

UNIVERSIDADE DE RIBEIRÃO PRETO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ARTUR GAIOTTO MARQUES

AVALIAÇÃO DA CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE E RESISTÊNCIA À  
FRATURA DE MATERIAIS CERÂMICOS CAD/CAM SUBMETIDOS A  
ENVELHECIMENTO TÉRMICO ARTIFICIAL

RIBEIRÃO PRETO

2017

Artur Gaiotto Marques

AVALIAÇÃO DA CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE E RESISTÊNCIA À  
FRATURA DE MATERIAIS CERÂMICOS CAD/CAM SUBMETIDOS A  
ENVELHECIMENTO TÉRMICO ARTIFICIAL

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração Implantodontia.

Orientadora: Profa. Dra. Érica Alves Gomes

Ribeirão Preto

2017

Ficha catalográfica preparada pelo Centro de Processamento  
Técnico da Biblioteca Central da UNAERP

- Universidade de Ribeirão Preto -

Artur, Gaiotto Marques, 1983 -  
Avaliação da caracterização de superfície e resistência à fratura de materiais  
cerâmicos CAD/CAM submetidos a envelhecimento térmico artificial

Artur Gaiotto Marques - Ribeirão Preto, 2017.  
41 f.: il. color.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Érica Alves Gomes.

Dissertação (mestrado) – Universidade de Ribeirão Preto, UNAERP,  
Odontologia, área de concentração: Implantodontia. Ribeirão Preto, 2017.

*“Dedico essa dissertação integralmente a **Deus** por ter me dado a oportunidade de vir nesse mundo amparado por meus pais **José Marques da Silva Junior e Maria Helena Gaiotto da Silva**, os quais não mediram esforços para me tornar uma pessoa melhor todos os dias, por ter como irmãos **Eduardo Gaiotto Marques da Silva e José Marques da Silva Neto** que são pessoas incríveis que formam minha família e me ajudaram a formar moralmente. Por ter colocado no meu caminho minha esposa **Mariana Aprigio Assis Marques** que me faz feliz todos os dias e sempre me apoiou e incentivou, sendo peça fundamental para a conclusão de mais essa etapa. Como tudo isso não bastasse, me presenteou com o melhor presente que existe para um casal, um filho, **João Pedro Assis Marques**. Assim, dedico esse trabalho e tudo de bom que consigo fazer à Deus por ser tão generoso comigo.”*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

À minha orientadora, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, pela sua dedicação e carinho ao me orientar. Por todo o suporte na elaboração de todos os experimentos, organizando as agendas nos laboratórios, sequência de experimentos. Pela paciência para me ensinar e tolerância ao me introduzir na pesquisa. Por sempre acreditar no meu potencial, me estimular perante às dificuldades, buscar alternativas para desenvolvimento da nossa pesquisa e me cobrar para que fizessemos o melhor possível.

À Dra. Izabela Cristina Maurício Moris a qual me ajudou imensamente durante todas as fases do nosso trabalho, estando sempre disponível para tirar minhas dúvidas, auxiliar durante os experimentos e escrita da dissertação.

Obrigado às duas pela amizade, paciência e todos os ensinamentos a mim transmitidos, serei sempre grato por tudo o que fizeram. Sem dúvida nenhuma, sem todo o suporte de vocês, eu não conseguiria concluir nem um dos experimentos, muito menos todos! Obrigado de coração.

## AGRADECIMENTOS

À Universidade de Ribeirão Preto, por meio da Magnífica Reitora **Profa. Elmara Lúcia de Oliveira Bonini**, por possibilitar meu desenvolvimento intelectual e profissional.

À coordenadora do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Profa. Dra. Yara T. Corrêa Silva Sousa**, por não medir esforços para a manutenção e pela constante evolução do programa *stricto sensu*. Pela oportunidade concedida e por contribuir para o meu crescimento profissional e intelectual.

A aluna de iniciação científica **Stephanie Francoi Poole**, pela ajuda e apoio na execução deste trabalho.

Ao corpo docente do curso de Pós-graduação da Universidade de Ribeirão Preto: **Profa. Dra. Andrea Marcia Marcaccini, Prof. Dr. Carlos Eduardo Saraiva Miranda, Profa. Dra. Danielle Cristine Furtado Messias, Prof. Dr. Edson Alfredo, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, Profa. Dra. Fernanda Basso, Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Junior, Profa. Dra. Larissa Moreira S. C. Raucci, Prof. Dr. Paulo Esteves Pinto Faria, Prof. Dr. Silvio Rocha Corrêa da Silva, Profa. Dra. Vivian Colucci, Prof. Dr. Walter Raucci Neto e Profa. Dra. Yara T. Corrêa Silva Sousa**, pelos ensinamentos.

Aos colegas de turma de mestrado, **Cecília P. Guimarães, Tatiane Rocco, Nathalia Tavella, Pâmela, Janaína Gibin** pela amizade e momentos de convivência. Vocês farão parte da minha história de vida.

Ao Laboratório de Estudos Biomecânicos em Prótese e Implantes da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP-USP), em especial ao **Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro** e a especialista de laboratório **Dra. Adriana Cláudia Lapria Faria**, pelo suporte técnico, seriedade, profissionalismo e disponibilidade ao me receber.

Ao Laboratório de Pesquisa em Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP-USP), em especial a **Profa. Dra. Regina Guenka Palma Dibb** e a especialista de laboratório **Dra. Juliana Faraoni**, pela utilização do Microscópio Confocal a Laser (Processo FAPESP 2011/12901-7).

Ao químico **Lourivaldo dos Santos Pereira** do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (USP/FFCLRP) pelo auxílio técnico na difractometria de raios-X.

Ao técnico **Rodrigo Silva** do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (USP/FFCLRP) pelo auxílio técnico na microscopia eletrônica de varredura.

À **CAPES-PROSUP** pelo apoio financeiro concedido durante o Mestrado.

“Ontem passado.

Amanhã futuro.

Hoje agora.

Ontem foi.

Amanhã será.

Hoje é.

Ontem experiência adquirida.

Amanhã lutas novas.

Hoje, porém, é a nossa hora de fazer e de construir.”

**(Francisco Candido Xavier)**

## RESUMO

As características superficiais dos materiais cerâmicos desempenham importante papel em seu comportamento mecânico e podem ser alteradas em função da exposição do material no ambiente oral. Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a caracterização de superfície e resistência à fratura de materiais cerâmicos CAD/CAM (leucita, dissilicato de lítio, silicato de lítio, zircônia convencional e zircônia monolítica) submetidos a envelhecimento térmico artificial. Foram avaliados 5 grupos (n = 15) representados por diferentes materiais cerâmicos (GL: leucita, GD: dissilicato de lítio, GS: silicato de lítio reforçado com zircônia, GZC: zircônia convencional e GZM: zircônia monolítica). Após a secção dos blocos cerâmicos, as amostras apresentaram dimensões de 2,0 mm de espessura × 4,0 mm de largura × 16,0 mm de comprimento. Análise em microscópico confocal a laser e difratometria de raios-X foram realizadas, antes e após envelhecimento térmico, visando a caracterização de superfície dos materiais. O envelhecimento térmico artificial foi realizado em autoclave, à temperatura de 134°C, sob pressão de 2 bars por 5 horas. Ensaio de resistência à flexão foi mensurado após envelhecimento térmico. A superfície fraturada de cada amostra foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os efeitos do envelhecimento térmico sobre a rugosidade de superfície das cerâmicas foram avaliados utilizando modelo linear de efeitos mistos e teste de Bonferroni ( $p < 0,05$ ). Os dados da resistência à flexão foram submetidos a ANOVA a um fator e teste de Bonferroni ( $p < 0,05$ ). Previamente ao envelhecimento térmico, os grupos GL, GD, GS apresentaram os menores valores de rugosidade de superfície (1,64  $\mu\text{m}$ , 1,70  $\mu\text{m}$ , 1,68  $\mu\text{m}$ , respectivamente), GZC valores intermediários (2,23  $\mu\text{m}$ ) e GZM os maiores valores (3,30  $\mu\text{m}$ ) ( $p \leq 0,05$ ). O envelhecimento térmico artificial promoveu o aumento da rugosidade apenas para GZC (2,23  $\mu\text{m}$  antes do envelhecimento e 3,02  $\mu\text{m}$  após o envelhecimento) ( $p \leq 0,05$ ). O DRX mostrou que a composição de todos os materiais cerâmicos estudados foi afetada pelo envelhecimento térmico, exceto para GL. As zircônias apresentaram os maiores valores para resistência à flexão (GZC = 1044,50 MPa e GZM = 1248,15 MPa), enquanto GL apresentou o menor valor (183,40 MPa) ( $p \leq 0,05$ ). Na análise fractográfica dos fragmentos cerâmicos obtidos após ensaio de resistência à flexão, observou-se diferença no padrão de fratura entre os materiais estudados. Concluiu-se que o envelhecimento térmico influenciou na rugosidade de superfície da zircônia convencional e na composição dos materiais cerâmicos. As cerâmicas vítreas sugeriram maior fragilidade em relação às zircônias.

**Palavras-chave:** Cerâmica. Envelhecimento. Propriedades de superfície. Microscopia confocal de varredura laser.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	10
<b>2 PROPOSIÇÃO</b> .....	14
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	15
3. 1 DELINEAMENTO DO ESTUDO.....	15
3. 2 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	16
3. 3 CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE EM MICROSCÓPIO CONFOCAL A LASER.....	19
3. 4 AVALIAÇÃO DAS FASES DAS CERÂMICAS POR DRX.....	20
3. 5 ENSAIO DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO.....	20
3. 6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE 3 PONTOS.....	20
3. 7 ANÁLISE DE FALHAS.....	21
3. 8 ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	21
<b>4 RESULTADOS</b> .....	23
4. 1 AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE EM MICROSCÓPIO CONFOCAL A LASER.....	23
4. 2 AVALIAÇÃO DA MORFOLOGIA DE SUPERFÍCIE EM MICROSCÓPIO CONFOCAL A LASER.....	23
4. 3 AVALIAÇÃO DAS FASES DAS CERÂMICAS POR DRX.....	26
4. 4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE 3 PONTOS.....	31
4. 5 FRACTOGRAFIA.....	31
<b>5 DISCUSSÃO</b> .....	36
<b>6 CONCLUSÕES</b> .....	40
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	41

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos materiais cerâmicos para a reabilitação oral, tanto sobre estrutura dental remanescente como sobre implantes, tornou possível atingir resultados estéticos satisfatórios não contemplados pelos materiais metálicos, principalmente na região anterior, uma vez que as cerâmicas permitem maior semelhança com o dente natural.

As cerâmicas odontológicas são compostas por elementos metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, sódio, lantânio, estanho, titânio e zircônio) e não metálicos (silício, boro, flúor e oxigênio) e caracterizadas por duas fases: uma fase cristalina envolvida por uma fase vítrea. Os materiais cerâmicos apresentam excelentes propriedades como estética, baixa densidade, dureza elevada, inércia química, boa resistência ao desgaste, estabilidade de cor e baixo acúmulo de placa (DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004). No entanto, por serem um material friável, são frágeis e apresentam baixa resistência mecânica, o que as torna susceptíveis a ocorrência de trincas e fraturas durante sua utilização (ABOUSHELIB; WANG, 2010). Conseqüentemente, tais características podem levar à necessidade de substituição precoce do elemento restaurado comprometendo seu desempenho clínico.

Com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas das cerâmicas vítreas feldspáticas, partículas de preenchimento foram adicionadas à sua composição (KELLY; BENETTI, 2011), sendo que a primeira cerâmica contendo uma fase vítrea associada a uma fase cristalina foi denominada de leucita (GIORDANO, 2000). A leucita apresenta maior coeficiente de expansão/contração térmica e condicionamento seletivo da superfície, criando uma boa ligação micromecânica quando comparada às cerâmicas feldspáticas (KELLY; BENETTI, 2011).

Outros sistemas cerâmicos vítreos também têm sido propostos com a finalidade de melhorar ainda mais as propriedades mecânicas das cerâmicas feldspáticas, como o dissilicato de lítio. Previamente à sua conversão térmica, esta cerâmica se apresenta como um material vítreo amorfo. Posteriormente ao processo de cristalização, é considerado como um material cristalino, composto aproximadamente por 70% de dissilicato de lítio em fase ortorrômbica ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), o que lhe garante biocompatibilidade e melhores propriedades mecânicas quando comparado às cerâmicas feldspáticas (MA et al., 2013). No entanto, sua principal indicação é para a reabilitação de dentes anteriores (SILVA et al., 2011; WENDLER et al., 2017). Outra importante característica do dissilicato de lítio é a elevada translucência, garantindo aparência estética satisfatória (RAPTIS, MICHALAKIS; HIRAYAMA, 2006; JIRAJARIYAVEJ; WANAPIROM; ANUNMANA, 2017; SKYLLOURIOTIS, YAMAMOTO; NATHANSON, 2017).

Recentemente, uma nova cerâmica vítrea à base de silicato de lítio reforçado com dióxido de zircônio tem sido indicada para restaurações unitárias nas regiões anterior e

posterior. De acordo com o fabricante, o material é composto por metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) reforçado com aproximadamente 10% de dióxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) que, após o processo de cristalização, leva à formação de microestrutura de grãos finos ( $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-SiO}_2$ ) e homogêneos. As partículas de zircônia incorporadas à cerâmica garantem reforço para a estrutura do material, diminuindo assim a ocorrência de trincas, uma vez que favorece suas propriedades mecânicas (VITA SUPRINITY®, Technical and scientific documentation, 2014). Porém, a literatura ainda permanece escassa e controversa quanto aos resultados dos testes mecânicos que envolvem este material (LAWSON et al., 2017; WENDLER et al., 2017).

Na incessante busca em favor das propriedades mecânicas das cerâmicas, diversas zircônias policristalinas foram desenvolvidas para as aplicações dentais, sendo que a zircônia tetragonal policristalina (“TZP”) é a mais utilizada. A zircônia na temperatura ambiente apresenta uma estrutura cristalina monoclinica estável até  $1.170^\circ\text{C}$  e, entre esta temperatura até  $2.370^\circ\text{C}$ , apresenta uma fase tetragonal. Acima de  $2.370^\circ\text{C}$  a TZP apresenta uma fase cúbica permanecendo estável até que atinja o seu ponto de fusão. Quando do processo inverso, o resfriamento da zircônia a partir de altas temperaturas faz com que haja alterações em sua estrutura, sendo que a transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica (t-m) ocorre por volta de  $950^\circ\text{C}$  (SHAHMIRI et al., 2017).

A transformação t-m resulta em uma expansão volumétrica da matriz densa que varia de 3 a 5%, que impõe tensões compressivas gerando microtrincas e comprometimento das propriedades mecânicas (SHAHMIRI et al., 2017). A fim de evitar a indução de tensões durante a transformação t-m e prevenir a propagação de trincas, óxidos estabilizantes tais como  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ou  $\text{CeO}_2$  são adicionados na composição da zircônia para a formação de diversos materiais policristalinos, como a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) (ARDLIN, 2002; DENRY; KELLY, 2008; SUNDH; SJOGGREN, 2008; PASSOS et al., 2014 (a); PASSOS et al., 2014 (b); SHAHMIRI et al., 2017).

A Y-TZP exhibe adequadas características biomecânicas, como tenacidade à fratura, resistência à flexão e biocompatibilidade, permitindo seu uso em restaurações mais extensas (MANICONE et al., 2007; DENRY; KELLY, 2008; MIYAZAKI et al., 2013; WENDLER et al., 2017). Por outro lado, as características ópticas do material são comprometidas uma vez que as cerâmicas policristalinas não apresentam fase vítrea (SHAHMIRI et al., 2017). Adicionalmente, o surgimento de trincas e/ou delaminação da cerâmica de cobertura tem sido um dos principais problemas associados às restaurações de zircônia em duas camadas (ANUSAVICE, 2012; GHERLONE et al., 2014; FERRARI et al., 2015 (a); FERRARI et al., 2015 (b); GUMUS; POLAT; YILDIRIM, 2017). Diversos são os fatores que podem afetar a adequada adesão entre a zircônia e cerâmica de cobertura, como as diferentes ligações químicas, propriedades de molhabilidade e, principalmente, o grau de tensão residual gerada

em função do desajuste do coeficiente de expansão térmica existente entre estes materiais (FISCHER et al., 2008; THOMPSON et al., 2011; FLINN et al., 2017).

Assim, objetivando favorecer as propriedades ópticas da zircônia e eliminar o processo de delaminação da porcelana de cobertura foi desenvolvida a zircônia monolítica, que tem sido cada vez mais utilizada na Odontologia reabilitadora, por permitir a obtenção de coroas totalmente confeccionadas em zircônia em única camada. Estudos *in vitro* têm mostrado elevada resistência à fratura e simplicidade de fabricação das coroas em zircônia monolítica em relação à zircônia convencional (DENRY; KELLY, 2014; SULAIMAN et al., 2016; LOHBAUER; REICH, 2017; ZHANG et al., 2017). Por outro lado, a obtenção de restaurações em zircônia monolítica com propriedades desejáveis em relação à translucidez e à resistência ainda não está totalmente elucidada na literatura (ZHANG et al., 2013; SHAHMIRI et al., 2017).

As zircônias policristalinas quando submetidas à tensão, calor e/ou umidade podem sofrer transformação de fase, da fase zircônia tetragonal estável para a fase monoclinica, resultando no comprometimento de suas propriedades mecânicas devido ao desenvolvimento e propagação de trincas microscópicas (LUCAS et al., 2015). A presença de umidade e baixa temperatura podem desencadear transformação de fase espontânea na microestrutura da Y-TZP. A expansão volumétrica do cristal pode resultar em trincas e micro-trincas na superfície do material, que permitem que a água penetre em seu interior, levando a transformação de fase adicional e degradação das propriedades mecânicas, denominada de degradação de baixa temperatura (DBT) (CHEVALIER; GREMILLARD, 2009; BORBA et al., 2016).

A cerâmica também é suscetível a outro fenômeno de degradação denominado crescimento de trinca subcrítico (CTS), caracterizado pelo crescimento da trinca induzida por tensões até atingir um tamanho crítico, levando a falhas catastróficas (BORBA et al., 2016). O CTS é influenciado pela condição de carregamento, pH, variações de temperatura, composição da solução de imersão e, para Y-TZP, tamanho de grãos e concentração de ítria (CHEVALIER; OLAGNON; FANTOZZI, 1999; CHEVALIER et al., 2004). Portanto, para produzir dados clinicamente relevantes, os testes laboratoriais devem considerar a configuração (multi-camada ou camada única) da prótese totalmente cerâmica e o processo de fadiga associado ao carregamento cíclico e variações de temperatura, sendo que os métodos de envelhecimento podem envolver o carregamento cíclico, ciclagem térmica, armazenamento em água destilada e autoclave (BORCHERS et al., 2010; COTES et al., 2014).

O aprimoramento da tecnologia *Computer-aided design / Computer-aided manufacturing* (Desenho Assistido por Computador / Manufatura Assistida por Computador - CAD/CAM) tem possibilitado o uso de blocos cerâmicos com maior resistência mecânica e melhor estética (BORBA et al., 2011; JIRAJARIYAVEJ; WANAAPIROM; ANUNMANA, 2017), uma vez que a maioria dos materiais é totalmente produzida em ambiente industrial

ideal, garantindo padrões de qualidade pouco alcançados em condições laboratoriais / clínicas (BELLI et al., 2017). Este conceito permite a produção de cerâmicas vítreas, como o dissilicato de lítio e silicato de lítio que são oferecidas em uma fase meta-sinterizada para facilitar a usinagem da peça bem como cerâmicas policristalinas sinterizadas de alta resistência, como o dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) (BELLI et al., 2017).

O uso de blocos cerâmicos pré-fabricados associados à tecnologia CAD/CAM apresenta-se como boa alternativa para redução do tempo de trabalho, reduzindo as etapas laboratoriais, além de minimizar defeitos e imperfeições internas resultantes de outros métodos de fabricação, melhorando a confiabilidade e proporcionando controle de qualidade na obtenção das peças protéticas (BORBA et al., 2011; SCHMITTER; MUELLER; RUES, 2012; VAN NOORT, 2012).

Diante da escassez de estudos em relação aos novos materiais cerâmicos vítreos compostos por silicato de lítio reforçado por zircônia e zircônia monolítica e, tendo em vista que as características superficiais desempenham importante papel em seu comportamento mecânico e podem ser alteradas em função da exposição do material ao ambiente oral (BORBA et al., 2016), torna-se importante avaliar a caracterização de superfície e resistência à fratura de materiais cerâmicos CAD/CAM submetidos a envelhecimento térmico artificial.

## 2. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a caracterização de superfície e resistência à fratura de materiais cerâmicos CAD/CAM (leucita, dissilicato de lítio, silicato de lítio, zircônia convencional e zircônia monolítica) submetidos a envelhecimento térmico artificial.

Objetivos específicos

- 1- Analisar e comparar a morfologia e rugosidade de superfície dos materiais antes e após envelhecimento térmico por meio de microscopia confocal a laser.
- 2- Analisar e comparar a composição dos materiais antes e após envelhecimento térmico por meio de difratometria de raios-X (DRX).
- 3- Analisar e comparar a resistência à fratura após envelhecimento térmico por meio de ensaio de flexão de 3 pontos.
- 4- Analisar e comparar qualitativamente os padrões de falha dos materiais após ensaio de resistência à fratura baseados em princípios de fractografia por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

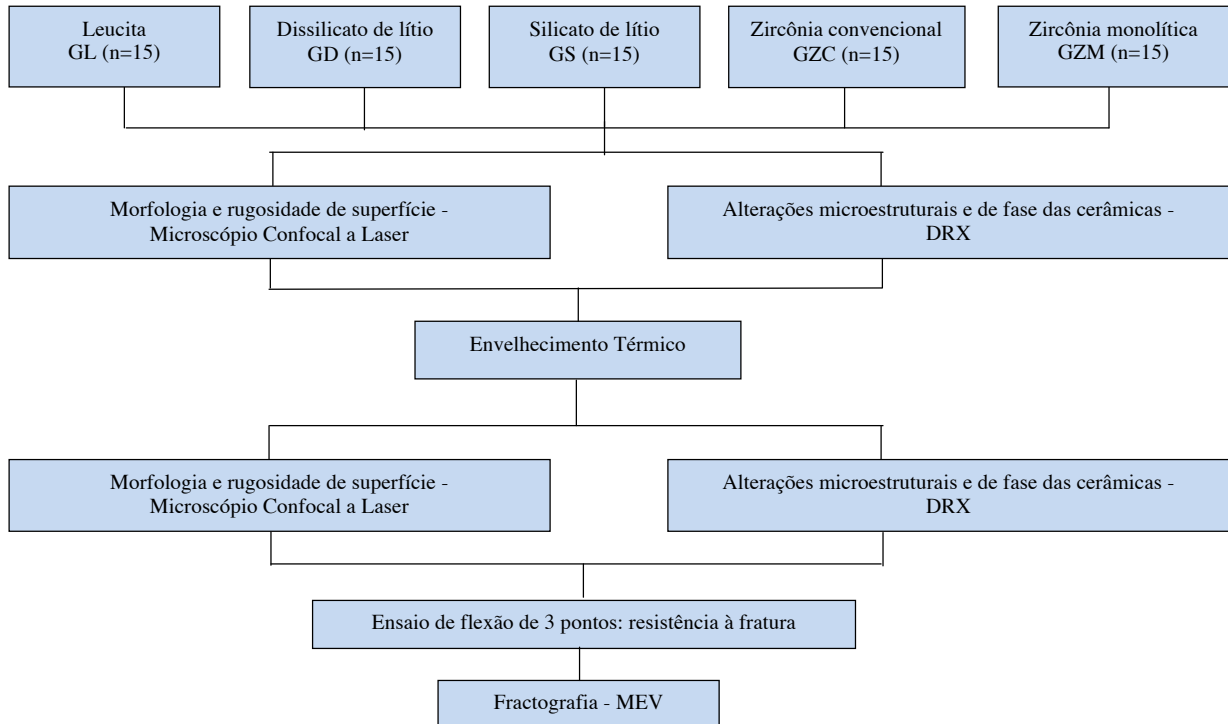
#### 3.1 Delineamento do estudo

Neste estudo o fator de variação foi o material cerâmico (leucita, dissilicato de lítio, silicato de lítio, zircônia convencional e zircônia monolítica) totalizando 5 grupos de estudo (Tabela I). A amostra do experimento foi composta por 75 espécimes ( $n = 15$ ). As variáveis de resposta foram morfologia e rugosidade de superfície ( $\mu\text{m}$ ) e alterações microestruturais e de fase (DRX) antes e após envelhecimento térmico, e resistência à flexão (N) e análise da fratura por microscópio eletrônico de varredura (MEV) após envelhecimento térmico (Figura 1).

Tabela I. Materiais cerâmicos, composição e fabricante utilizados no estudo

Grupo	Material	Composição	Fabricante
GL	IPS Empress CAD (cerâmica vítrea à base de leucita)	Componentes: $\text{SiO}_2$ Conteúdo adicional: $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , e outros óxidos.	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
GD	IPS e.max CAD Blocks (Dissilicato de lítio)	Componentes: $\text{SiO}_2$ Conteúdo adicional: $\text{Li}_2\text{O}$ , $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{MgO}$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ e outros óxidos.	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
GS	Vita Suprinity PC (Silicato de lítio reforçado com óxido de zircônio)	$\text{ZrO}_2$ : 8 – 12% $\text{SiO}_2$ : 56 – 64% $\text{Li}_2\text{O}$ : 15 – 21% $\text{La}_2\text{O}_3$ : 0,1% Pigmentos: < 10% Outros óxidos: > 10%	VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co.KG, Bad Säckingen, Alemanha
GZC	InCoris ZI Blocks (Zircônia convencional)	$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 \geq 99\%$ , $\text{Y}_2\text{O}_3 > 4,5 - \leq 6,0\%$ , $\text{HfO}_2 \leq 5\%$ , $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 0,04\%$ , outros óxidos $\leq 1,1\%$	Sirona Dental Systems, GmbH, Alemanha
GZM	ZirkOM SI (Zircônia monolítica)	$\text{ZrO}_2 - 94,39\%$ $\text{Y}_2\text{O}_3 - 5,30\%$ Outros óxidos – 0,31%	OdontoMega import, Ribeirão Preto, SP, Brasil

Figura 1. Diagrama esquemático do delineamento experimental



Fonte: Autor.

### 3.2 Obtenção dos corpos de prova

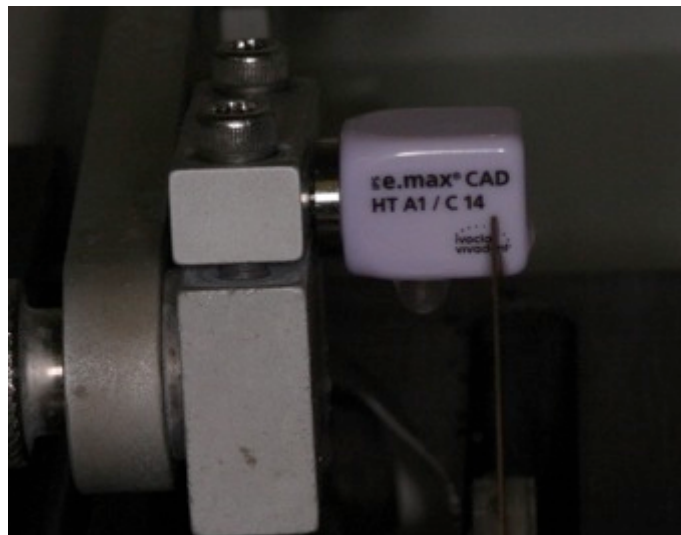
Todos os corpos de prova foram obtidos de acordo com as recomendações dos fabricantes e preparados de acordo com o padrão ISO 6872:2008. Blocos de cada sistema cerâmico (Tabela I) (Figuras 2) foram seccionados com o auxílio de disco diamantado (15LC, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) em baixa velocidade utilizando cortadeira de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 3) a fim de obter 15 barras de cada sistema cerâmico com dimensões finais de 2,0 mm de espessura  $\times$  4,0 mm de largura  $\times$  16,0 mm de comprimento. Para as barras confeccionadas em zircônia, as dimensões de corte foram de 2,5 mm de espessura  $\times$  5,0 mm de altura  $\times$  20,0 mm de comprimento, visto que o material sofre contração (aproximadamente 20%) durante o processo de sinterização.

Figura 2. Cerâmicas utilizadas no presente estudo



Fonte: Autor.

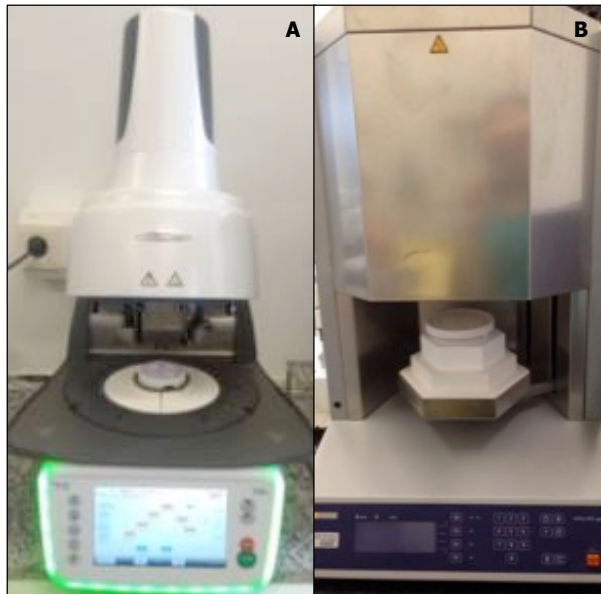
Figura 3. Secção de bloco cerâmico de dissilicato de lítio em cortadeira de precisão para confecção dos corpos de prova



Fonte: Autor.

Após a secção das barras, estas foram polidas utilizando lixas metalográficas de granulação 600 e 1200 SiC (3M, St. Paul, MN, EUA), limpas em cuba ultrassônica (Alpha 3L Plus, Ecel, Ribeirão Preto, SP, Brasil) em banho de álcool isopropílico por 10 min e submetidas ao processo de cristalização/sinterização, de acordo com a recomendação do fabricante para cada material cerâmico utilizando fornos específicos, sendo P500 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) para GL, GD e GS e o forno inFire HTC Speed (Sirona Dental Systems, GmbH, Alemanha) para as zircônias (GZC e GZM) (Figura 4).

Figura 4. Forno P500 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (A) e inFire HTC Speed (Sirona Dental Systems, GmbH, Alemanha) (B)



Fonte: Autor.

Os ciclos de cristalização/sinterização para GL, GD, GS e GZM estão descritos na Tabela II. Para o GZC (zircônia InCoris ZI Blocks, Sirona Dental Systems, GmbH, Alemanha) foi utilizado o ciclo pré-programado #5 do forno para a realização da sinterização, com duração total de 7h e 30min e temperatura de queima de 1580°C.

Tabela II. Parâmetros utilizados para cristalização/sinterização dos materiais

Parâmetros	GL	GD	GS	GZM
Temperatura inicial (°C)	403	403	400	ambiente
Tempo de fechamento (min)	4:00	6:00	4:00	-
Acréscimo de temperatura (°C/min) – $t_1$	60	90	55	20
Temperatura de queima (°C) – $T_1$	770	820	840	900
Tempo de manutenção (min) – $H_1$	2:00	0:10	8:00	10:00
Acréscimo de temperatura (°C/min) – $t_2$	-	30	-	10
Temperatura de queima (°C) – $T_2$	-	840	-	1530
Tempo de manutenção (min) – $H_2$	-	7:00	-	120:00
Vácuo 1: $1_1$ (°C) / $1_2$ (°C)	450	550/1022	410/839	-
Vácuo 1: $2_1$ (°C) / $2_2$ (°C)	769	820/1508	-	-
Resfriamento lento (°C) - L	-	700	680	500

Posteriormente aos processos de cristalização/sinterização, as barras foram polidas em politriz metalográfica (MetaServ 250, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com o auxílio de lixas metalográficas de granulação 600 e 1200 SiC (3M, St. Paul, MN, EUA). Posteriormente, foram imersas em álcool isopropílico e limpas por vibração ultrassônica (Alpha 3L Plus, Ecel, Ribeirão Preto, SP, Brasil) durante 10 minutos.

### 3.3 Caracterização de superfície em Microscópio Confocal a Laser

Análise em microscópio confocal a laser (LEXT OLS 4000, Olympus, Massachusetts, EUA) foi realizada nas amostras ( $n = 15$ ), após serem submetidas aos processos de sinterização/cristalização, antes e após envelhecimento térmico, visando avaliar a morfologia e rugosidade média de superfície ( $\mu\text{m}$ ). As amostras foram posicionadas no microscópio de modo que a superfície de teste ficasse paralela à superfície da lâmina. Foram obtidas imagens de cada amostra com objetiva de  $5\times$ , proporcionando aumento final de  $108\times$  o tamanho original da amostra. O microscópio utilizado foi acoplado a um software (OLS4000, Olympus, Massachusetts, EUA) que permitiu a mensuração da rugosidade superficial de forma linear e em áreas determinadas. A área central da amostra foi selecionada para a realização das mensurações de rugosidade linear, permitindo analisar a rugosidade média da superfície ( $R_a$ ) do material cerâmico, expressa como valor numérico ( $\mu\text{m}$ ). Cinco repetições foram realizadas para cada amostra. As mensurações foram conduzidas por um único examinador calibrado, independente e cego em relação aos grupos experimentais. Uma imagem representativa para cada grupo foi selecionada levando em consideração as semelhanças e padrões repetitivos.

### 3. 4 Avaliação das fases das cerâmicas por Difratoimetria de Raios-X (DRX)

Para caracterização microestrutural dos materiais e de fase da zircônia, uma amostra de cada grupo foi utilizada, antes e após envelhecimento térmico. As amostras foram levadas ao difratômetro de raios-X (D2 Phaser, Bruker, Karlsruhe, Alemanha) onde foram devidamente posicionadas para as leituras. Os escaneamentos das amostras possuíram as seguintes características: anodo de cobre com emissão  $K_{\alpha 1}$  (1,54060 Å), potência de 30 kV, corrente de 10 mA, faixa de varredura  $2\theta$  de  $10^{\circ}$  a  $80^{\circ}$ , passo angular de  $0,05^{\circ}$ , tempo por passo de 0,5 s, rotação da amostra de 7 rpm e detector LynxEye.

### 3. 5 Ensaio de envelhecimento térmico

As barras obtidas para cada grupo foram submetidas a envelhecimento acelerado em autoclave (Phoenix AB 25, São Carlos, SP, Brasil), à temperatura de  $134^{\circ}\text{C}$ , sob pressão de 2 bars por 5 horas (correspondente à 21 anos de utilização clínica à  $37^{\circ}\text{C}$ ) (CHEVALIER, 2006; BORBA et al., 2016). Cinco ciclos de 1 hora foram realizados para que se completasse o processo de envelhecimento.

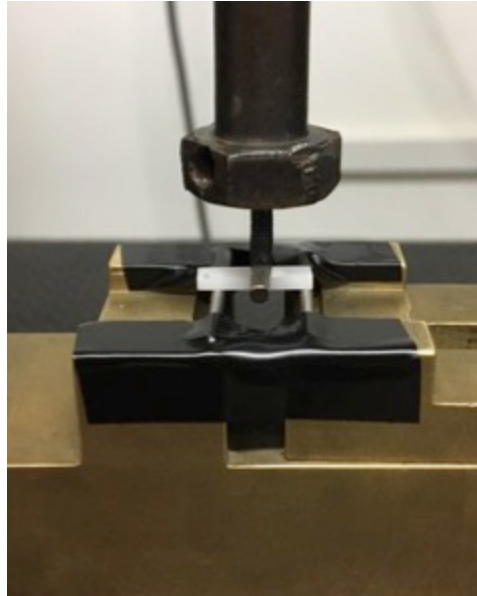
### 3. 6 Ensaio de resistência à flexão de 3 pontos

Para a realização do ensaio de resistência à flexão de 3 pontos utilizou-se máquina universal de ensaios (EMIC, Modelo DL 2000, Equipamentos e Sistemas de Ensaios Ltda, São José dos Pinhais, SP, Brasil). Os testes foram realizados com célula de carga de 500 Kgf e velocidade de deslocamento de 0,5 mm/min. As amostras foram apoiadas sobre 2 suportes cilíndricos com 2 mm de diâmetro e distância entre os apoios de 12 mm, sendo a carga aplicada em seu centro até a falha da amostra (Figura 5), sendo registrados os dados de força máxima de compressão (N). Posteriormente, os valores de resistência à flexão ( $\sigma_f$ ) foram calculados utilizando a seguinte equação (DELLA BONA et al., 2003; BORBA et al., 2011; BORBA et al., 2016):

$$\sigma_f = 3 PL / 2wt^2$$

Onde P é a carga de fratura (N), L é a extensão (12 mm), w é a largura da amostra (mm) e t é a espessura da amostra (mm).

Figura 5. Ensaio de resistência à flexão de 3 pontos realizado em máquina universal de ensaios



Fonte: Autor.

### 3.7 Análise de falhas

A superfície fraturada de cada amostra foi submetida ao processo de metalização (SCD 050, Bal-Tec, Fürstentum, Liechtenstein) com tempo de recobrimento com ouro por 120 segundos, sob 0,1 mbar de vácuo e, posteriormente, avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (EVO 50, Carl Zeiss, Cambridge, UK), contraste topográfico, vácuo de  $3 \times 10^{-5}$  Torr, a fim de determinar o modo de falha baseados na origem de fratura e princípios de fractografia.

Nas imagens fractográficas buscou-se identificar os eventos característicos de fratura, como: presença do ponto de origem da fratura, *hackles* (linhas sobre a superfície fraturada que percorrem em direção ao local da fratura), *twist hackle* (linhas sobre a superfície fraturada distantes do ponto de origem e resultantes da mudança abrupta da direção da fratura, devido ao carregamento de compressão), *arrest lines* (linhas definidas produzidas quando se tem a interrupção da fratura em um ponto e sua retomada muitas vezes em uma direção um pouco diferente), *compression curl* (linha curva produzida do lado oposto ao ponto de origem antes da fratura total do material) e direção de propagação da fratura (DPF).

### 3.8 Análise dos resultados

O teste estatístico de Kolmogorov-Smirnov para a normalidade e o teste de Levéne para homogeneidade revelaram distribuição normal para os dados ( $p < 0,05$ ). Os resultados da rugosidade de superfície foram analisados por meio do modelo linear de efeitos mistos e teste complementar de Bonferroni, com nível de significância de 5%. Para análise dos resultados de resistência à fratura foi realizada ANOVA a 1 fator e teste complementar de Bonferroni,

com nível de significância de 5%. Os resultados foram analisados estatisticamente com auxílio do software SPSS (SPSS 15.0, SPSS Inc., EUA).

## 4. RESULTADOS

### 4.1 Avaliação da rugosidade de superfície em microscópio confocal a laser

Os dados (média e desvio padrão) para a rugosidade de superfície ( $\mu\text{m}$ ) antes e após envelhecimento térmico estão presentes na tabela III. Com relação a influência do envelhecimento térmico, a análise estatística mostrou haver diferença significativa apenas para o GZC ( $p = 0,02$ ), nas comparações intragrupo (Tabela IV). Já nas comparações intergrupos, verificou-se diferença estatisticamente significativa entre o GZM e GL, GD e GS ( $p \leq 0,05$ ), tanto antes quanto após o envelhecimento térmico (Tabela V).

Tabela III. Valores da rugosidade de superfície ( $\mu\text{m}$ ) de cada material antes e após envelhecimento térmico

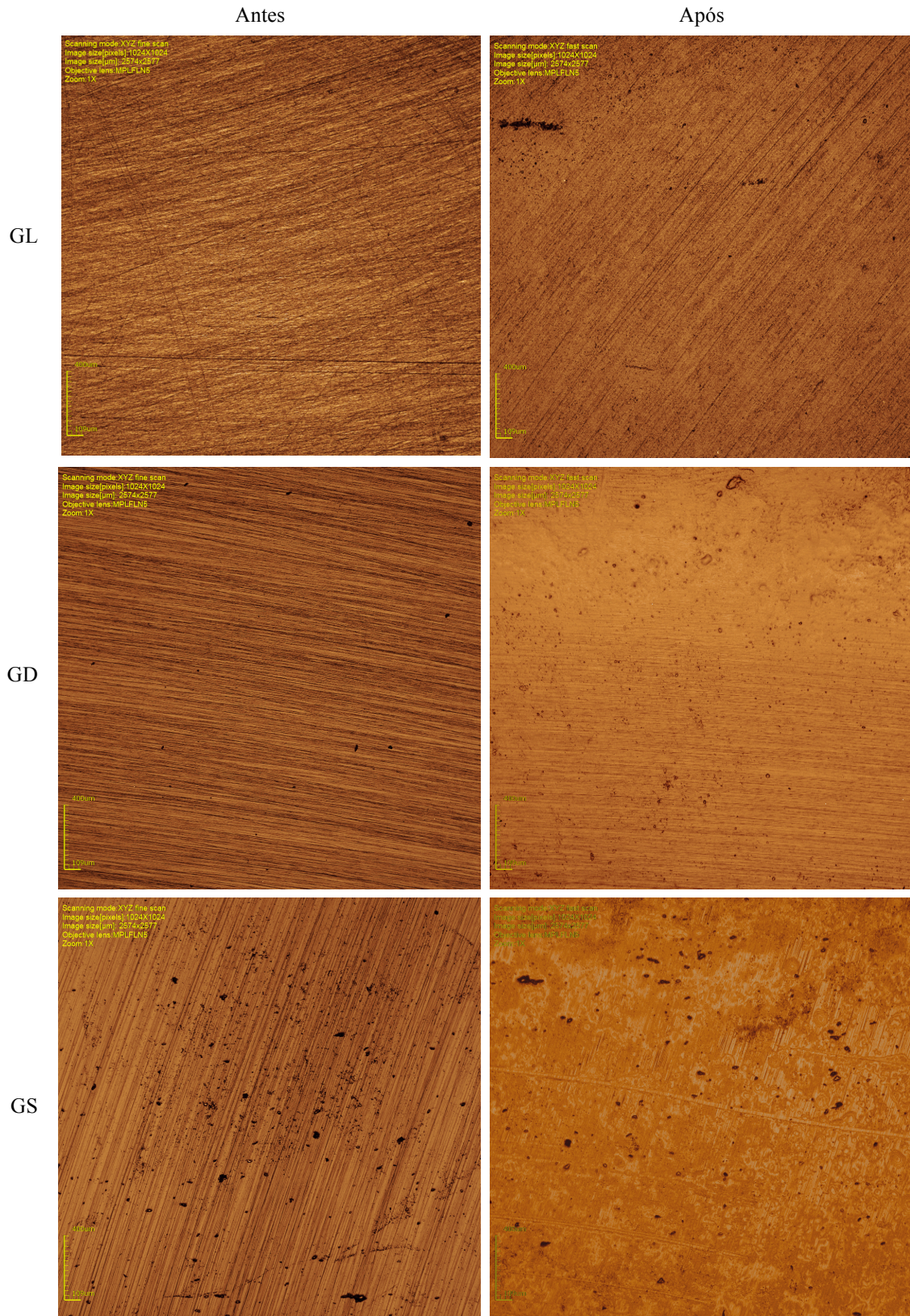
Grupos	Envelhecimento	
	Antes	Após
	Média (DP)	Média (DP)
<b>GL</b>	1,64 (1,16) <b>aA</b>	1,65 (0,83) <b>aA</b>
<b>GD</b>	1,70 (1,10) <b>aA</b>	1,41 (0,86) <b>aA</b>
<b>GS</b>	1,68 (0,80) <b>aA</b>	1,65 (0,85) <b>aA</b>
<b>GZC</b>	2,23 (0,86) <b>aAB</b>	3,02 (2,89) <b>bAB</b>
<b>GZM</b>	3,30 (0,95) <b>aB</b>	3,31 (0,96) <b>aB</b>

\*Letras minúsculas diferentes na mesma linha e letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ( $p \leq 0,05$ ).

### 4.2 Avaliação da morfologia de superfície em microscópio confocal a laser

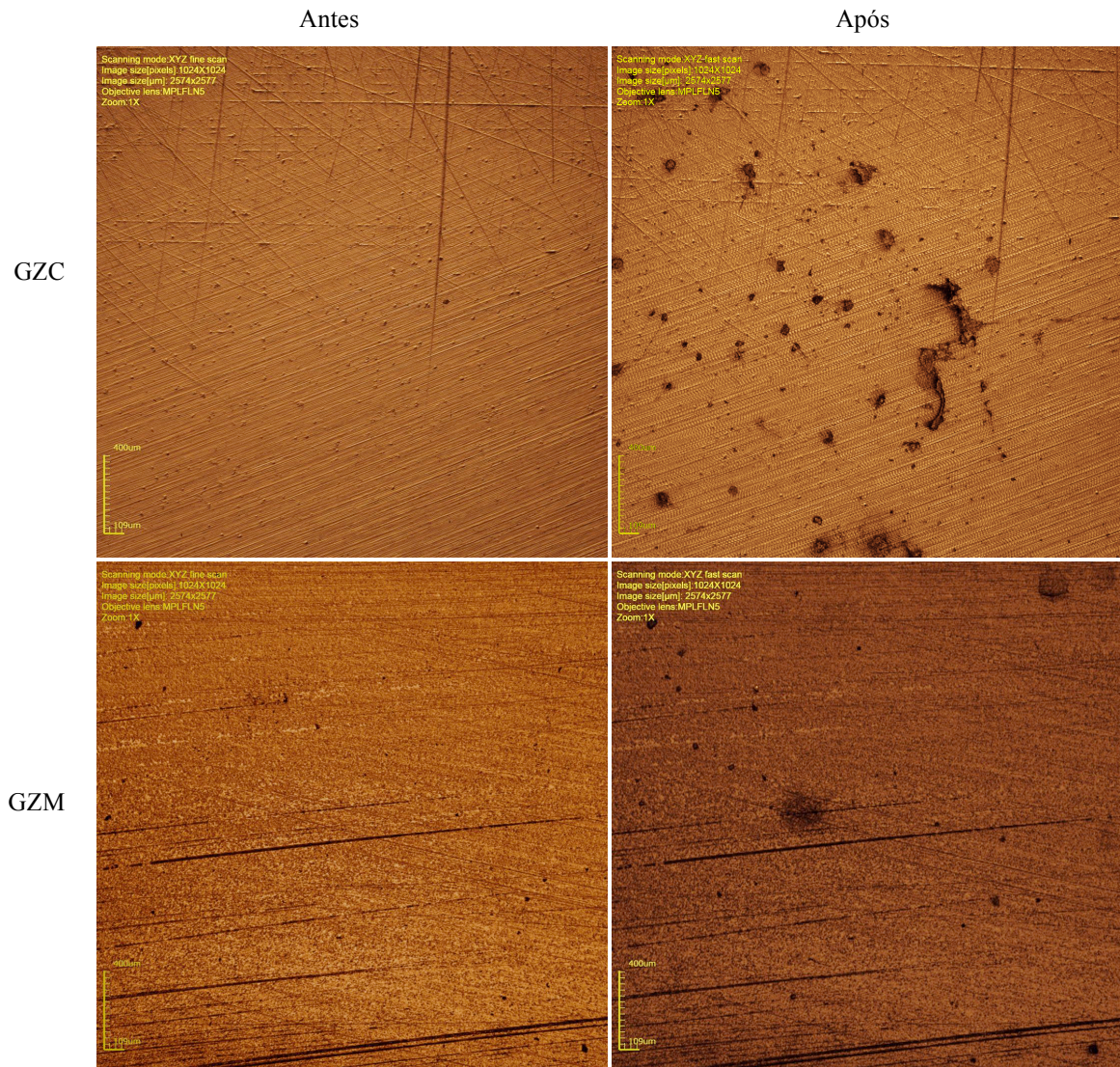
A análise qualitativa da morfologia de superfície mostrou superfície lisa e polida para todas as cerâmicas vítreas (GL, GD e GS), antes e após envelhecimento térmico. As cerâmicas policristalinas (GZC e GZM) também mostraram superfície lisa e polida antes do envelhecimento térmico. Porém, o GZC mostrou maior rugosidade de superfície após o envelhecimento térmico (Figuras 6 e 7).

Figura 6. Fotomicrografias, obtidas por meio de microscopia confocal a laser, evidenciando morfologia de superfície das cerâmicas vítreas antes e após envelhecimento térmico (5 ×)



Fonte: Autor.

Figura 7. Fotomicrografias, obtidas por meio de microscopia confocal a laser, evidenciando morfologia de superfície das cerâmicas policristalinas antes e após envelhecimento térmico (5 ×)

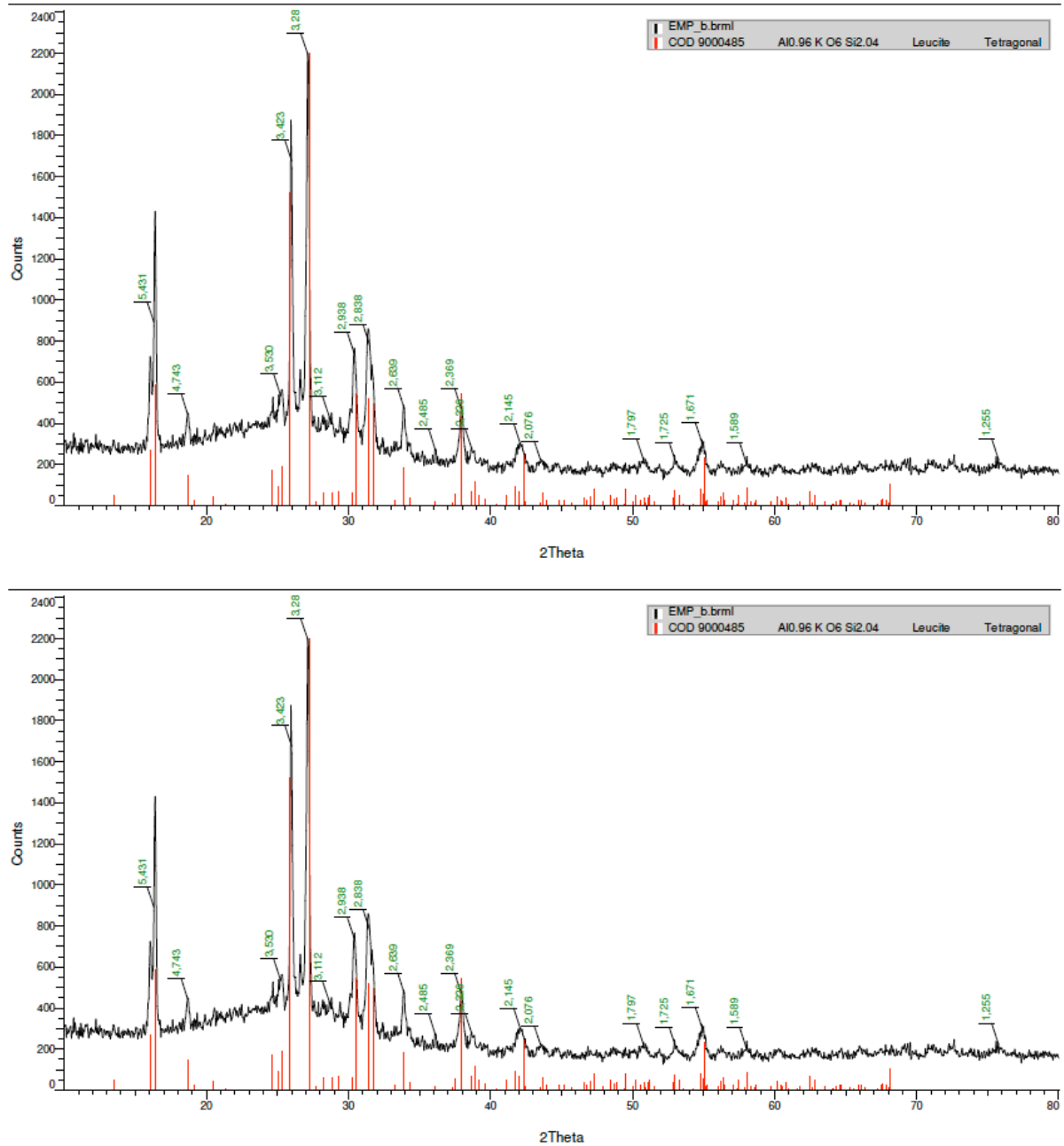


Fonte: Autor.

### 4.3 Avaliação das fases das cerâmicas por DRX

A análise da composição dos materiais por DRX mostrou para o GL picos relacionados à leucita [ $K(AlSi_2O_6)$ ], antes e após o envelhecimento térmico (Figura 8).

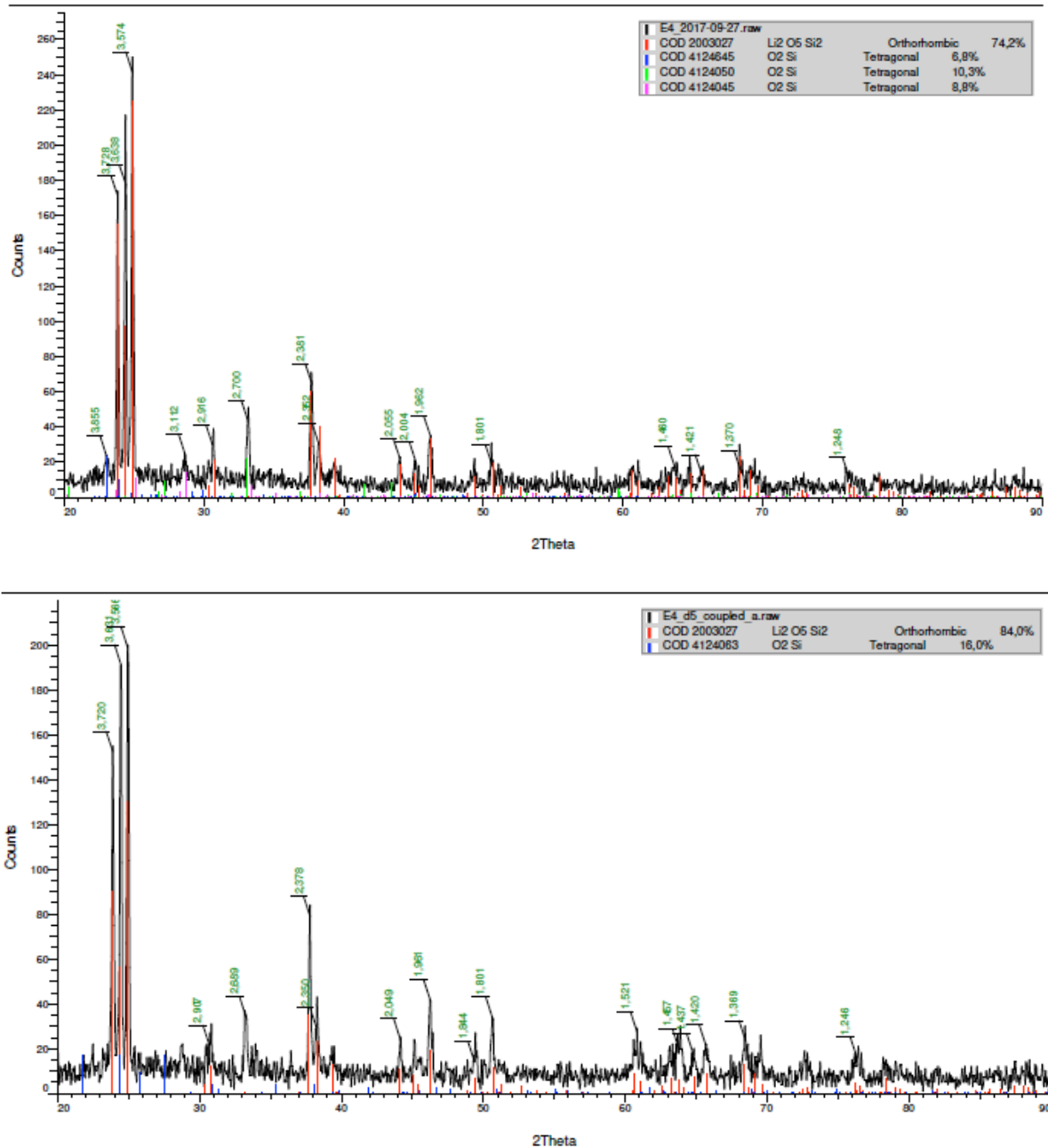
Figura 8. Difratograma da composição do GL, antes (A) e após (B) envelhecimento, por meio de DRX



Fonte: Autor.

Para o GD, antes do envelhecimento térmico, a DRX mostrou picos de cristalização relacionados à dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) e de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ). Após o envelhecimento térmico, ocorreu redução na intensidade da difração do  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  e do  $\text{SiO}_2$  (Figura 9) e alteração na frequência de picos de cristalização relacionados ao  $\text{SiO}_2$ .

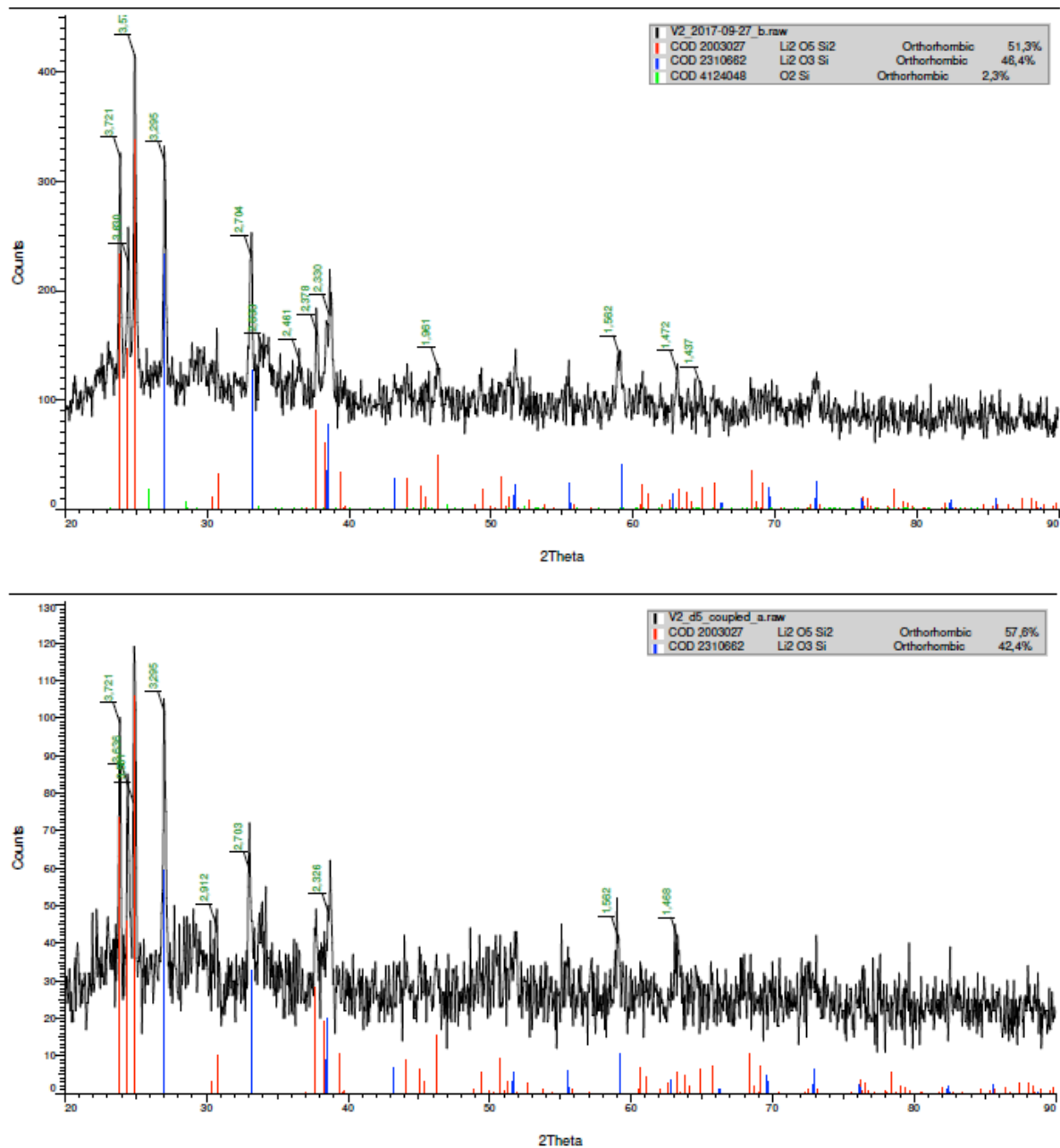
Figura 9. Difratoograma da composição do GD, antes (A) e após (B) envelhecimento, por meio de DRX



Fonte: Autor.

Para o GS, antes do envelhecimento térmico, a DRX mostrou picos de cristalização relacionados à  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ , metasilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) e  $\text{SiO}_2$ . Após o envelhecimento térmico, verificou-se redução na intensidade da difração do  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  e do  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$  e ausência de frequência de picos de cristalização relacionados ao  $\text{SiO}_2$ . Picos de dióxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) não foram identificados antes e após o envelhecimento térmico (Figura 10).

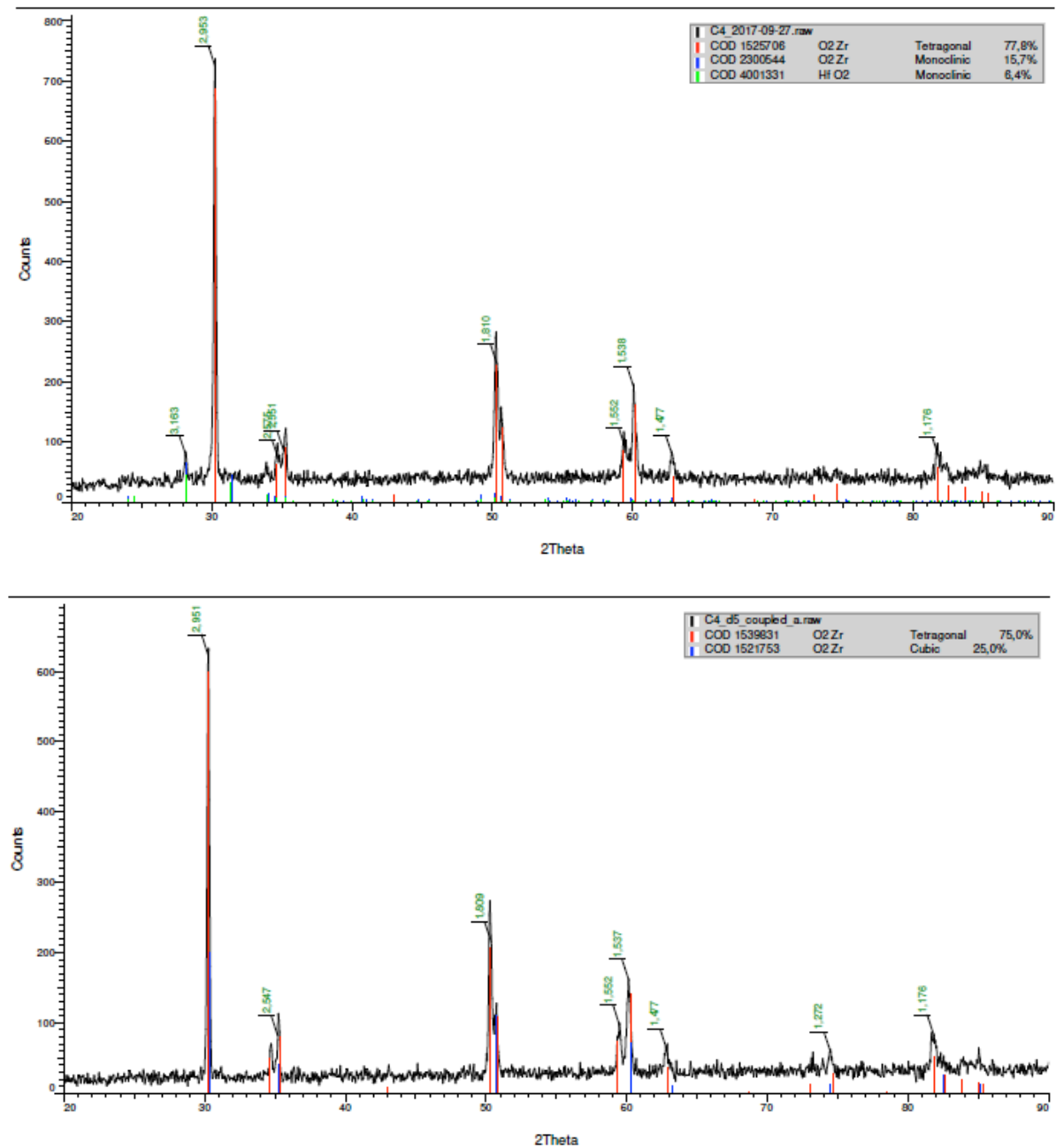
Figura 10. Difratoograma da composição do GS, antes (A) e após (B) envelhecimento, por meio de DRX



Fonte: Autor.

Na análise do GZC, antes do envelhecimento térmico, a DRX mostrou picos de sinterização relacionados à dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) na fase tetragonal e na fase monoclinica e ácido fluoroso ( $HfO_2$ ). Após o envelhecimento térmico, verificou-se redução na intensidade da difração do  $ZrO_2$  na fase tetragonal, ausência de picos de sinterização relacionados a  $ZrO_2$  na fase monoclinica e presença de picos de sinterização de  $ZrO_2$  na fase cúbica (Figura 11).

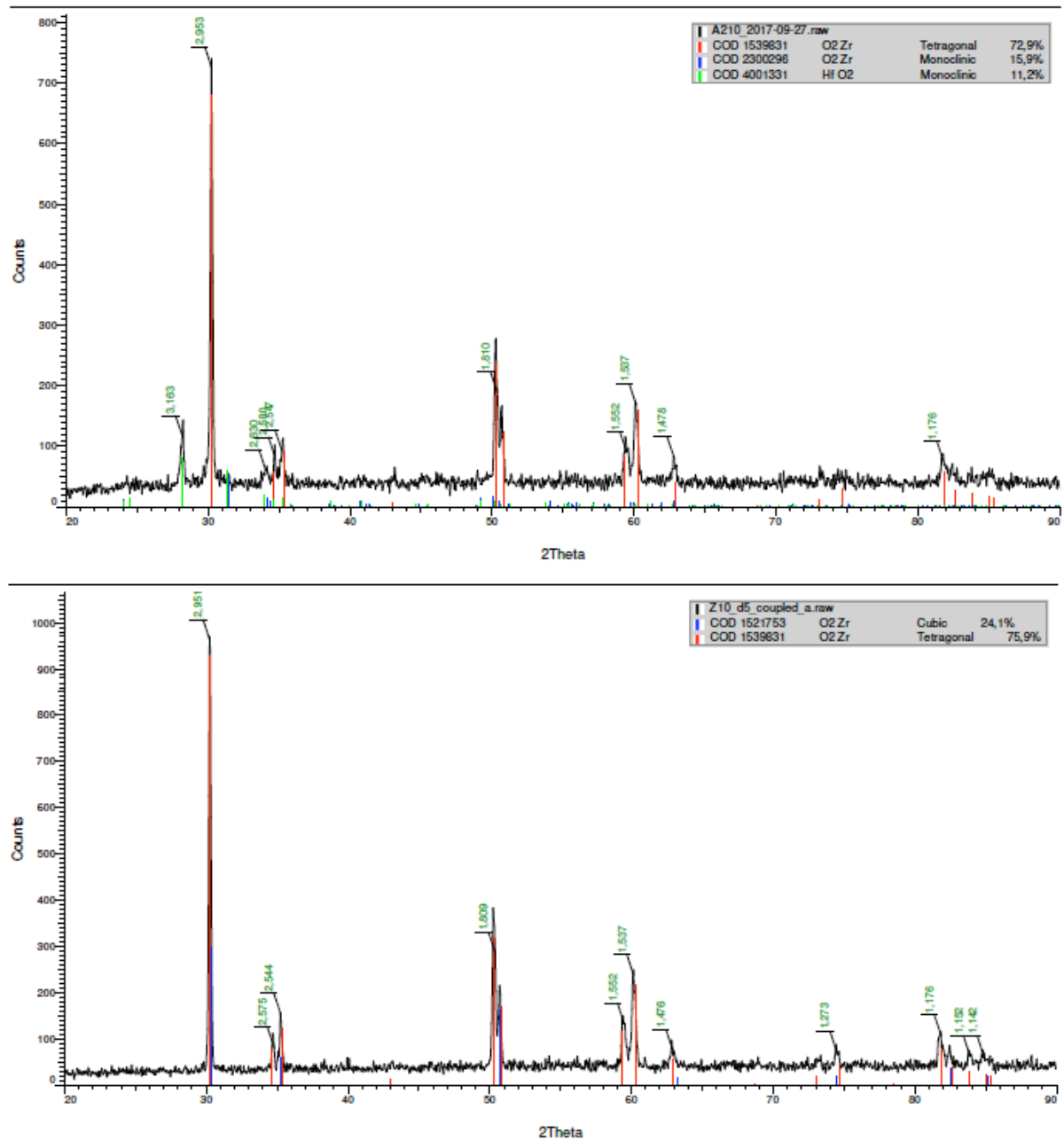
Figura 11. Difratograma da composição do GZC, antes (A) e após (B) envelhecimento, por meio de DRX



Fonte: Autor.

Na análise do GZM, antes do envelhecimento térmico, a DRX mostrou picos de sinterização relacionados à dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) na fase tetragonal e na fase monoclinica e ácido fluoroso ( $HfO_2$ ). Após o envelhecimento térmico, verificou-se aumento na intensidade da difração do  $ZrO_2$  na fase tetragonal, ausência de picos de sinterização relacionados a  $ZrO_2$  na fase monoclinica e presença de picos de sinterização de  $ZrO_2$  na fase cúbica (Figura 12).

Figura 12. Difratoograma da composição do GZM, antes (A) e após (B) envelhecimento, por meio de DRX



Fonte: Autor.

#### 4.4 Ensaio de resistência à flexão de 3 pontos

Os dados (média e desvio padrão) para a resistência à flexão de 3 pontos (MPa) estão presentes na tabela VI. ANOVA a 1 fator revelou haver diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p = 0.000$ ) (Tabela VII). GZC e GZM apresentaram os maiores valores, sendo estatisticamente semelhantes ( $p = 1.000$ ). O GL apresentou os menores valores de resistência à flexão, sendo estatisticamente diferente dos demais materiais ( $p = 0.00$ ).

Tabela VI: Valores da resistência à flexão (MPa)

Grupos	Média	Desvio Padrão
GL	183,40 A	23,30
GD	820,42 C	120,61
GS	334,42 B	55,20
GZC	1044,50 D	182,57
GZM	1248,15 D	289,97

\*Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ( $p \leq 0,05$ ).

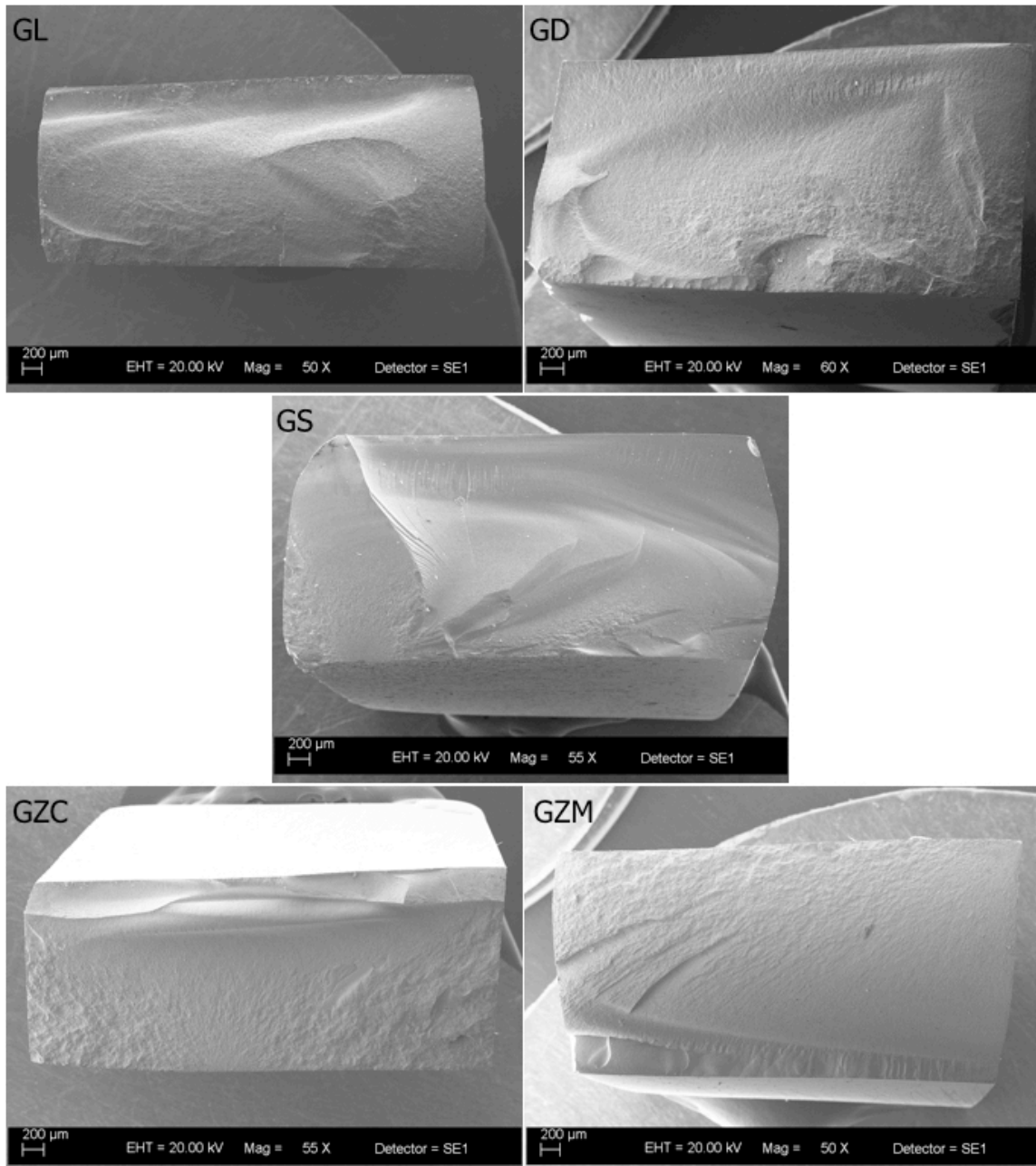
Tabela VII: ANOVA 1-fator para resistência à flexão de 3 pontos

	Soma dos quadrados	df	Quadrado médio	F	Sig.
Intergrupos	1,569E7	5	3138178,679	104,713	0,000
Intragrupos	2157801,697	72	29969,468		
Total	1,785E7	77			

#### 4.5 Fractografia

Na análise fractográfica dos fragmentos cerâmicos obtidos após ensaio de resistência à flexão, observou-se diferença no padrão de fratura entre os materiais estudados, sendo que os materiais à base de cerâmica vítrea (GL, GD e GS) apresentaram superfícies irregulares e lascadas, principalmente no GS, enquanto os materiais policristalinos (GZC e GZM) apresentaram superfícies rugosas, porém regulares (Figura 13).

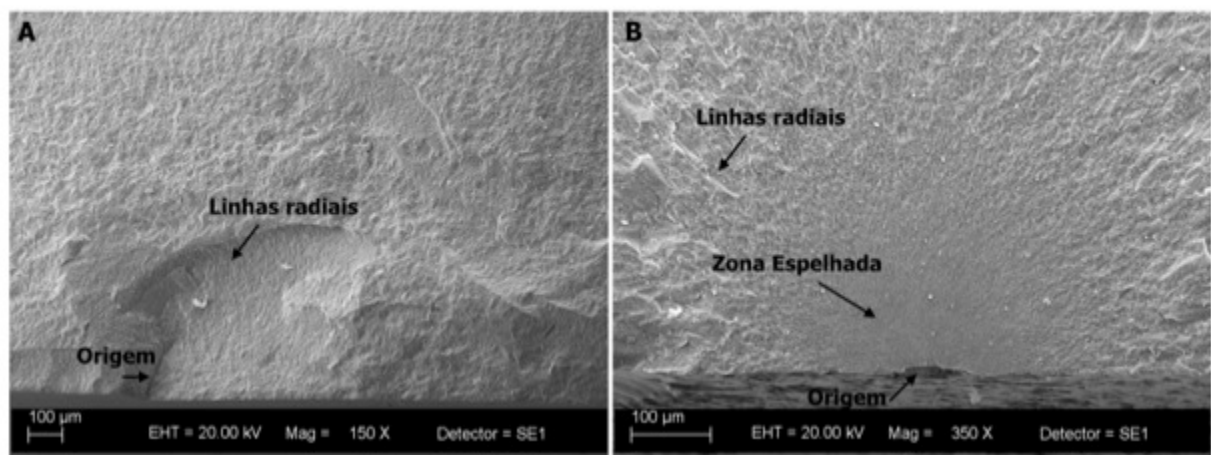
Figura 13. Fotomicrografias, obtidas por meio de MEV, evidenciando o padrão de fratura das cerâmicas estudadas após ensaio de resistência à flexão



Fonte: Autor.

Para o GL e GD, observou-se que a origem da fratura teve início a partir de trincas geradas durante o ensaio de resistência à flexão, observando-se zona de linhas radiais próximo ao ponto de início da fratura (Figura 14A). Já para o GS, GZC e GZM a origem se deu a partir de um ponto localizado na superfície sob carregamento durante o ensaio de resistência à flexão, podendo-se determinar zona espelhada (estágio inicial da propagação das fissuras, onde as fissuras são planas e lisas com formato circular) que se interceptam às linhas radiais (Figura 14B).

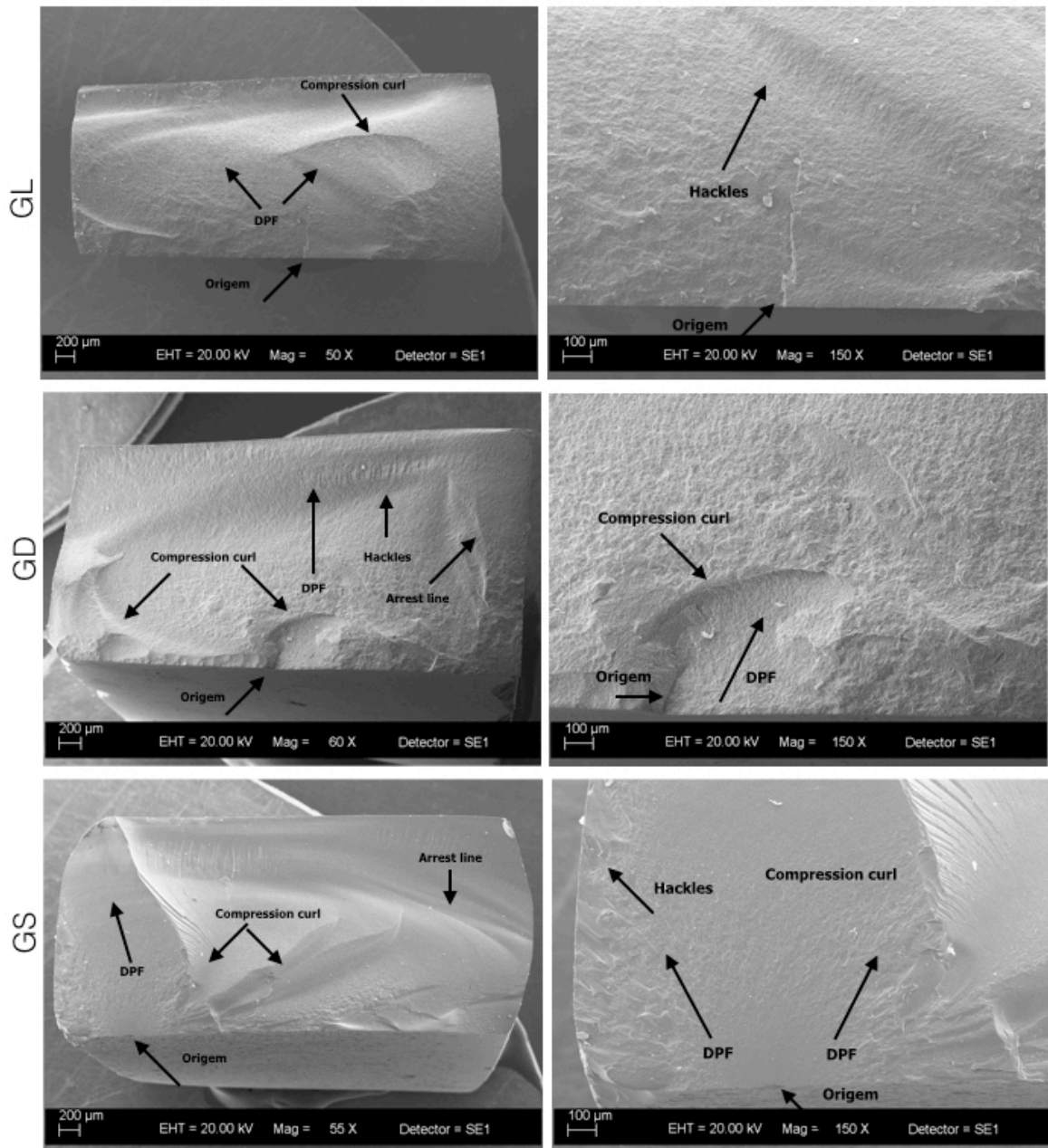
Figura 14. Fotomicrografias, obtidas por meio de MEV, evidenciando a origem de fratura das cerâmicas estudadas após ensaio de resistência à flexão: (A) cerâmica vítrea – aumento de 150 × e (B) cerâmica policristalina – aumento de 350 ×



Fonte: Autor.

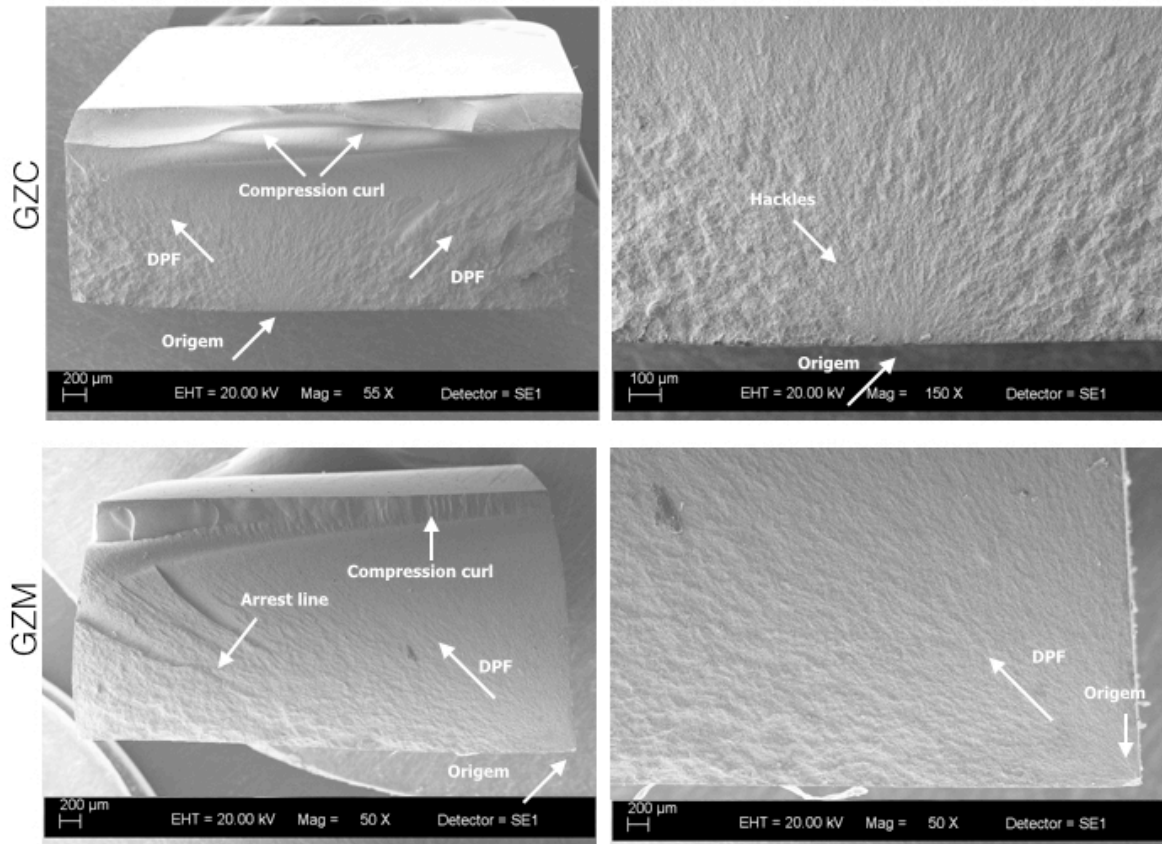
Nas fotomicrografias de todos os materiais estudados foi possível identificar eventos característicos de fratura, por meio da análise fractográfica, sendo que a incidência destes eventos foi diferente entre os materiais, apresentando, conseqüentemente, diferenças nos padrões de fratura (Figuras 15 e 16).

Figura 15. Fotomicrografias, obtidas por meio de MEV, evidenciando os eventos característicos de fratura nas cerâmicas vítreas



Fonte: Autor.

Figura 16. Fotomicrografias, obtidas por meio de MEV, evidenciando os eventos característicos de fratura nas cerâmicas policristalinas



Fonte: Autor.

## 5. DISCUSSÃO

As cerâmicas odontológicas apresentam resultados estéticos satisfatórios por permitirem semelhança ao elemento dental, sendo as vítreas aquelas que melhor reproduzem as propriedades ópticas (KELLY; BENETTI, 2011). Por outro lado, as cerâmicas são frágeis e susceptíveis à fratura durante sua utilização (ABOUSHELIB; WANG, 2010). Com o intuito de suprir esta fragilidade em relação às propriedades mecânicas, possibilitando a obtenção de reabilitações mais estéticas e com maior durabilidade clínica, diferentes materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos. Assim, o conhecimento das características superficiais associado à avaliação da resistência à fratura destes materiais são essenciais para prever antecipadamente a possibilidade de falha dos mesmos. Adicionalmente, objetivando simular condições intraorais, este estudo utilizou o envelhecimento térmico por autoclave ou também denominado de envelhecimento hidrotermal, que é considerado importante ferramenta para avaliar a degradação à baixa temperatura de materiais (BORBA et al., 2016), sendo dependente de temperatura, pressão, tempo e espessura da amostra (MUNÓZ et al., 2017).

Considerando a importância da caracterização de superfície dos materiais cerâmicos, verificou-se no presente estudo que os materiais cerâmicos vítreos (GL, GD e GS) apresentaram maior lisura, demonstrando menores valores de rugosidade de superfície, comparadas às cerâmicas policristalinas, que apresentaram maiores valores de rugosidade de superfície. A rugosidade de superfície pode ser influenciada pela densidade, porosidade e pela microestrutura da cerâmica (TANG et al., 2015). Desta forma, acredita-se que a microestrutura das diferentes cerâmicas avaliadas no presente estudo possa ter alterado a rugosidade de superfície dos materiais, pois as cerâmicas vítreas apresentam cristais mais homogêneos e limites mais suaves para a fase de vidro circundante, enquanto as zircônias não apresentam fase vítrea, sendo compostas apenas por estruturas de grãos policristalinos que são maiores (BELLI et al., 2017).

Com relação à influência do envelhecimento térmico, apenas a zircônia convencional (GZC) apresentou aumento significativo na rugosidade e alteração na morfologia de superfície. MILLEDING; KARLSSON (2003) relataram que a degradação de materiais cerâmicos é causada pelos ataques locais atribuíveis à presença de limites de grãos cristalinos, poros, fases e inclusões. Assim, acredita-se que tenha havido a degradação dos grãos cristalinos de ambos os materiais policristalinos, no entanto, como os grãos da zircônia convencional são maiores que da zircônia monolítica, a degradação pode ter ocorrido em maior proporção neste material e, conseqüentemente, levado ao aumento da rugosidade de superfície da zircônia convencional após o envelhecimento térmico. Adicionalmente, verificou-se neste estudo por meio de DRX, presença de fase cúbica em maior intensidade para a zircônia convencional quando comparada à zircônia monolítica, o que também pode ter contribuído para o aumento da rugosidade de superfície do material após o envelhecimento térmico, uma vez que a fase cúbica é composta por grãos cristalinos de maiores tamanhos (MUNÓZ et al., 2017).

A difratometria de raios-X é uma importante ferramenta para a caracterização da composição de vidros e cerâmicas. Esta análise produz os ângulos de difração de Bragg e as distâncias dos planos de rede em cristais, permitindo identificar estruturas cristalinas nos materiais (BELLI et al., 2017). Porém, a análise DRX apresenta algumas limitações, como a incapacidade de detectar frações transformadas menores que 5% e mudanças cristalinas a alguns micrômetros abaixo da superfície (DEVILLE et al., 2005). A composição da maioria dos materiais cerâmicos avaliados no presente estudo estão de acordo com estudos prévios (LUCAS et al., 2015; BELLI et al., 2017; MUNÓZ et al., 2017) e com a descrição dos fabricantes, exceto para o grupo GS, onde não foram identificados picos de dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) na matriz vítrea, provavelmente devido à baixa concentração e aos picos que, possivelmente, se sobrepuseram às fases de lítio (BELLI et al., 2017).

A composição superficial de todos os materiais cerâmicos avaliados no presente estudo foi afetada pelo envelhecimento térmico, exceto para o GL, que mostrou ausência de alteração em sua fase cristalina. Em relação às demais cerâmicas vítreas (GD e GS), verificou-se aumento da intensidade de  $Li_2SiO_3$  para o GS em relação ao GD, sugerindo aumento do crescimento e fração deste cristal por meio do tratamento térmico (BELLI et al., 2017). Redução dos picos, alteração da amplitude e intensidade das ondas de  $Li_2Si_2O_5$  também foi observado para o GS quando comparado ao GD, que pode ser explicado pela ausência de picos de  $SiO_2$  em sua composição após o envelhecimento gerando menor estabilidade deste material (BELLI et al., 2017).

A análise por DRX nos materiais cerâmicos policristalinos demonstrou a coexistência de fases tetragonal e cúbica e ausência de fase monoclinica após o envelhecimento térmico por autoclave, indicando que o tratamento térmico induziu a ocorrência de grãos cúbicos, corroborando com os achados de MUNÓZ et al. (2017). Assim, acredita-se que as duas zircônias avaliadas no presente estudo sejam uma zircônia tetragonal-cúbica híbrida, pois quando os grãos cúbicos coexistem com grãos tetragonais, a degradação à baixa temperatura é acelerada à medida que os grãos cúbicos atraem a ítria de grãos tetragonais vizinhos, afetando sua metaestabilidade (CHEVALIER et al., 2004; MUNÓZ et al., 2017).

Com o intuito de avaliar a resistência mecânica de materiais cerâmicos, ensaios de flexão são utilizados para mensuração da resistência à fratura do material sob uma determinada carga (RITTER, 1995). Importante ressaltar que no presente estudo, a resistência à fratura foi avaliada somente após envelhecimento térmico, o que pode ser considerado um fator limitante. É relatado que o efeito do envelhecimento em autoclave nas propriedades mecânicas da cerâmica dental depende da composição da cerâmica (INOKOSHI et al., 2015; SIARAMPI et al., 2014), tratamento de superfície (INOKOSHI et al., 2015) e protocolo de envelhecimento (BORBA et al., 2016). Em estudo prévio realizado por SIARAMPI et al. (2014), utilizando protocolo de envelhecimento similar ao do presente estudo (134°C, 2 bars, 5 h), verificou-se ligeiro aumento na resistência à flexão para a zircônia após o

envelhecimento e, apenas após 10 h de envelhecimento em autoclave, verificou-se redução significativa na força de fratura. Por outro lado, COTES et al. (2014) e WILLE et al. (2018) não observaram influência estatisticamente significativa de diversos tempos de envelhecimento em autoclave sobre a resistência à flexão de diversos materiais cerâmicos, embora tenha sido verificada diferenças na proporção de transformação de fase entre os materiais.

O presente estudo mostrou que a composição dos diferentes materiais teve influência em sua resistência flexural, sendo que as cerâmicas vítreas apresentaram menores valores (GL: 183,40 MPa; GS: 334,42 e GD: 820,42) quando comparadas às policristalinas (GZC: 1044 MPa e GZM: 1248 MPa), provavelmente porque o óxido de zircônia associado ao óxido de ítrio proporciona maior resistência flexural ao material, corroborando com achados de WENDLER et al. (2017).

Dentre as cerâmicas vítreas o GL, composto por leucita e ausência de óxidos adicionais, apresentou os menores valores de resistência à flexão e o GD, composto por dissilicato de lítio, os maiores valores, os quais estão compatíveis com aqueles encontrados na literatura (BORBA et al., 2011; BORBA et al., 2016; LAWSON et al., 2016; WENDLER et al., 2017). Já o GS, composto por silicato de lítio reforçado por óxido de zircônia, apresentou valores intermediários de resistência à flexão, o que não era esperado, pois de acordo com o fabricante, em sua formulação existe a presença de óxido de zircônia, contrastando com a literatura (ELSAKA et al., 2016; LAWSON et al., 2016; WENDLER et al., 2017). Acredita-se que este resultado possa ter ocorrido em função do envelhecimento térmico ao qual as amostras foram submetidas, que provocou instabilidade térmica das fases do material (3 fases cristalinas e 1 fase vítrea com óxido de zircônia), como observado na análise por DRX, supostamente resultando em aumento de tensões residuais locais que foram aliviadas durante o resfriamento por meio de micro-trincas, levando, conseqüentemente, a menores valores de resistência flexural comparados àqueles encontrados na literatura (WENDLER et al., 2017).

WENDLER et al. (2017) apesar de relatarem maior resistência à flexão para as cerâmicas à base de silicato de lítio (valor médio de 611,24 MPa e variação entre 278 a 769 MPa), encontraram módulo de Weibull extremamente baixo, sugerindo uma fonte comum de defeitos de força limitante material-dependente de grande distribuição de tamanho. Adicionalmente, os autores verificaram por meio de microscopia eletrônica de varredura das amostras a presença de poros e trincas múltiplas distribuídas sobre toda a superfície. Fato este que pode ser relacionado com as imagens fractográficas avaliadas no presente estudo, no qual o GS apresentou superfície de fratura irregular, origem de fratura em uma trinca e maior quantidade de *compression curl*, acarretando em maior frequência na alteração da direção de propagação da fratura quando comparado à demais cerâmicas vítreas (GL e GD) (SCHERRER et al., 2017).

Com relação às cerâmicas policristalinas, acredita-se que a adição do óxido de ítrio na zircônia tenha proporcionado maiores e melhores resultados de resistência à flexão para os

dois materiais avaliados (GZC e GZM), não havendo diferença entre si, assim como encontrado na literatura (STAWARCKZYK et al., 2016). Tal resultado sugere confiabilidade na aplicação clínica da zircônia monolítica (GZM) para as reabilitações orais, pois além de diminuir as fases laboratoriais de confecção da peça protética, apresenta como vantagens a diminuição/ausência da delaminação da porcelana de cobertura (ANUSAVICE, 2012; GHERLONE et al., 2014; FERRARI et al., 2015 (a); GUMUS et al., 2017), além de melhores propriedades ópticas (SHAHMIRI et al., 2017). Com relação a análise fractográfica, observou-se que os materiais policristalinos apresentaram padrão de fratura semelhante, com superfície de fratura regular, origem de fratura em um defeito na superfície devido a incidência da tensão de flexão e menor quantidade de *compression curl* (SCHERRER et al., 2017).

Diante das limitações deste estudo e levando em consideração as divergências na literatura com relação aos testes empregados, principalmente no que diz respeito ao envelhecimento térmico artificial proposto, verificou-se que a avaliação da composição dos materiais deve ser considerada como fator chave para a longevidade e sucesso das reabilitações, visto que o material estudado no GS é comercializado como "silicato de lítio reforçado com zircônia", embora não tenha sido detectada nenhuma zircônia cristalina e, desta forma, pode-se considerar como duvidoso o benefício proporcionado, sugerindo-se uma melhora no processamento do GS, uma vez que neste estudo a cerâmica de dissilicato de lítio apresentou melhor performance dentre as cerâmicas vítreas. Adicionalmente, verificou-se que os materiais policristalinos apresentaram vantagens mecânicas em relação às cerâmicas vítreas, sendo que, apesar de estatisticamente não ter sido diferente, a zircônia monolítica apresentou maiores valores de resistência flexural em relação à zircônia convencional, sugerindo que pode ser indicada com prognóstico favorável para as reabilitações orais, visto ter a vantagem da ausência de potencial para a delaminação. No entanto, o GZM também apresentou a maior rugosidade superficial. Na prática clínica, a redução da rugosidade superficial dos materiais expostos ao ambiente oral têm efeitos positivos, pois evita o acúmulo de placa e a colonização e adesão de bactérias e também pode reduzir a incidência de lascamento e abrasividade das superfícies antagonistas, o que sugere que estudos adicionais sejam realizados no intuito de melhorar as características superficiais deste material.

## 6. CONCLUSÕES

Diante da metodologia empregada e com base nos resultados obtidos foi possível concluir que:

- 1- O envelhecimento térmico influenciou na rugosidade e morfologia de superfície apenas da zircônia convencional.
- 2- O envelhecimento térmico influenciou na composição dos materiais cerâmicos CAD/CAM, exceto para a cerâmica vítrea composta por leucita.
- 3- As cerâmicas vítreas apresentaram menor resistência à fratura em relação às cerâmicas policristalinas.
- 4- As cerâmicas vítreas apresentaram padrão e frequência de eventos característicos de fratura diferente das cerâmicas policristalinas, sendo que o silicato de lítio foi o material que apresentou superfície de fratura mais irregular e as zircônias os mais regulares.

## REFERÊNCIAS

- ABOUSHELIB, M. N.; WANG, H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. **J. Prosthet. Dent.**, v. 104, n. 2, p. 98-104, 2010.
- ARDLIN, B. L. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. **Dent. Mater.**, v. 18, n. 8, p. 590-595, 2002.
- ANUSAVICE, K. J. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. **Dent. Mater.**, v. 28, n. 1, p. 102-111, 2012.
- BELLI, R.; WENDLER, M.; DE LIGNY, D.; CICCONI, M. R.; PETSCHERT, A.; PETERLIK, H.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 1, p. 84-98, 2017.
- BORCHERS, L.; STIESCH, M.; BACH, F. W.; BUHL, J. C.; HÜBSCH, C.; KELLNER, T.; KOHORST, P.; JENDRAS, M. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. **Acta Biomater.**, v. 6, n. 12, p. 4547-4552, 2010.
- BORBA, M.; DE ARAÚJO, M. D.; DE LIMA, E.; YOSHIMURA, H. N.; CESAR, P. F.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. **Dent. Mater.**, v. 27, n. 12, p. 1259-1266, 2011.
- BORBA, M.; DE ARAÚJO, M. D.; FUKUSHIMA, K. A.; YOSHIMURA, H. N.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A.; CESAR, P. F. Effect of different aging methods on the mechanical behavior of multi-layered ceramic structures. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 12, p. 1536-1542, 2016.
- CHEVALIER, J.; OLAGNON, C.; FANTOZZI, G. Subcritical crack growth in 3Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 82, n. 11, p. 3129-3138, 1999.
- CHEVALIER, J.; DEVILLE, S.; MÜNCH, E.; JULLIAN, R.; LAIR, F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. **Biomaterials**, v. 23, n. 24, p. 5539-5545, 2004.
- CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 92, n. 9, p. 1901-1920, 2009.
- CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L.; DEVILLE, S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. **Annu. Rev. Mater. Res.**, v. 37, p. 1-32, 2007.
- CHRISTEL, P.; MEUNIER, A.; HELLER, M.; TORRE, J. P.; PEILLE, C. N. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. **J. Biomed. Mater. Res.**, v. 23, n. 1, p. 45-61, 1989.
- COTES, C.; ARATA, A.; MELO, R. M.; BOTTINO, M. A.; MACHADO, J. P.; SOUZA, R. O. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO<sub>2</sub>-based dental ceramic. **Dent. Mater.**, v. 30, n. 12, p. 396-404, 2014.
- DELLA BONA, A.; MECHOLSKY, J. J. Jr.; ANUSAVICE, K. J. Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics. **Dent. Mater.**, v. 20, n. 10, p. 956-962, 2004.

- DENRY, I.; KELLY, J.R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dent. Mater.**, v. 24, n. 3, p. 299-307, 2008.
- DENRY, I.; KELLY, J.R.; Emerging ceramic-based materials for dentistry. **J. Dent. Res.**, v. 93, n.12, p. 1235-1242, 2014.
- DEVILLE, S.; GREMILLARD, L.; CHEVALIER, J.; FANTOZZI, G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. **J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.**, v. 72, n. 15, p. 239–245, 2005.
- ELSAKA, S. E.; ELNAGHY, A. M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 7, p. 908-914, 2016.
- FERRARI, M.; SORRENTINO, R.; CAGIDIACO, C.; GORACCI, C.; VICHI, A.; GHERLONE, E.; ZARONE, F. Short-term clinical performance of zirconia single crowns with different framework designs: 3-year clinical trial. **Am. J. Dent.**, v. 28, n. 4, p. 235-240, 2015. (a)
- FERRARI, M.; VICHI, A.; ZARONE, F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 3, p. e63-76, 2015. (b)
- FISCHER, J.; GROHMANN, P.; STAWARCZYK, B.; Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. **Dent. Mater.**, v. 27, n. 3, p. 448-454, 2008.
- FLINN, B. D.; RAIGRODSKI, A. J.; MANCL, L. A.; TOIVOLA, R.; KUYKENDALL, T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 117, n. 2, p. 303–309, 2017.
- GHERLONE, E.; MANDELLI, F.; CAPPARÈ, P.; PANTALEO, G.; TRAINI, T.; FERRINI, F. A. 3 years retrospective study of survival for zirconia-based single crowns fabricated from intraoral digital impressions. **J. Dent.**, v. 42, n. 9, p. 1151-1155, 2014.
- GIORDANO, R. 2nd. A comparison of all-ceramic restorative systems: Part 2. **Gen Dent.**, v. 48, n. 1, p. 43-45, 2000.
- GUMUS, H. S.; POLAT, N. P.; YILDIRIM, G. Evaluation of fracture resistance of inlay-retained fixed partial dentures fabricated with different monolithic zirconia materials. **J. Prosthet. Dent.**, S0022-3913(17)30431-6, 2017 [Epub ahead of print].
- GUICCIARDI, S.; SHIMOZONO, T.; PEZZOTTI, G. Ageing effects on the nanoindentation response of sub-micrometric 3Y-TZPceramics. **J. Mater. Sci.**, v. 42, n. 2, p. 718–722, 2007.
- INOKOSHI, M.; VANMEENSEL, K.; ZHANG, F.; DE MUNCK, J.; ELIADES, G.; MINAKUCHI, S.; et al. Aging resistance of surface-treated dental zirconia. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 2, p. 182–194, 2015.
- ISO 6872. Dental ceramic. Geneva, Switzerland:International Organization for Standardization; 2008.

- JIRAJARIYAVEJ, B.; WANAAPIROM, P.; ANUNMANA, C. Influence of implant abutment material and ceramic thickness on optical properties. **J. Prosthet Dent.**, S0022-3913(17)30371-2, 2017. [Epub ahead of print].
- KELLY, J. R.; BENETTI P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Aust. Dent. J.**, v. 56, n. Suppl 1, p. 84-96, 2011.
- LAWSON, N. C.; BANSAL, R.; BURGESS, J. O. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 11, p. e275-e283, 2016.
- LOHBAUER, U.; REICH, S. Antagonist wear of monolithic zirconia crowns after 2 years. **Clin. Oral Investig.**, v. 21, n. 4, p. 1165-1172, 2017.
- LUCAS, T. J.; LAWSON, N. C.; JANOWSKI, G. M.; BURGESS, J. O. Effect of grain size on the monoclinic transformation, hardness, roughness, and modulus of aged partially stabilized zirconia. **Dent. Mater.**, v. 31, n. 12, p. 1487-1492, 2015.
- MANICONE, P. F.; ROSSI IOMMETTI, P.; RAFFAELLI, L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. **J. Dent.**, v. 35, n. 11, p. 819-826, 2007.
- MILLEDING, P.; KARLSSON, S. On the surface elemental composition of noncorroded and corroded dental ceramic materials in vitro. **J. Mater. Sci.: Mater. Med.**, v. 14, n. 6, p. 557-566, 2003.
- MIYAZAKI, T.; NAKAMURA, T.; MATSUMURA, H.; BAN, S.; KOBAYASHI, T. Current status of zirconia restoration. **J. Prosthodont. Res.**, v. 57, n. 4, p. 236-261, 2013.
- MUÑOZ, E. M.; LONGHINI, D.; ANTONIO, S. G.; ADABO, G. L. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. **J. Dent.**, v. 63, p. 94-102, 2017.
- ORTORP, A.; KIHIL, M. L.; CARLSSON, G. E. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. **J. Dent.**, v. 37, n. 9, p. 731-736, 2009.
- PASSOS, S. P.; KIMPARA, E. T.; BOTTINO, M. A.; RIZKALLA, A. S.; SANTOS, G. C. Jr. Effect of ceramic thickness and shade on mechanical properties of a resin luting agent. **J Prosthodont.**, v. 23, n. 6, p. 462-466, 2014. (a)
- PASSOS, S. P.; TORREALBA, Y.; MAJOR, P.; LINKE, B.; FLORES-MIR, C.; NYCHKA, J. A. In vitro wear behavior of zirconia opposing enamel: a systematic review. **J Prosthodont.**, v. 23, n. 8, p. 593-601, 2014. (b)
- PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1-25, 1999.
- RAPTIS, N. V.; MICHALAKIS, K. X.; HIRAYAMA H. Optical behavior of current ceramic systems. **Int. J. Periodontics Restorative Dent.** v. 26, n. 1, p. 31-41, 2006.
- RITTER, J E. Predicting lifetimes of materials and material structures. **Dent. Mater.**, v. 11, n. 2, p. 142-146, 1995.

- SCHERRER, S. S.; LOHBAUER, U.; DELLA BONA, A.; VICHI, A.; THOLEY, M. J.; KELLY, J. R.; VAN NOORT, R.; CESAR, P. F. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 6, p. 599-620, 2017.
- SCHMITTER, M.; MUELLER, D.; RUES, S. Chipping behaviour of all-ceramic crowns with zirconia framework and CAD/CAM manufactured veneer. **J. Dent.**, v. 40, n. 2, p. 154-162, 2012.
- SHAHMIRI, R.; STANDARD, O. C.; HART, J. N.; SORRELL, C. C. Optical properties of zirconia ceramics for esthetic dental restorations A systematic review. **J. Prosthet. Dent.**, S0022-3913(17)30501-2, 2017. [Epub ahead of print].
- SIARAMPI, E.; KONTONASAKI, E.; ANDRIKOPOULOS, K. S.; KANTIRANIS, N.; VOYIATZIS, G. A.; ZORBA, T.; et al. Effect of in vitro aging on the flexural strength and probability to fracture of Y-TZP zirconia ceramics for all-ceramic restorations. **Dent. Mater.**, v. 30, n. 12, p. e306–316, 2014.
- SILVA, N. R.; THOMPSON, V. P.; VALVERDE, G. B.; COELHO, P. G.; POWERS, J. M.; FARAH, J. W.; ESQUIVEL-UPSHAW, J. Comparative reliability analyses of zirconium oxide and lithium disilicate restorations in vitro and in vivo. **J. Am. Dent. Assoc.**, v. 142, n. 2, p. 4s-9s, 2011.
- SKYLLOURIOTIS, A. L.; YAMAMOTO, H. L.; NATHANSON, D. Masking properties of ceramics for veneer restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 118, n. 4, p. 517-523, 2017.
- STAWARCZYK, B.; FREVERT, K.; ENDER, A.; ROOS, M.; SENER, B.; WIMMER, T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 59, p. 128-138, 2016.
- SULAIMAN, T. A.; ABDULMAJEED, A. A.; DONOVAN, T. E.; COOPER, L. F.; WALTER, R. Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: A dental laboratory survey. **J. Prosthet. Dent.**, v. 116, n. 3, p. 436-439, 2016.
- SUNDH, A.; SJÖGGREN, G. A. study of the bending resistance of implant-supported reinforced alumina and machined zirconia abutments and copies. **Dent. Mater.**, v. 24, n. 5, p. 611-617, 2008.
- TANG, X.; LUO, H.; BAI, Y.; TANG, H.; NAKAMURA, T.; YATANI, H. Influences of multiple firings and aging on surface roughness, strength and hardness of veneering ceramics for zirconia frameworks. **J. Dent.**, v. 43, n. 9, p. 1148-1153, 2015.
- THOMPSON, J. Y.; STONER, B. R.; PIASCIK, J. R.; SMITH, R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? **Dent. Mater.** v.27, n. 1, p. 71-82, 2011.
- VAN NOORT, R. The future of dental devices is digital. **Dent. Mater.** v. 28, n. 1, p. 3-12, 2012.
- VITA ZAHNFABRIK. Vitablocs working instructions 1769E. 2012.
- WENDLER, M.; BELLI, R.; PETSCHULT, A.; MEVEC, D.; HARRER, W.; LUBE, T.; DANZER, R.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. **Dent. Mater.**, v. 33, n. 1, p. 99-109, 2017.

WILLE, S.; ZUMSTRULL, P.; KAIDAS, V.; JESSEN, L. K.; KERN, M. Low temperature degradation of single layers of multilayered zirconia in comparison to conventional unshaded zirconia: Phase transformation and flexural strength. **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 77, p. 171-175, 2018.

ZHANG, Y. U.; LEE, J. J.; SRIKANTH, R.; LAWN, B. R. Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. **Dent. Mater.**, v.29, n. 12, p. 1201–1208, 2013.

ZHANG, Z.; YI, Y.; WANG, X.; GUO, J.; LI, D.; HE, L.; ZHANG, S. A comparative study of progressive wear of four dental monolithic, veneered glass-ceramics. **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v. 74, p. 111–117, 2017.