saudi Dental Journal**, p. 34, n. 2, p. 136-141, 2022.
- BELLI, R.; GEINZER, E.; MUSCHWECK, A.; PETSCHT, A.; LOHBAUER, U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. **Dental Materials**, v. 30, n. 4, p. 424-432, 2014.
- BELLI, R.; WENDLER, M.; DE LIGNY, D.; CICONI, M. R.; PETSCHT, A.; PETERLIK, H.; LOHBAUER, U. Chair side CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dental Materials**, v. 33, n. 1, p. 84-98, 2017.
- BELLI, R.; LOHBAUER, U.; GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; HURLE, K. Crack-healing during two-stage crystallization of biomedical lithium (di)silicate glass-ceramics. **Dental Materials**, v. 35, n. 8, p. 1130-1145, 2019.
- BITTAR, B.; MIRANDA, J. S.; SIMÕES, A. C.; DE CARVALHO RAMOS, N.; MACHADO, J. P.; ZHANG, Y.; SOUZA, R. O. A.; LEITE, F. P. P. Effect of extrinsic

pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading on a translucent ZnO₂ ceramic. **Dental Materials**, v. 35, n. 11, p. 1644-1653, 2019.

BRANDEBURSKI, S.; DELLA BONA, A. Quantitative and qualitative analysis of ceramic shipping. **The Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 110, n. 1, p. 1-9, 2020.

BORBA, M.; CESAR, P. F.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A. Adaptation of all-ceramic fixed partial dentures. **Dental Materials**, v. 27, n. 11, p. 1119-1126, 2011.

CHEN, Y.; SMALES, R. J.; YIP, K. H. K.; SUNG, W. J. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. **Dental Materials**, v. 24, n. 11, p. 1506-1511, 2008.

CORADO H. P.; DA SILVEIRA, P. H.; ORTEGA, V. L.; RAMOS, G. G.; ELIAS, C. N. Flexural Strength of Vitreous Ceramics Based on Lithium Disilicate and Lithium Silicate Reinforced with Zirconia for CAD/CAM. **International Journal of Biomaterials**, v. 1, n. 1, p. e 511-595, 2022.

DAL PIVA, A. M.; TRIBST, J. P.; WERNER, A.; ANAMI, L. C.; BOTTINO, M. A.; KLEVERLAAN, C. J. Three-body wear effect on different CAD/CAM ceramics staining durability. **The Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 103, n. 10, p. 35-79, 2020.

DAL PIVA, A. M. O.; LU, Y.; NEDELJKOVIC, I.; TRIBST, J. P. M.; FEILZER, A., J., KLEVERLAAN, C. J. Effect of glazing technique and firing on surface roughness and flexural strength of an advanced lithium disilicate. **Clinical Oral Investigations**, v. 27, n. 7, p. 3917-3926, 2023.

DE MORAIS, D. C.; ABU-IZZE, F. O.; RIVOLI ROSSI, N.; GALLO OLIANI, M.; SOUZA, R. O. A.; SAAVEDRA, G. S. A.; BOTTINO, M. A.; MARINHO, R. M. M. Effect of Consecutive Firings on the Optical and Mechanical Properties of Silicate and Lithium Disilicate Based Glass-Ceramics. **Journal of Prosthodontics**, v. 30, n. 9, p. 776-782, 2021.

DENRY, I. How and when does damage fabrication adversely affect the clinical performance of dental restorations? **Dental Materials**, v. 29, n. 1., p. 85-96, 2013.

ELSAKA, S.; ELNAGHY, S. Mechanical Properties of zircônia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dental Materials**, v. 32, n. 7, p. 908-914, 2016.

GRACIS, S.; THOMPSON, V. P.; FERENCZ, J. L.; SILVA, N. R.; BONFANTE, E. A. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 3, p. 227-35, 2015.

HOUSAIN, N. A. H.; DÜRR, T.; ÖZCAN, M.; BRÄGGER, U.; JODA, T. Mechanical stability of dental CAD-CAM restoration materials made of monolithic zirconia, lithium disilicate, and lithium disilicate-strengthened aluminosilicate glass-ceramic with and without fatigue conditions. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 128, n. 1, p. 73-78, 2022.

International Organization for Standardization (ISO). ISO 6872:2015, Dentistry – Ceramic Materials. Geneva: ISO; 2015.

JOHANSSON, C.; KMET, G.; RIVERA, J.; LARSSON, C.; VULT VON STEYERN, P. Fracture strength of monolithic all-ceramic crowns made of high translucent yttrium oxide-stabilized zirconium dioxide compared to porcelain-veneered crowns and lithium disilicate crowns. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 72, n. 2, p. 145-53, 2014.

JURADO, C. A.; EL-GENDY, T.; HYER, J.; TSUJIMOTO, A. Color stability of fully- and pre-crystalized chair-side CAD-CAM lithium disilicate restorations after required and additional sintering processes. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 14, n. 1, p. 56-62, 2022.

KANAT-ERTURK, B. Color Stability of CAD/CAM Ceramics Prepared with Different Surface Finishing Procedures. **Journal of Prosthodontics**, v. 29, n. 2, p.166-172, 2020.

KANG, S.; CHANG, J.; SON, H. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. **Restorative Dentistry and Endodontics**, v. 38, n. 3, p. 134-140, 2013.

KASHKARI, A.; YILMAZ, B.; BRANTLEY, W. A.; SCHRICKER, S. R.; JOHNSTON, W. M. Fracture analysis of monolithic CAD-CAM crowns. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 31, n. 4, p. 346-352, 2019.

KIM, S.; CHOI, Y. S.; KANG, K. H.; ATT, W. Effects of thermal and mechanical cycling on the mechanical strength and surface properties of dental CAD-CAM restorative materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 128, n. 1, p. 79-88, 2022.

KUMCHAI, H.; JUNTAVEE, P.; SUN, A. F.; NATHANSON, D. Effect of Glazing on Flexural Strength of Full-Contour Zirconia. **International Journal of Dentistry**, v. 2018, p. 1-5, 2018.

KURT, M.; GÜNGÖR, M. B.; NEMLI, S. K.; BAL, B. T. Effects of glazing methods on the optical and surface properties of silicate ceramics. **Journal of Prosthodontics Research**, v. 64, n. 2, p. 202-209, 2020.

LAWSON, N.; BANSAL, R.; BURGESS, J. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. **Dental Materials**, v. 32, n. 11, p. e275-e283, 2016.

LIMA, C. M.; DA SILVA, N. R.; MARTINS, J. D.; MIRANDA, J. S.; TANAKA, R.; SOUZA, R. O. D. A.; LEITE, F. P. P. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, Weibull characteristics, roughness and surface topography of bonded CAD/CAM silica-based ceramics. **Dental Materials**, v. 37, n. 3, p. e151-e161, 2020.

LIMA, J. M. C.; TRIBST, J. P. M.; ANAMI, L. C.; MELO, R. M. M.; MOURA, D. M. D.; SOUZA, R. O. A.; BOTTINO, M. A. Long-term fracture load of all-ceramic crowns: Effects of veneering ceramic thickness, application techniques, and cooling protocol. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 12, n. 11, p. e1078-85, 2020.

MANZIUC, M. M.; BURDE, A. V.; NEGUCIOIU, M.; GASPARIK, C.; COLOSI, H. A.; DUDEA, D. Effect of glazing on translucency, color, and surface roughness of monolithic zirconia materials. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 31, n.5, p. 478-485, 2019.

MENDONÇA, A. F.; SHAHMORADI, M.; GOUVÊA, C. V. D. D.; DE SOUZA, G. M.; ELLAKWA, A. Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM materials for monolithic dental restorations. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 2, p. e587-e594, 2018.

MIRANDA, J. S.; BARCELLOS, A. S. P.; CAMPOS, T. M. B.; CESAR, P. F.; AMARAL, M.; KIMPARGA, E. T. Effect of repeated firings and staining on three mechanical behavior and composition of lithium disilicate. **Dental Materials**, v. 36, n. 5, p. e149-e157, 2020a.

MIRANDA, J. S.; BARCELLOS, A. S. P.; LOBO, C. M. M.; CANEPPELE, T. M.; AMARAL, M.; KIMPARGA, E. T. Effect of staining and repeated firing on the surface and optical properties of lithium disilicate, **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 32, n. 1, p. 113-118, 2020b.

MOHAMMADIBASSIR, M.; REZVANI, M. B.; GOLZARI, H.; SALEHI, E. M.; FAHIMI, M. A.; FARD, M. J. K. Effect of Two Polishing Systems on Surface Roughness, Topography, and Flexural Strength of a Monolithic Lithium Disilicate Ceramic. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 1, p. e172-e180, 2019.

NISHIOKA, G.; PROCHNOW, C.; FIRMINO, A.; AMARAL, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. **Brazilian Oral Research**, v. 1, n. 1., p. e32-e53, 2018.

PHARK, J.; DUARTE JR, S. Microstructural considerations for novel lithium disilicate glass ceramics: A review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 34, n. 1, p. 92-103, 2022.

RAMOS, N. C.; CAMPOS, T. M. B.; DE LA PAZ, I. S.; MACHADO, J. P. B.; BOTTINO, M. A.; CESAR, P. F.; DE MELO, R. M. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dental Materials**, v. 32, n. 7, p. 870-878, 2016.

RIQUIERI, H.; MONTEIRO, J. B.; VIEGAS, D. C.; CAMPOS, T. M. B.; DE MELO, R. M.; SAAVEDRA, G. D. S. F. A. Impact of crystallization firing process in the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramics. **Dental Materials**, v. 34, n. 10, p. 1483-1491, 2018.

ROMANYK, D. L.; MARTINEZ, Y. T.; VELDHUIS, S.; RAE, N.; GUO, Y.; SIROVICA, S.; FLEMMING, G. J. P.; ADDISON, O. Strength-limiting damage in lithium silicate

glass-ceramics associated with CAD-CAM. **Dental Materials**, v. 35, n. 1, p. 98-104, 2018.

SEN, N.; OLCER, Y. Mechanical and Optical properties of monolithic CAD-CAM restorative materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 119, n. 4, p. 593-599, 2017.

SILVA, L. H. D.; LIMA, E. D.; MIRANDA, R. B. D. P.; FAVERO, S. S.; LOHBAUER, U.; CESAR, P. F. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. **Brazilian Oral Research**, v. 31, n. 1, p. 133-146, 2017.

SINGH, R. G.; LI, K. C.; LYONS, K. M.; , WADDELL, J. N. Effect of Two Brands of Glaze Material on the Flexural Strength and Probability of Failure of High Translucent Monolithic Zirconia. **Materials**, v. 14, n. 22, p.7022-7037, 2021.

SUBASI, M. G.; ÇAKMAK, G.; SERT, M.; YILMAZ, B. Effect of multiple firings on surface roughness and flexural strength of CAD-CAM ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 128, n. 2, p. 216-218, 2022.

SUBASI, M.; DEMIR, N.; KARA, Ö.; OZTURK, A. N.; ÖZEL, F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. **Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 6, n. 6, p. 462-467, 2014.

SULAIMAN, T. A.; ABDULMAJEED, A. A.; DONOVAN, T. E.; VALLITTU, P. K.; NÄRHI, T. O.; LASSILA, L. V. The effect of staining and vacuum sintering on optical and mechanical properties of partially and fully stabilized monolithic zirconia. **Dental Materials**, v. 34, n. 5, p. 605-610, 2015.

SULAIMAN, T. A.; ABDULMAJEED, A. A.; SHAHRAMIAN, K.; LASSILA, L. Effect of different treatments on the flexural strength of fully versus partially stabilized monolithic zirconia. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 118, n. 2, p. 216-220, 2017.

SULAIMAN, T. A.; DELGADO, A.; DONOVAN, T. E. Survival rate of lithium disilicate restorations at 4 years: A retrospective study. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 114, n. 3, p. 364-366, 2015.

TUNCEL, I.; TURP, I.; USUMEZ, A. Effect of color shading procedures and cyclic loading on the biaxial flexural strength of zirconia. **Nigerian Journal of Clinical Practice**, v. 21, n. 1, p. 7-12, 2018.

VICHI, A.; ZHAO, Z.; PAOLONE, G.; SCOTTI, N.; MUTAHAR, M.; GORACCI, C.; LOUCA, C. Factory Crystallized Silicates for Monolithic Metal-Free Restorations: A Flexural Strength and Translucency Comparison Test. **Materials**, v. 15, n. 21, p. 7834-7846, 2022.

VITA AKZENT® Plus. **Working instructions for external characterization independent stains for finishing, coloring and glazing. Available as a powder, paste and spray.** Bad Säckingen, Germany: Vita Zahnfabrik, 2019.

VITA SUPRINITY®. **Technical and scientific documentation.** Bad Säckingen,

Germany: Vita Zahnfabrik, 2022.

VITA VM® 11. **Product information**. Bad Säckingen, Germany: Vita Zahnfabrik, 2019.

WIEDENMANN, F.; BÖHM, D.; EICHBERGER, M.; EDELHOFF, D.; STAWARCZYK, B. Influence of different surface treatments on two-body wear and fracture load of monolithic CAD/CAM ceramics. **Clinical Oral Investigations**, v. 24, n. 9, p. 3049-3060, 2019.

YUAN, J. C. C.; BARÃO, V. A. R.; WEE, A. G.; ALFARO, M. F.; AFSHARI, F. S.; SUKOTJO, C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramics restorations. **The Journal of Prosthetic Denstistry**, v. 119, n. 6, p. 1000-1006, 2017.

ZHANG, Y.; MAI, Z.; BARANI, A.; BUSH, M.; LAWN, B. Fracture-resistant monolithic crowns. **Dental Materials**, v. 32, n. 3, p. 442-449, 2016.

ZHANG, Z.; YI, Y.; WANG, X.; GUO, J.; LI, D.; HE, L.; ZHANG, S. A comparative study of progressive wear of four dental monolithic, veneered glass-ceramics. **The Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 74, n. 1., p. 111-117, 2017.

ZHAO, K.; PAN, Y.; GUESS, P. C.; ZHANG, X. P.; SWAIN, M. V. Influence of veneer application on fracture behavior of lithium-disilicate-based ceramic crowns. **Dental Materials**, v. 28, n. 6, p. 653-660, 2012.

APÊNDICE A – Artigo para o periódico Dental Materials

Impacto da estratégia caracterizadora na resistência à flexão biaxial das cerâmicas vítreas para CAD/CAM

Rafaela Barbosa Araújo^a, Marina Amaral^b, Ronaldo Luís Almeida de Carvalho^c, Fabíola Pessoa Pereira Leite^d, Flávia Maria De Moraes Ramos Perez^a

a Departamento de Clínica e Odontologia Preventiva, Divisão de Radiologia Oral, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Prof. Moraes Rego 1235, Cidade Universitária, Recife – PE, 50670-901, Brasil

b Departamento de Odontologia, Universidade de Taubaté, R. Quatro de Março 432, Centro, Taubaté - SP, 12020-270, Brasil

c Departamento de Odontologia, Centro Universitário Braz Cubas, Av. Francisco Rodrigues Filho 1233, Mogilar, Mogi das Cruzes – SP, 08773-380, Brasil

d Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Rua José Lourenço Kelmer s/n, São Pedro, Juiz de Fora – MG, 36036-900, Brasil

Declaração de conflito de interesses: não há conflito de interesses.

*Autor correspondente: Flávia Maria de Moraes Ramos Perez
Av. Prof. Artur de Sá, 329-481, Cidade Universitária, Recife – PE, 50670-901, Brasil
Contato: +55 (81) 99609-2049 / flavia.ramosperez@ufpe.br*

Resumo

Objetivo: Avaliar o efeito de diferentes estratégias de caracterização extrínseca na resistência à flexão das cerâmicas vítreas para CAD/CAM.

Métodos: Cento e vinte discos (Ø12mm; ± 1,2 mm de espessura; ISO 6872) foram fabricados a partir de blocos de ZLS (silicato de lítio reforçado com zircônia) e de LD (dissilicato de lítio) e distribuídos em 8 grupos (n=15). Cada cerâmica recebeu três estratégias de caracterização (Gl: cristalização e glazer; Pig: cristalização e pigmentação; Est: cristalização e estratificação) e o grupo controle não recebeu aplicação (Cl). Os discos foram submetidos à ciclagem mecânica (1x10⁶ ciclos, 4 Hz, 50 N-LD e 30N-ZLS) e ao teste de resistência à flexão biaxial (1mm/min-1000 Kgf). Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA), teste de Tukey e teste t ($\alpha=5\%$).

Resultados: Houve alteração da resistência à flexão para todos os grupos de LD (p=0,001). Para ZLS (p=0,0010), ZLS Pig e ZLS Cl apresentaram resultado semelhante entre si, porém diferente dos grupos ZLS Gl e ZLS Est. O teste t entre os tipos de

cerâmica apontou diferença na resistência apenas entre os grupos Gl ($p=0,0001$) e Est ($p=0,0139$).

Significado: As diferentes estratégias caracterizadoras influenciam na resistência à flexão biaxial de ambas as cerâmicas vítreas para CAD/CAM. A aplicação das técnicas estratificação e glazer diminui a resistência das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia. Quando comparadas entre si, a aplicação de glazer e estratificação aumenta a resistência apenas da cerâmica da do silicato de lítio reforçado com zircônia.

1. Introdução

A crescente exigência por restaurações com excelentes qualidades estéticas, longevidade e estabilidade de cor vem impulsionando o desenvolvimento de novos sistemas totalmente cerâmicos para tratamentos reabilitadores [1, 2].

Os sistemas cerâmicos tiveram suas propriedades mecânicas aprimoradas com o advento do sistema CAD/CAM (computer-aided-design/computer-aided manufacturing). Além disso, a evolução dos sistemas informatizados provocou uma importante mudança no fluxo de trabalho, ao simplificar as etapas laboratoriais e permitir a fabricação de restaurações cerâmicas altamente estéticas em uma única consulta [3, 4].

O acréscimo de cristais de dissilicato de lítio à formulação das cerâmicas feldspáticas favoreceu as propriedades mecânicas do material, aumentando a resistência sem prejudicar suas propriedades estéticas [3, 5, 6]. Os blocos CAD/CAM desse material contêm 40% de cristais de metassilicato de lítio (Li_2SiO_3), são incorporados em uma matriz de vidro [7].

Após o tratamento térmico, os metassilicatos reagem à sílica circundante, formando pequenos cristais de dissilicato de lítio [8]. O material adquire alta resistência e dureza, além de diminuir as tensões residuais mecânicas da usinagem, garantindo o desenvolvimento de uma microestrutura com 70% de cristais de dissilicato de lítio interligados, que pode retardar ou mesmo inibir a propagação de trincas [7, 9].

Com a expiração da patente foram introduzidas cerâmicas de silicato de lítio (LiO_3)

enriquecidas com óxido de zircônia como alternativa para utilização no sistema CAD/CAM [5], a qual possui microestrutura semelhante às cerâmicas de dissilicato de lítio [10], e portanto, propriedades mecânicas comparáveis.

Essa cerâmica possui microestrutura de metassilicato de lítio fino, com cristais de dissilicato de lítio e matriz vítrea contendo 10% de óxido de zircônia, introduzido para melhorar as propriedades ópticas e mecânicas do material [8]. No momento em que passam pelo processo de cristalização os cristais de silicato de lítio atingem tamanho até seis vezes menores devido às partículas de zircônia, que atuam impedindo o crescimento do cristal [3].

Apesar de apresentarem estética adequada em termos de translucidez, fluorescência e opalescência, os blocos vitrocerâmicos utilizados no sistema CAD/CAM são monocromáticos e, em alguns casos, a utilização de técnicas laboratoriais se faz necessária para alcançar a estética natural da restauração cerâmica [6, 11]. Estratégias de caracterização são aplicadas sobre as cerâmicas monolíticas fresadas para assemelhá-las às dentições naturais [12, 13].

A técnica da estratificação tem sido muito utilizada para a individualização das restaurações, devido à alta refletividade da superfície e ausência de coloração interna nas restaurações monolíticas [14]. Nesse método, a restauração é confeccionada em duas camadas distintas, com uma infraestrutura cerâmica resistente e uma porcelana de revestimento, o que permite reproduzir maiores detalhes [15].

Contudo, fatores podem tornar a técnica de estratificação mais sensível, como a diferença de coeficiente de expansão térmica entre as duas cerâmicas [16] e a proporção entre a espessura dessas camadas, os quais são determinantes para o comportamento mecânico da restauração [17]. Delaminação, fendas e lascas dos materiais de revestimento em restaurações cerâmicas puras foram relatadas por vários autores [1, 18–22].

Sendo assim, as restaurações cerâmicas monolíticas, confeccionadas inteiramente com um único tipo de cerâmica tem demonstrado ser um ótimo recurso reabilitador [23]. Essa técnica, associada à pigmentação extrínseca, por meio da aplicação de pastas pigmentadas que podem ser queimadas juntamente com a cristalização da cerâmica ou posteriormente a essa etapa, tem sido muito utilizada para mimetizar os dentes naturais

[24].

Não há consenso na literatura em relação ao comportamento mecânico das vitrocerâmicas frente à aplicação de pigmentos e aos diferentes protocolos térmicos utilizados no processo de coloração [25, 26]. Dessa forma, este estudo *in vitro* tem como objetivo avaliar a influência de diferentes estratégias de caracterização na resistência à flexão biaxial em cerâmicas vítreas para CAD/CAM com propriedades mecânicas similares. A hipótese nula é que não há alteração na resistência à flexão biaxial das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia após a aplicação de diferentes estratégias caracterizadoras.

2. Material e Métodos

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Tabela 1

Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

Marca comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote	Composição Química
VITA SUPRINITY	Silicato de lítio reforçado com zircônia	Vita Zahnfabrik	45481	ZrO ₂ (Dióxido de zircônio), SiO ₂ (Dióxido de silício), Li ₂ O (Óxido de lítio), pigmentos e outros
IPS E.max CAD	Dissilicato de lítio	Ivoclar Vivadent	X51535	SiO ₂ , 57,0-80,0%; Li ₂ O, 11,0-19,0%; K ₂ O, 0,0-13,0%; P ₂ O ₅ , 0,0-11,0%; outros óxidos
VITA AKZENT Plus GLAZE LT	Massa de <i>glazer</i> de baixa fusão	Vita Zahnfabrik	61100	Não fornecido pelo fabricante

VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS	Pigmento para Caracterização	Vita Zahnfabrik	66100	Não fornecido pelo fabricante
VITA AKZENT Plus POWDER FLUID	Líquido VITA AKZENT Plus	Vita Zahnfabrik	75140	Não fornecido pelo fabricante
VITA VM11 TRANSPA DENTINE	Cerâmica de cobertura	Vita Zahnfabrik	50850	Não fornecido pelo fabricante
VITA VM11 MODELLING LIQUID	Líquido para modelagem	Vita Zahnfabrik	77580	Não fornecido pelo fabricante

2.1. Preparação das Amostras

Foram obtidas 120 amostras a partir de blocos de cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS, Suprinity, Vita) e cerâmica de dissilicato de lítio (LD, Emax CAD, Ivoclar Vivadent). Cada bloco foi caracterizado com um dispositivo metálico oriundo de outros blocos cerâmicos CAD/CAM com o auxílio de um adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder, São Paulo, Brasil) em sua extremidade oposta, para permitir melhor manuseio a partir de arredondamento em lixadeira Politriz (Aropol E, AROTEC, S/A IND. COM, Cotia, SP, Brasil).

Esses blocos foram arredondados com lixa de carbeto de silício de granulação 80 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil) até que cilindros de 12 mm de diâmetro fossem obtidos (Figura 1). Em seguida, em máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), com velocidade de 260 rpm e refrigeração a água, os cilindros arredondados foram cortados em pastilhas com disco de corte diamantado (Extec High Concentration, Extec, Enfield, CT, EUA), obtendo-se dimensões finais aproximadas de 12 mm de diâmetro e de 1,2 mm de espessura.

Posteriormente, todos os discos receberam polimento, um a um, em ambas as faces, na lixadeira Politriz (Aropol E, AROTEC S/A IND. COM, Cotia, SP, Brasil), sequencialmente, com lixas de carbeto de silício de granulação 400, 600 e 1200 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil), sob-refrigeração, por tempo variável até que a superfície estivesse brilhante e não apresentasse riscos visíveis. Em consonância com a

norma ISO 6872/2015, os espécimes alcançaram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ de espessura, medidos com paquímetro.

Após a obtenção de 60 amostras de cada tipo de cerâmica, os discos foram cuidadosamente limpos em banhos de água em ultrassom e depois submetidos a uma queima de cristalização, conforme parâmetros estabelecidos pelo fabricante, descritos na Tabela 2.

Tabela 2

Descrição dos tratamentos térmicos aplicados aos materiais cerâmicos.

	Temperatura inicial C°	Temperatura por taxa de aumento C°/min	Temperatura final C°	Tempo de espera em temperatura final
LD	403	90	840	10 min
ZLS	400	55	840	8 min
VITA AKENT Plus GLAZE LT	400	80	780	1 min
VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS	400	80	700	1 min
VITAVM11 TRANSPA DENTINE	400	55	800	1 min

2.2. Delineamento dos grupos

Os discos de cada material (n=60) foram divididos aleatoriamente em 04 grupos e cada vitrocerâmica recebeu três estratégias de caracterização diferentes (n=15) aplicadas manualmente, conforme instrução do fabricante: Gl- glazer (VITA AKENT Plus GLAZE LT – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha); Pig – pigmentação (VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS – Cor ES13 – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) e Est- estratificação (VITAVM11 TRANSPA DENTINE, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha). As amostras controle-CI não receberam nenhum tipo de aplicação. Todas as queimas foram realizadas no forno Programat® CS2 (Ivoclar

Vivadent), conforme protocolo descrito na Tabela 2.

As amostras LD Est e ZLS Est receberam camada de cerâmica feldspática de $\pm 0,5$ mm e após a queima, suas espessuras foram mensuradas com paquímetro, de modo a obterem espessura final de aproximadamente $1,2 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$. As amostras com espessura final maior que $1,7 \text{ mm}$ foram lixadas manualmente na face que recebeu a aplicação da cerâmica de estratificação, por meio de movimento dos discos formando “8” com lixas de carvão de silício de granulação 400, 600 e 1200 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil), até alcançarem a espessura máxima de $1,5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

Após o final de cada queima as amostras foram resfriadas naturalmente até a temperatura ambiente.

2.3. *Fadiga Mecânica*

Todas as amostras foram submetidas à ciclagem mecânica, em uma máquina simuladora de fadiga mecânica (BIOPDI, Modelo: BioCicle V2, São Carlos – SP, Brasil). Cada espécime foi submetido a 1.000.000 de ciclos (um milhão), em frequência de 4 Hz, com carga constante de 50 N para as amostras de dissilicato de lítio e carga constante de 30 N para discos de Suprinity, que correspondem a 30% da carga de fratura, respectivamente (RAMOS et al. 2016).

A carga aplicada no centro das amostras (identificada por uma marcação realizada previamente com caneta de retroprojeter) por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e com raio de curvatura de 1,5 mm. A carga foi aplicada na face oposta à que recebeu as estratégias restauradoras. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37° , cuja temperatura era controlada por um termostato contido no próprio equipamento. Para a fixação das amostras no equipamento foi utilizado um dispositivo metálico medindo 41,5 mm de diâmetro por 25 mm de altura, sendo que em sua face superior, havia três esferas de diâmetro 3,2 mm fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872/2015.

2.4. *Ensaio de resistência à flexão biaxial*

O teste de resistência à flexão biaxial foi realizado nas quinze amostras de cada grupo, as quais foram posicionadas em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes umas das outras, formando um plano (ISO 6872/2015). Esse dispositivo foi encaixado em um recipiente metálico cujo diâmetro mede 42 mm x 31 mm de altura, o qual foi preenchido com água para que a amostra permanecesse imersa durante o ensaio. Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio universal (BIOPDI, MBIO, São Carlos/SP, Brasil) e, após o posicionamento da amostra no dispositivo, foi aplicada uma célula de carga de 1000 Kgf no centro da face superior dos espécimes (área de compressão), com velocidade de 1 mm/min até a fratura da amostra. A resistência foi calculada de acordo com a ISO 6872/2015. O coeficiente de Poisson foi considerado 0,23.

2.5. Análise Estatística

A distribuição dos resíduos foi considerada pelo teste de D'Agostino & Pearson, os dados obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, por meio do teste paramétrico de análise de variância (ANOVA 1-fator), com a finalidade de avaliar a influência da técnica de caracterização na resistência à fratura da cerâmica. Após a identificação da diferença entre os grupos, o teste de Tukey ($\alpha=0,05$) foi realizado, para verificar onde houve diferença estatisticamente significativa.

Para avaliar a influência da estratégia de caracterização nas amostras, os dados obtidos foram submetidos ao modelo estatístico do teste de normalidade D'Agostino & Pearson ($p<0,001$). Após esta análise, pode-se afirmar que os dados se ajustaram a uma distribuição normal de probabilidade. Desse modo, a análise de variância foi realizada pelo modelo ANOVA um fator ($p<0,05$).

3. Resultados

Foi possível observar, pelo teste ANOVA 1-fator, um efeito de interação significativa, o que indica que houve alteração da resistência à fratura em razão da estratégia de

caracterização utilizada para as amostras de dissilicato de lítio ($p=0,001$). Adicionalmente, foi verificado que a estratégia de caracterização influenciou significativamente a resistência à flexão biaxial da cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircônia ($p=0,001$).

Depois de verificada a interação entre os grupos, os dados foram submetidos ao teste de comparação múltipla de Tukey (Tabela 3), para determinar entre quais grupos houve diferença. Foi realizada também a análise estatística (teste t) entre os tipos de cerâmica, quando cada estratégia de caracterização foi analisada isoladamente.

Tabela 3

Média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial entre as cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia (MPa) e comparação de Tukey.

LD	N	Média ± Desvio Padrão	ZLS	N	Média ± Desvio Padrão	Teste t não pareado (valor de P)
LD Pig	15	323,80 ± 53,04 Aa	ZLS Pig	15	318,70 ± 81,43 Aa	0,8404
LD Cl	15	283,00 ± 41,81 Ba	ZLS Cl	15	279,40 ± 54,39 Aa	0,8409
LD Gl	15	175,30 ± 17,40 Ca	ZLS Gl	15	219,90 ± 63,47 Bb	0,0001
LD Est	15	95,01 ± 12,43 Da	ZLS Est	15	127,10 ± 24,51 Cb	0,0139

* Diferentes letras maiúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre as estratégias de caracterização de uma mesma cerâmica. Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (teste t) entre os tipos de cerâmica, quando cada estratégia de caracterização foi analisada isoladamente.

Diante dos dados expostos e analisados, é possível afirmar que todos os grupos da cerâmica de dissilicato de lítio (LD) apresentaram diferenças estatísticas entre si. Já em relação à cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS), os grupos ZLS Pig e ZLS Cl apresentaram resultado estatisticamente semelhante entre si, porém, diferentes dos grupos ZLS Gl e ZLS Est. Os grupos ZLS Gl e ZLS Est apresentaram resultados diferentes entre si (Tabela 3).

A avaliação (teste t) entre os tipos de cerâmica, com cada estratégia de caracterização sendo analisada isoladamente, demonstrou que houve diferença estatística entre os tipos de cerâmica apenas para os grupos Gl e Est. Dessa forma, houve diferença na resistência à flexão entre os grupos ZLS Gl e ED Gl e entre os grupos ZLS Est e ED Est. As demais estratégias não apresentaram diferença entre as cerâmicas quando analisadas separadamente (Tabela 3).

Os valores em MPa dos grupos analisados estão comparados na Figura 1, a seguir.

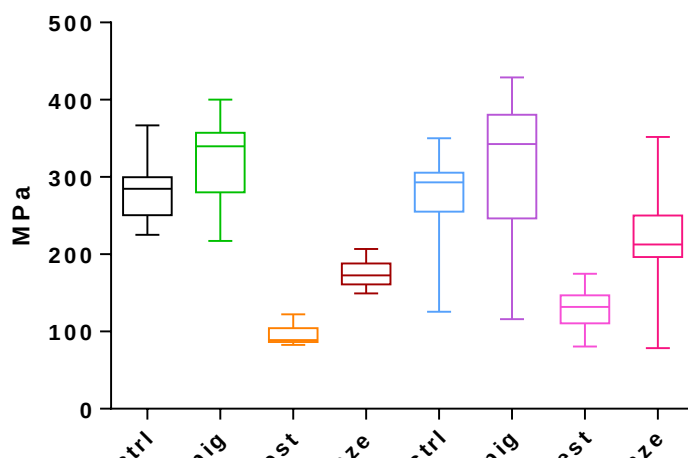


Figura 1. Valores em MPa dos grupos analisados.

4. Discussão

O conhecimento do desempenho mecânico das cerâmicas odontológicas é de extrema importância para o sucesso das restaurações e a resistência à flexão é propriedade significativa para avaliar sua longevidade, determinando a indicação clínica [27]. Com o surgimento da tecnologia CAD/CAM e a utilização de blocos cerâmicos monolíticos, em grande maioria, monocromáticos, técnicas de caracterização extrínseca podem ser aplicadas às restaurações para melhorar as propriedades estéticas [13, 28].

Não há consenso na literatura quanto ao efeito do número de queimas na resistência das vitrocerâmicas. Aurélio et al. [25, 29] concluíram que o tempo prolongado de queima do glazer aumentou a resistência à flexão das vitrocerâmicas. Já De Moraes et al. [26] relataram aumento da resistência do dissilicato de lítio após sete queimas, sem alteração significativa na resistência para a cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia. Subasi et al. [30], por sua vez, observaram que múltiplas queimas não afetaram a resistência à flexão dos materiais dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia, concordando com Andrade [31] e Miranda et al. [32]. Diante disso, todas as amostras deste estudo foram submetidas a dois ciclos de queima, para não haver influência desse fator nos resultados.

A hipótese de que a aplicação de diferentes estratégias de caracterização extrínseca não

afeta a resistência à flexão biaxial das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia foi rejeitada.

O teste de resistência à flexão biaxial permitiu observar que os grupos que receberam a estratégia de estratificação obtiveram os menores valores de resistência à flexão. Esses achados indicam que os sistemas multicamadas são mais frágeis sob fadiga, propensos ao lascamento da camada de estratificação, conforme já relatado por Brandeburski e Della Bona [23], Johansson et al. [21] e Alessandretti et al. [16, 34], os quais afirmaram que a fratura do material de revestimento é uma das complicações mais comuns.

O descompasso no coeficiente de expansão térmica entre os dois materiais foi mencionado por Borba et al. [19], como sendo o possível responsável por produzir tensões residuais próximas à interface. Por sua vez, J. Lima et al. [17] relataram que o processo de estratificação é mais sensível tecnicamente devido à possibilidade de incorporação de vazios e defeitos. Além disso, a menor resistência da porcelana de revestimento pode determinar a longevidade da restauração, apesar do substrato resistente, conforme apontado por Zhao et al. [20].

Outra possível explicação, mencionada por Alessandretti et al. [16], é a presença de porosidades aliada à falta de homogeneidade na mistura (pó e líquido) na cerâmica de recobrimento, inerentes à técnica de estratificação. Ademais, J. Lima et al. [17] acreditam que a técnica da aplicação do revestimento cerâmico seja um fator significativo, independentemente das propriedades do material restaurador, já que resultados melhores foram encontrados para coroas prensadas, que possuem técnica mais controlada comparada à da estratificação.

As amostras de ambas vitrocerâmicas que receberam camada de glazer também tiveram sua resistência diminuída em relação às amostras-controle. Esses resultados ganham consistência com os trabalhos de Kumchai et al [35] e Singh et al. [36], que constataram diminuição significativa na resistência flexural da zircônia altamente translúcida após procedimento de glazer. No mesmo sentido, Dal Piva et al. [37] observaram diminuição na resistência à flexão em amostras de dissilicato de lítio após vitrificação.

Em seu estudo, Singh et al. [36] verificaram a presença de vazios na camada de glazer, além de superfícies mais ásperas, corroborando os achados de Dal Piva et al. [37], em que as

amostras de dissilicato de lítio vitrificado apresentaram superfícies mais rugosas.

Há poucos estudos na literatura que relacionam caracterização extrínseca e resistência à flexão das cerâmicas vítreas e, dentre os existentes, as condições de análise são diferentes, pois na prática clínica, a aplicação de camada de glazer é recomendada logo após a aplicação do pigmento para proteger a camada de coloração, o que, de acordo com Kanat-Erturk [11] e Dal Piva et al. [24], aumenta a sua longevidade durante a função.

Dessa forma, ao considerar estudos que avaliaram a resistência à flexão de cerâmicas vítreas após procedimento de pigmentação e glazer, Miranda et al. [32] observaram diminuição da resistência à flexão biaxial nas amostras de dissilicato de lítio em relação ao grupo controle, sem caracterização extrínseca. Nessa perspectiva, Barcellos et al. [33], também observaram a diminuição na resistência à flexão das amostras submetidas à aplicação de coloração e glazer em única queima, quando comparadas às amostras apenas cristalizadas.

Como explicação, Miranda et al. [32] constataram ausência cristalina na pasta de coloração, que, associada ao grau de porosidade, pode facilitar a iniciação de trincas na superfície do corpo de prova, determinando a resistência do conjunto. Ademais, a aplicação manual de glazer pode resultar em uma superfície irregular e porosa, com defeitos macroscópicos.

Belli et al. [38], por outro lado, relataram que o tipo de material corante e a sua composição com resistência menor que a do dissilicato de lítio, podem ser responsáveis pelos resultados inferiores. Além da estrutura amorfa, Miranda et al. [13] complementam que a aplicação dessas caracterizações é propensa a vazios, o que favorece a fratura em menores valores de tensão.

Já para as amostras ZLS que receberam camada de coloração, não houve alteração na resistência à flexão, concordando com os achados de Tuncel, Turp e Usumez [39], que não observaram diminuição na resistência à flexão biaxial de cerâmicas de óxido de zircônio pigmentadas após ciclagem mecânica. Ainda com relação à zircônia, Bittar et al. [12] concluíram não haver influência da pigmentação extrínseca na resistência dessa cerâmica quando submetida a diversos tratamentos de superfície.

Com relação às amostras LD pigmentadas, foi verificado o aumento na resistência à

flexão em relação a todos os grupos da mesma cerâmica. Esse fato foi relatado anteriormente por Sulaiman et al. [40], ao aplicarem pigmentação com líquido de corante de sal metálico aquoso, resultando no aumento da resistência à flexão da zircônia monolítica totalmente estabilizada. Para esses autores, os líquidos de coloração de sais de metal interagiram com essa cerâmica por meio de alterações cristalográficas e microestruturais, influenciando suas propriedades físicas.

De acordo com Andrade [31], o aumento da resistência no grupo LD pigmentado talvez possa ser explicado por análises microscópicas e químicas, para verificar se houve infiltração do pigmento no substrato cerâmico, o que causaria o selamento das fissuras e dos pequenos defeitos da superfície da amostra, tornando o conjunto mais uniforme e integrado. A ausência desses testes é, portanto, uma limitação deste estudo.

Diversos estudos compararam a resistência à flexão das duas vitrocerâmicas. Dentre eles, Ramos et al. [10], Kashkari et al. [2], Mendonça et al. [8], Romanyk et al. [41], Housain et al. [42], Corado et al. [4], Kim et al. [43] e Vichi et al. [44] constataram propriedades mecânicas do dissilicato de lítio superiores às do silicato de lítio reforçado com zircônia, o que, de acordo com Riquieri et al. [45], pode ser atribuído ao alto número de cristais em forma de agulha intertravados embutidos na matriz vítrea.

Belli et al. [46, 47] reforçaram esse entendimento ao observarem, após a cristalização, cristais de dissilicato de lítio e ortofosfato de lítio na cerâmica de dissilicato de lítio, enquanto que a cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia continha alta fração de metassilicato de lítio, responsável pelo menor desempenho mecânico, além de partículas de zircônia dissolvidas na fase vítrea, ao invés de atuarem como partículas de reforço.

Esses estudos destoam dos achados de Elsaka e Elnaghy [48], Lawson et al. [49] e Sen e Olcer [50], os quais encontraram maior resistência à flexão nas cerâmicas de silicato de lítio reforçado com zircônia, devido à cicatrização das rachaduras criadas durante o processo de fabricação, pois o fluxo viscoso da matriz de vidro em alta temperatura arredondou as bordas dessas fissuras.

Diante desse contexto, ao analisar cada estratégia de caracterização isoladamente, houve diferença estatística apenas entre as estratégias glazer e estratificação, de modo que as amostras ZLS Gl e ZLS Est resultaram em maior resistência à flexão quando comparadas às

amostras LD Gl e LD Est, respectivamente.

Sendo assim, esses achados sugerem que a utilização de restaurações fabricadas a partir de blocos CAD/CAM de silicato de lítio reforçado com zircônia pode ser mais interessante quando houver a necessidade de utilização de técnicas de estratificação ou glazer para melhorar as propriedades estéticas.

Ressalta-se que, a fim de manter condições uniformes para a etapa de caracterização extrínseca, conforme já realizado no estudo de Manziuc et al. [51], foram aplicados os mesmos materiais de caracterização extrínseca em ambas as cerâmicas vítreas, visando à comparação de seus comportamentos quando aplicados em materiais de composição similares. Esse fato, porém, pode ser considerado uma limitação deste estudo, já que as instruções dos produtos recomendam utilização de materiais do mesmo fabricante.

Diante da análise do estudo, os resultados mostraram que os grupos das duas cerâmicas estratificadas apresentaram os menores valores de resistência à flexão, seguidos dos grupos que receberam camada de glazer, indicando que tais técnicas apenas devem ser utilizadas em caso de alta exigência estética e que para restaurações na região posterior, com maior força mastigatória e sem implicações estéticas, o polimento manual deve ser priorizado.

Para o dissilicato de lítio, as amostras pigmentadas apresentaram maior resistência quando comparadas ao grupo controle. Já para as cerâmicas de silicato de lítio reforçado com zircônia, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos pigmentados e o controle. Esses achados sugerem que o pigmento utilizado pode ser aplicado em ambas as vitrocerâmicas, sem prejuízo à resistência.

Na prática clínica a aplicação do pigmento é seguida da aplicação do glazer para a proteção e longevidade da coloração. Considerando que a utilização do pigmento não alterou a resistência à flexão da cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircônia, enquanto aumentou a resistência do dissilicato de lítio, sugere-se que a camada de glazer pode ser o elo mais fraco na técnica de pigmentação extrínseca.

Embora a resistência à flexão seja propriedade mecânica relevante, relacionada ao desempenho clínico dos materiais odontológicos, os fatores ambientais encontrados na cavidade oral não puderam ser reproduzidos in vitro. Sendo assim, mais pesquisas relacionadas às propriedades mecânicas dos materiais monolíticos para CAD/CAM após

procedimentos de caracterização extrínseca são necessárias, para que se possam fazer recomendações clínicas definitivas.

5. Conclusão

I. As diferentes estratégias caracterizadoras influenciam na resistência à flexão biaxial de ambas as cerâmicas vítreas para CAD/CAM.

II. A aplicação das técnicas estratificação e glazer diminui a resistência das cerâmicas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado com zircônia.

III. Quando comparadas entre si, a aplicação de glazer e estratificação aumenta a resistência apenas da cerâmica de do silicato de lítio reforçado com zircônia.

Referências

- [1] Nishioka G., Prochnow C., Firmino A., Amaral M., Bottino M. A. and Valandro L. F. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. *Brazilian Oral Research*, 2018; 1:e32-e53, 2018
- [2] Kashkari A., Yilmaz B., Brantley W.A., Schricker S. R. and Johnston W. M. Fracture analysis of monolithic CAD-CAM crowns. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2019; 31-4:346-352.
- [3] Silva L. H. D., Lima E. D., Miranda R. B. D. P., Favero S. S., Lohbauer U. and Cesar, P. F. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Brazilian Oral Research*, 2017; 31:133-146.
- [4] Corado H. P., Da Silveira P. H., Ortega V. L., Ramos G. G. and Elias C. N. Flexural Strength of Vitreous Ceramics Based on Lithium Disilicate and Lithium Silicate Reinforced with Zirconia for CAD/CAM. *International Journal of Biomaterials*, 2022; 1:e511-595.
- [5] Gracis S., Thompson V. P., Ferencz J. L., Silva N. R. and Bonfante, E. A. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *The International Journal of Prosthodontics*, 2015; 28-3:227-35.

- [6] Yuan J. C. C., Barão V. A. R., Wee A. G., Alfaro M. F., Afshari F. S. and Sukotjo C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramics restorations. *The Journal of Prosthetic Dentistry*; 119-6:1000-1006, 2017.
- [7] Kang S., Chang J. and Son H. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. *Restorative Dentistry and Endodontics*. 2013; 38-3:134-140.
- [8] Mendonça A. F., Shamorahdi M. Gouvêa C. V. D. D., De Souza G. M. and Ellakwa A. Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM materials for monolithic dental restorations. *Journal of Prosthodontics*; 28-2: e587-e594.
- [9] Denry I. How and when does damage fabrication adversely affect the clinical performance of dental restorations? *Dental Materials*, 2013; 29:85-96.
- [10] Ramos N. C., Campos T. M. B., De La Paz I. S., Machado J. P. B., Bottino M. A., Cesar P. F. and De Mello R. M. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dental Materials*, 2016; 32-7:870-878.
- [11] Kanat-Erturk B. Color Stability of CAD/CAM Ceramics Prepared with Different Surface Finishing Procedures. *Journal of Prosthodontics*, 2020; 29-2:166-172.
- [12] Bittar B., Miranda J. S., Simões A. C., De Carvalho Ramos N., Machado J. P., Zhang Y, Souza R. O. A. and LEITE F. P. P. Effect of extrinsic pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading os a translucent ZnO₂ ceramic. *Dental Materials*, 2019; 35-11:1644-1653.
- [13] Miranda J. S., Barcellos A. S. P., Campos T. M. B., Cesar P. F., Amaral M. and Kimpara E. T. Effect of repeated firings and staining on three mechanical behavior and composition of lithium disilicate. *Dental Materials*, 2020^a; 36-5:e149-e157.
- [14] Sulaiman T. A., Abdulmajeed A. A., Donovan T. E., Vallittu P. K., Närhi T. O. and Lassila L. V. The effect of staining and vacuum sintering on optical and mechanical properties of partially and fully stabilized monolithic zirconia. *Dental Materials*, 2015; 34-5:605-610.
- [15] Subasi M., Demir N., Kara Ö., Ozturk A. N. and Öel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. *Journal of Advanced Prosthodontics*, 2014; 6-6:462-467.
- [16] Alessandretti R., Ribeiro R., Borba M. and Bona A. D.; Fracture Load and Failure Mode

of CAD-on Ceramic Structures. *Brazilian Dental Journal*, 2019; 30-4:380-384.

[17] Lima J. M. C., Tribst J. P. M., Anami L. C.; Melo R. M. M., Moura D. M. D., Souza R. O. A. and Bottino M. A. Long-term fracture load of all-ceramic crowns: Effects of veneering ceramic thickness, application techniques, and cooling protocol. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2020; 12-11:e1078-85.

[18] Chen Y., Smales R. J., Yip K. H. K. and Sung W. J. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dental Materials*, 2008; 24-11:1506-1511.

[19] Borba M., Cesar P. F., Griggs J. A. and Della Bona A. Adaptation of all-ceramic fixed partial dentures. *Dental Materials*, 2011; 27-11:1119-1126.

[20] Zhao K., Pan Y., Guess P. C., Zhang X. P. and Swain M. V. Influence of veneer application on fracture behavior of lithium-disilicate-based ceramic crowns. *Dental Materials*, 2012; 28-6:653-660.

[21] Johansson C., Kmet G., Rivera J., Larsson C. and Vult von Steyern, P. Fracture strength of monolithic all-ceramic crowns made of high translucent yttrium oxide-stabilized zirconium dioxide compared to porcelain-veneered crowns and lithium disilicate crowns. *Acta Odontologica Scandinavica*, 2014; 72-2:145-53.

[22] Wiedenmann F., Böhm D., Eichberger M., Edelhoff D. and Stawarczyk B. Influence of different surface treatments on two-body wear and fracture load of monolithic CAD/CAM ceramics. *Clinical Oral Investigations*, 2019; 24-9:3049-3060.

[23] Brandeburski S. and Della Bona A. Quantitative and qualitative analysis of ceramic shipping. *The Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2020; 110-1:1-9.

[24] Dal Piva A. M., Tribst J. P., Werner A.; Anami L. C., Bottino M. A. and Kleverlaan C. J. Three-body wear effect on different CAD/CAM ceramics staining durability. *The Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2020; 103-10:35-79.

[25] Aurélio I. L., Fraga S., Dorneles L. S., Bottino M. A. and May L. G. Extended glaze firing improves flexural strength of a glass ceramic. *Dental Materials*, 2015; 31-12:e316-324.

[26] De Moraes D. C., Abu-Izze F. O., Rivoli Rossi N., Gallo Oliano M., Souza R. O. A.; Saavedra G. S. A., Bottino M. A. and Marinho R. M. M. Effect of Consecutive Firings on the Optical and Mechanical Properties of Silicate and Lithium Disilicate Based Glass-Ceramics. *Journal of Prosthodontics*, 2021; 30-9:776-782.

- [27] Lima C. M., Da Silva N. R., Martins J. D., Miranda J. S., Tanaka R., Souza R. O. D. A. and Leite F. P. P. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, Weibull characteristics, roughness and surface topography of bonded CAD/CAM silica-based ceramics. *Dental Materials*, 2020; 37-3:e151-e161.
- [28] Jurado C. A., El-Gendy T., Hyer J. and Tsujimoto A. Color stability of fully- and pre-crystalized chair-side CAD-CAM lithium disilicate restorations after required and additional sintering processes. *The Journal of Advanced Prosthodontics*, 2022; 14:56-62.
- [29] Aurélio I. L., Prochnow C., Guilardi L. F., Ramos G. F., Bottino M. A. and May L. G. The effect of extended glaze firing on the flexural fatigue strength of hard-machined ceramics. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2018; 120-5:755-761.
- [30] Subasi M. G., Çakmak G., Sert M. and Yilmaz B. Effect of multiple firings on surface roughness and flexural strength of CAD-CAM ceramics. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2022; 128-2:216-218.
- [31] Andrade E. C. Efeito do número de queimas e da pigmentação extrínseca de uma cerâmica a base de silicato de lítio reforçado com zircônia. 2020. Thesis (Master in Dentistry), Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora.
- [32] Miranda J. S., Barcellos A. S. P., Lobo C. M. M., Caneppele T. M., Amaral M. and Kimpara E. T. Effect of staining and repeated firing on the surface and optical properties of lithium disilicate, *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2020b; 32-1:113-118.
- [33] Barcellos A. S. P., Miranda J. S., Amaral M., Alvarenga J. A., Nogueira L. and Kimpara E. T. Effect of staining on the mechanical, surface and biological properties of lithium disilicate. *The Saudi Dental Journal*, 2022; 35-2:36-141.
- [34] Alessandretti R., Borba M. and Della Bona A. Cyclic contact fatigue resistance of ceramics for monolithic multilayer dental restorations. *Dental Materials*, 2020; 36-4:535-541.
- [35] Kumchai H., Juntavee P., Sun A. F. and Nathanson D. Effect of Glazing on Flexural Strength of Full-Contour Zirconia. *International Journal of Dentistry*, 2018; 2018:1-5.
- [36] Singh R. G., Li K. C., Lyons K. M. and Waddell J. N. Effect of Two Brands of Glaze Material on the Flexural Strength and Probability of Failure of High Translucent Monolithic Zirconia. *Materials*, 2021; 14-22:7022-7037.

- [37] Dal Piva A. M. O., Lu Y, Nedeljkovic I., Tribst J. P. M., Feilzer A. J. and Kleverlaan C. J. Effect of glazing technique and firing on surface roughness and flexural strength of an advanced lithium disilicate. *Clinical Oral Investigations*, 2023; 27-7:3917-3926.
- [38] Belli R., Geinzer E., Muschweck A., Petschelt A. and Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dental Materials*, 2014; 30-4:424-432.
- [39] Tuncel I., Turo I. and Usumez A. Effect of color shading procedures and cyclic loading on the biaxial flexural strength of zirconia. *Nigerian Journal of Clinical Practice*, 2018; 21:7-12.
- [40] Sulaiman T. A., Abdulmajeed A. A., Shahramian K. and Lassila L. Effect of different treatments on the flexural strength of fully versus partially stabilized monolithic zirconia. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2017; 118-2:216-220.
- [41] Romanyk D. L., Martinez Y. T., Veldhuis S., Rae N., Guo Y., Sirovica S., Flemming G. J. P. and Addison O. Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM. *Dental Materials*, 2018; 35:98-104.
- [42] Housain N. A. H., Dürr T., Özcan M., Brägger U. and Joda T. Mechanical stability of dental CAD-CAM restoration materials made of monolithic zirconia, lithium disilicate, and lithium disilicate-strengthened aluminosilicate glass-ceramic with and without fatigue conditions. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2022; 128:73-78.
- [43] Kim S., Choi Y. S., Kand K. H. and Att W. Effects of thermal and mechanical cycling on the mechanical strength and surface properties of dental CAD-CAM restorative materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2022; 128:79-88.
- [44] Vichi A., Zhao Z., Paolone G., Scotti N., Mutahar M., Goracci C. and Louca C. Factory Crystallized Silicates for Monolithic Metal-Free Restorations: A Flexural Strength and Translucency Comparison Test. *Materials*, 2022; 15-21:7834-7846.
- [45] Riquieri H., Monteiro J. B., Viegas D. C., Campos T. M. B., De Melo R. M. and Saavedra G. D. S. F. A. Impact of crystallization firing process in the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramics. *Dental Materials*, 2018; 34-10:1483-1491.
- [46] Belli R., Wendler M., De Ligny D., Cicconi M. R., Petschelt A., Peterlik H. and Lohbauer

U. Chair side CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dental Materials*, 2017; 33:84-98.

[47] Belli R., Lohbauer U., Goetz-Neunhoeffler F. and Hurle K. Crack-healing during two-stage crystallization of biomedical lithium (di)silicate glass-ceramics. *Dental Materials*, 2019; 35-8:1130-1145.

[48] Elsaka S. and Elnaghy S. Mechanical Properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dental Materials*, 2016; 32-7:908-914.

[49] Lawson N., Bansal R. and Burgess J. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. *Dental Materials*, 2016; 32-11:e275-e283.

[50] Sen N. and Olcer Y. Mechanical and Optical properties of monolithic CAD-CAM restorative materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2017; 119-4:593-599.

[51] Manziuc M. M., Burde A. V., Negucioiu M., Gasparik C., Colosi H. A. and Dudea D. Effect of glazing on translucency, color, and surface roughness of monolithic zirconia materials. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2019; 31-5:478-485.