

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

GUSTAVO HENRIQUE BARBOSA DE ANDRADE

**Avaliação da Resistência Flexural e Caracterização Microestrutural
de Vitrocerâmicas Experimentais**

BAURU

2019

GUSTAVO HENRIQUE BARBOSA DE ANDRADE

**Avaliação da Resistência Flexural e Caracterização Microestrutural
de Vitrocerâmicas Experimentais**

Tese apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Acácio Lins do Valle

BAURU

2019

Andrade, Gustavo Henrique Barbosa de
Avaliação da Resistência Flexural e Caracterização
Microestrutural de Vitrocerâmicas Experimentais / Gustavo
Henrique Barbosa de Andrade. – Bauru, 2019.
88p. : il. ; 31cm.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de
Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Acácio Lins do Valle

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

*A meus pais **Jonny e Paula**, a quem devo tudo que alcancei até hoje, que nas horas de dificuldade nunca desistiram de sempre me proporcionar a melhor vida possível. Abdicaram de muita coisa pra que eu chegasse até aqui, posso com certeza dizer que valeu a penas. Muito obrigado por me ensinarem a ser o indivíduo que sou hoje e me mostrarem o valor da educação. Amo vocês mais que tudo nessa vida!!!! Obrigado por sempre serem meus anjos da guarda.*

AGRADECIMENTOS

*Ao meu querido **vô Expedito**, que em sua energia, saúde e boa vontade sempre foi um exemplo em minha vida. E sempre me mostrou o valor das pequenas coisas da vida. Obrigado Vo!*

*A minha querida **vó Shirley**, essa senhora guerreira que em orações e carinho sempre esteve presente em minha vida.*

*Aos meus padrinhos **tia Eliane e tio Geraldo** que sempre foram tão presentes na minha vida, e que sempre me ajudaram no que foi possível. Aos **primos Rafa, Dani e Claudinha**, que mesmo distantes hoje em dia nunca deixaram de ser exemplos em minha vida! Que na amizade e brincadeiras me ensinaram a ser os irmãos que a vida não me deu.*

*A todos meus tios, **tia Lu e tio Juninho, tia Rê e tio Andrés, Jansen e Elci, Lia e Sitta**, que sempre estiveram ao meu lado e me deram todo o carinho do mundo. E a todos meu primos que amo tanto: **Jay, Biel, Bruno, Rodolfo, Robson, Shirlinha, Sheila, Shalon, Evelyn e Carol**.*

Ao meu orientador **Prof. Dr. Accácio Lins do Valle** pela confiança e paciência, que desde a especialização soube me inspirar a ter a mesma paixão que ele tem pela reabilitação oral. E que no companheirismo e amizade me transmitiu infindáveis ensinamentos tanto para a vida profissão quanto para a vida pessoal.

Ao **Prof. Dr. Vincenzo M. Sglavo** por todo o apoio, orientação e paciência em minha pesquisa desenvolvida de Italia, e ao **Dr. Danielli** por toda a ajuda e orientações para a realização dos teste mecânicos.

A **Prof. Dra. Mariana Villas Boas** pelo apoio, ajuda, amizade e orientação, sempre esteve presente e minha vida acadêmica desde o início de meu mestrado e foi de suma importância para a realização da pesquisa desenvolvida em Trento e também para a elaboração desta tese.

Ao **Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro**, pelos ensinamos tanto na prática da odontológica quanto na prática docente, não existe como calcular o quanto aprendi nesses anos de convivência com esse exemplo de profissional.

Ao **Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante**, pela amizade e apoio a pesquisa realizada nesta tese, que não teria sido realizada sem seu auxílio. E pelo incentivo constante para que a ciência seja feita em sua forma mais plena em nossa universidade.

Aos **Prof. Dr. Gerson Bonfante** e **Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira**, pelo grande conhecimento que adquiri, desde o inicio da graduação, especialização e mestrado. Dois exemplos de docentes, que não medem esforços quando se trata de transmitir conhecimento aos seus alunos.

Aos **Prof. Dr. José Henrique Rubo**, **Profa. Dra. Karin Hermana Neppelenbroek**, **Profa. Dra. Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida**, **Profa. Dra. Simone Soares** e **Prof. Dr. Carlos do Reis Pereira de Araújo**, pelo convívio e aprendizado nas atividades de graduação e pós-graduação.

Ao técnico **Reivanildo F. Viana**, pela amizade e pelas longas conversas sobre a vida durante as intermináveis manhãs de ensaios mecânicos, a ajuda nos laboratórios e trabalhos protéticos de qualidade excepcional.

As queridas **Hebe e Cleuzinha**, pelo auxílio nas clínicas de pós-graduação, e pelos momentos tão divertidos durante as horas de descontração das clínicas. E aos funcionários **Débora, Cleide, Alcides e Marcelo Giatti**, pelo apoio nas atividades do mestrado.

Ao meu colega e grande amigo **Hugo Alberto Vidotti “Hugão”**, pela sensibilidade e genialidade. Poder trabalhar ao lado de um amigo que tem tanto a lhe ensinar, e que está disposto a transmitir todo esse conhecimento, é algo que preço nenhum pode pagar. Este trabalho jamais existiria se não fosse essa pessoa tão especial. Sem falar nos momentos de descontração memoráveis.

A **Profa. Dra. Viviane e ao Prof. Edgar D. Zanotto**, pelo fornecimento dos materiais experimentais utilizados neste estudo, pelas belíssimas imagens de MEV, solicitude e auxílio na interpretação dos resultados.

Ao **Profa. Dra. Ana Flávia Sanches Borges** que gentilmente cedeu o dispositivo de realização de bisel, que foi indispensável a realização deste trabalho

Aos amigos e colegas de mestrado **Sarna, Oscar, Patrick, Gui, Thereza, Déa, Ilana, Fer e Verena**, pelo companheirismo e apoio em todas as atividades nestes dois anos de construção profissional, a **Reabilitação Oral 2013** é uma família para mim.

Aos amigos **Lamin, Lucas e Henry** pessoas tão especiais que tive o prazer de conhecer do outro lado do oceano, e quem a devo muito, pela ajuda e pela companhia nos momentos bons ou ruins dessa empreitada longe da família e amigos.

Ao meu irmão **Dr. Pietro**, que foi muito mais que irmão para mim em minha estadia em seu país, me ajudou de todas maneiras possíveis, e sempre esteve presente desde minha chegada a Itália ate a despedida. Muito obrigado por ser esse amigo tão leal.

*Aos grandes amigos “**Pinga**” e “**Fujão**”, pela parceria e paciência nesses dois anos de convivência nesse apartamento que posso chamar de lar, que sempre funcionou com muita harmonia. E pelos churrascos e afins, porque ninguém é de ferro.*

“Nothing is too wonderful to be true, if it be
consistent with the laws of nature”

Michael Faraday

RESUMO

A estética favorável, alta resistência à fratura e a ótima biocompatibilidade resultaram na popularidade das restaurações em cerâmica pura, dentre as quais, destacam-se as vitrocerâmicas, resultado de sua excelente propriedade estética, alta resistência à fratura, durabilidade de ligação entre a superfície preparada do dente e a cerâmica e técnica de fabricação simples através de injeção a quente ou tecnologia CAD/CAM. O presente estudo teve como objetivo caracterizar a microestrutura e determinar a resistência flexural de três materiais vitrocerâmicos experimentais, sendo dois reforçados por dissilicato de lítio para processamento em CAD/CAM (LaMaV CAD) e injetável (LaMaV Press) e um por metassilicato de lítio para aplicação odontológica. A caracterização da microestrutura foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura, enquanto a resistência flexural através de ensaios de flexão a 4 pontos. Em vista disso, foram utilizadas corpos de prova em forma de barra de 1,2 mm x 4,0 mm x 18,0 mm, de acordo com a norma ISO 6872 (2015) utilizando-se da máquina universal de ensaios MTS 810 (Material Test System, Minneapolis, EUA), com célula de carga de 10 N em velocidade constante de 0,75 mm/min. Um grupo do material comercial IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) foi utilizado como controle. As imagens de MEV demonstraram que os dois materiais experimentais reforçados por dissilicato de lítio (CAD/CAM e injetável) apresentam microestrutura muito similar ao grupo controle, enquanto a microestrutura do metassilicato exibiu formato estrutural de placas e não de agulhas, como no dissilicato de lítio. A análise estatística dos dados foi realizada por meio do teste de análise de variância a um critério (One-Way ANOVA), adotando nível de significância de $\alpha=5\%$, e o teste de Tukey foi utilizado para comparações múltiplas. Demonstrando que todos materiais experimentais analisados podem ser categorizados na Classe II da ISO 6872. Além disso, o grupo LaMaV CAD apresentou resultados estatisticamente superiores ao grupo controle, enquanto o grupo LaMaV Press não apresentou diferença estatística em relação a este. Portanto, à conclusão é de que os materiais experimentais testados apresentam características adequadas de resistência a flexão.

Palavras-chave: cerâmicas odontológicas, resistência flexural, dissilicato de lítio

ABSTRACT

Favorable aesthetics, high fracture resistance and optimum biocompatibility have resulted in the popularity of pure ceramic restorations, among which stand out the vitroceraamics, as a result of their excellent aesthetic properties, high fracture resistance, bonding durability between the prepared surface tooth and ceramics and simple fabrication technique through hot injection or CAD / CAM technology. The present study aimed to characterize the microstructure and to determine the flexural strength of three experimental vitroceraamic materials, two reinforced by lithium disilicate for CAD / CAM (LaMaV CAD) and injectable (LaMaV Press) processing and one per lithium metasilicate for dental application. The characterization of the microstructure was performed by scanning electron microscopy, while flexural strength by 4-point bending tests. For this purpose, 1.2mm x 4.0mm x 18.0mm bar-shaped specimens were used in accordance with ISO 6872 (2015) using the MTS 810 universal testing machine (Material Test System, Minneapolis, USA), with 10 N load cell at a constant speed of 0.75 mm / min. A group of commercial material IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) was used as a control. SEM images showed that the two lithium disilicate-reinforced experimental materials (CAD / CAM and injectable) have a microstructure very similar to the control group, while the metasilicate microstructure exhibited a structural shape of plates rather than needles, as in lithium disilicate. The data statistical analysis was performed by one-way analysis of variance (One-Way ANOVA), adopting a significance level of $\alpha = 5\%$, and Tukey test was used for multiple comparisons. Demonstrating that all experimental materials analyzed can be categorized in ISO 6872 Class II. In addition, the LaMaV CAD group presented statistically superior results to the control group, while the LaMaV Press group did not present statistical difference in relation to this one. Therefore, the conclusion is that the tested experimental materials have adequate flexural strength characteristics.

Keywords: dental ceramics, flexural strength, lithium disilicate

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	- Bloco cerâmico para análise em microscópio eletrônico de varredura.....	44
Figura 2	- Barra da amostra X após a confecção dos biséis	47
Figura 3	- Dispositivo flexão em quatro pontos.....	48
Figura 4	- Diagrama do “set-up” utilizado nos testes de resistência flexural e resistência à fadiga flexural, Imagem fonte ISO 6872 (ISO 2015).....	48
Figura 5	- Espécime posicionado no dispositivo.....	48
Figura 6	- Imagem de MEV do material comercial IPS E.max CAD sem tratamento de superfície.....	53
Figura 7	- Imagem de MEV do material comercial IPS E.max CAD após o tratamento de superfície.....	53
Figura 8	- Imagem de MEV do material dissilicato de lítio experimental CAD sem tratamento de superfície.....	54
Figura 9	- Imagem de MEV do material dissilicato de lítio experimental CAD após o tratamento de superfície.....	54
Figura 10	- Imagem de MEV do material metassilicato de lítio experimental CAD sem tratamento de superfície.....	55
Figura 11	- Imagem de MEV de espécimes do material metassilicato de lítio experimental CAD após o tratamento de superfície (10 segundos). .	55
Figura 12	- Imagem de MEV de espécimes do material diissilicato de lítio experimental injetável sem o tratamento de superfície.	56
Figura 13	- Imagem de MEV de espécimes do material diissilicato de lítio experimental injetável após o tratamento de superfície.	56
Figura 14	- Resistência à flexão a 4 pontos e desvios-padrão obtidos para as amostras de dissilicato e-max CAD.....	57

LISTA DE TABELAS E QUADROS

- TABELAS

- Tabela 1 - Materiais utilizados e suas características. * Dado do catálogo do fabricante (Vivadent 2017) e dado fornecido pelo LaMaV..... 43
- Tabela 2 - Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência à flexão para os diferentes materiais cerâmicos experimentais e o material comercial (IPS e.max CAD)..... 57
- Tabela 3 - Resultado do teste de Análise de Variância a um critério (One-way ANOVA) (nível de significância de $\alpha=5\%$) para os fatores testados.. 58
- Tabela 4 - Comparação entre as médias da resistência no ensaio de flexão a 4 pontos. 58

- QUADROS

- Quadro 1 - Classificação da indicação da aplicação das cerâmicas para próteses odontológicas baseada nos seus valores de resistência [adaptado de (ISO 2015)]...... 35
-
-

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

AC	fratura adesiva em cerâmica
CAD/CAM	computer-aided design / computer-aided manufacturing
CC	fratura coesiva em cerâmica
CR	fratura coesiva em resina composta
D	dissilicato de lítio (experimental)
HF	hidrofluorídrico
J	jateado com óxido de alumínio
M	fratura mista
M	metassilicato de lítio
MEV	microscopia eletrônica de varredura
PPF	prótese parcial fixa

LISTA DE SÍMBOLOS

°	graus
°C	graus célsius
µm	micrómetro
A	área da secção transversal do espécime
Al ₂ O ₃	óxido de alumínio
F	força aplicada
min	minuto
mm	milímetros
mm ²	milímetro quadrado
MPa	megapascal
N	Newtons
s	segundos
δ	resistência de união à microtração

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	23
2.1	CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS.....	23
2.2	VITROCERÂMICAS DE DISSILICATO DE LÍTIO	25
2.3	CAD/CAM	28
2.4	RESISTENCIA A FLEXÃO	30
2.5	NORMA ISSO.....	35
3	PROPOSIÇÃO	39
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
4.1	AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	44
4.1.1	OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES	44
4.1.2	ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	46
4.2.	ENSAIOS MECÂNICOS	46
4.2.1	CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES	46
4.2.2	Ensaio de Resistência à Flexão.....	47
4.2.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	49
5	RESULTADOS	53
5.1	ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	53
5.1.1	IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) (figura 11 e 12).....	53
5.1.2	Dissilicato de lítio experimental CAD (figura 13 e 14).....	54
5.1.3	Metassilicato de lítio experimental CAD (figura 15 e 16).....	55
5.1.4	Dissilicato de lítio experimental Press (figura 17 e 18)	56
5.2	ENSAIOS DE RESISTENCIA À FLEXÃO.....	57
6	DISCUSSÃO	61
7	CONCLUSÕES	73
	REFERÊNCIAS	77

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

Na última década, a crescente demanda pelo uso materiais restauradores estéticos na odontologia, resultou no desenvolvimento de inúmeros sistemas totalmente cerâmicos (Giordano 2006, Peampring and Sanohkan 2014). Cerâmicas vítreas e a base sílica têm sido utilizadas para revestir infraestruturas metálicas e cerâmicas com o intuito de ganho estético. Podendo ainda ser utilizadas de forma monolítica em restaurações de menores proporções como inlays, onlays, facetas laminadas ou até mesmo em coroas (Guess, Schultheis et al. 2011)

Por apresentarem ótima translucidez realizarem uma melhor transição entre o tecido gengival e o material restaurador, (Sola-Ruiz, Lagos-Flores et al. 2013), as restaurações totalmente cerâmicas tem apresentado sua eficiência clínica, principalmente em casos onde as próteses metalo-cerâmicas são contra indicadas por motivos estéticos, decorrentes da opacidade, descoloração e galvanização dessas (Raigrodski and Chiche 2001, Napankangas and Raustia 2011)

Temos disponível no mercado atualmente inúmeros sistemas livres de metal, que podem ser processados de diferentes maneiras. Através de injeção a altas temperaturas, CAD/CAM (computer-aided design / computer-aided manufacturing) : e até mesmo pelo método tradicional (pó líquido) (Beier, Kapferer et al. 2012). Os principais sistemas cerâmicos disponíveis são as vitrocerâmicas, as cerâmicas policristalinas, os compósitos cerâmicos infiltrados por vidro e as cerâmicas reforçadas por leucita (Yoshimura, Gonzaga et al. 2012)

As próteses fixas livres de metal apresentam melhores resultado estéticos quando comparadas com as próteses fixas metalo-cerâmicas, e não apresentam a hipersensibilidade ao metal que pode estar presente em alguns pacientes. (Studart, Filser et al. 2007, Li, Chow et al. 2014, Homaei, Farhangdoost et al. 2016) Vitrocerâmicas, alumina densamente sinterizada e cerâmicas a base de zircônia, são os tipos mais comuns de cerâmicas utilizadas em restaurações livres de metal. No entanto as vitrocerâmicas exibem algumas particularidades composicionais e microestruturais que combinam propriedades típicas de cerâmica e de vidro. (Fernandes, Tulyaganov et al. 2010, Kim, Oh et al. 2012, Tang, Nakamura et al. 2012,

Yuan, Wang et al. 2013, Zhang, Lee et al. 2013, Akar, Pekkan et al. 2014, Tang, Tang et al. 2014)

Inicialmente introduzida no mercado sob o nome comercial de IPS Empress II (Ivoclar Vivadent), as vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio apresentaram altas taxas de falha em estudos clínicos. Em vista disso, passaram por uma reformulação em seu processo de queima que resultou na melhoria de sua resistência, possibilitando assim a confecção de próteses parciais fixas de até 3 elementos de estrutura monolítica. Esta nova formulação recebeu o nome comercial de o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent). Devido as altas taxas de lascamento das cerâmicas de cobertura em determinados sistemas totalmente cerâmicos, a utilização de próteses parciais fixas monolíticas de dissilicato de lítio tornou-se uma excelente opção (Kern, Sasse et al. 2012)

As cerâmicas de dissilicato de lítio estão disponíveis para injeção (IPS e.max Press) e para fresagem através da técnica CAD-CAM (IPS e.max CAD). Os lingotes de IPS e.max Press já apresentam-se cristalizados, e se tornam viscosos e injetáveis através do aquecimento a altas temperaturas (Plengsombut, Brewer et al. 2009). Porém os blocos de IPS e.max CAD apresentam um estágio intermediário (Li_2SiO_3) necessário para o processo de usinagem. Para que na sequencia sejam submetidos a um tratamento térmico, que provoca uma reação química que resulta na cristalização do dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) (Plengsombut, Brewer et al. 2009, Bischoff, Eckert et al. 2011). Tal processo de cristalização é composto principalmente por dois eventos, o crescimento e a nucleação dos cristais de dissilicato de lítio (Apel, van't Hoen et al. 2007, Huang, Huang et al. 2015, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017)

O interesse pelo uso do dissilicato de lítio tem crescido muito, uma vez que apresenta ótimo resultado estético, técnica de fabricação simplificada, adesão duradoura entre a cerâmica e o dente preparado e excelente resistência a fratura (Hooshmand, Parvizi et al. 2008, Kang, Chang et al. 2013). Estudos recentes demonstraram que 55% dos cirurgiões dentistas pesquisados indicavam próteses a base de dissilicato lítio para coroas anteriores e 20% para coroas posteriores (Lawson, Bansal et al. 2016, Makhija, Lawson et al. 2016)

A caracterização das propriedades mecânicas de um biomaterial é o primeiro passo para a estimativa de sua performance clínica. Os testes de resistência flexural

são os mais comumente utilizados, uma vez que simulam o tipo de stress mais comum em próteses dentárias (Akikazu 2014). Com o objetivo de suprir a crescente demanda pelo uso de cerâmicas a base de dissilicato de lítio, o Laboratório de Materiais Vítreos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos vem desenvolvendo vitro-cerâmicas experimentais, para a utilização na odontologia, com propriedades óticas e mecânicas muito satisfatórias.

Este estudo teve como objetivo analisar três materiais cerâmicos experimentais, sendo dois a base de dissilicato de lítio (injetável e CAD/CAM) e um a base de metassilicato de lítio. Caracterizando a microestrutura e determinando a resistências flexural através de ensaios de flexão a 4 pontos. E a hipótese nula foi de que não existe diferença em nenhuma propriedade de nenhum dos matérias testados em relação ao material comercial IPS e.max CAD.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

As próteses metalo-cerâmicas foram amplamente utilizadas nas últimas décadas. Entretanto a procura por materiais com propriedades estéticas mais adequadas vem crescendo, levando ao surgimento das próteses livres de metal. Apresentando melhor translucidez e ausência de infraestrutura metálica para ser escondida, as coroas cerâmicas apresentam excelentes propriedades mecânicas e valor muito mais próximo da estrutura dentária (Kelly 2008).

Com o surgimento das primeiras próteses de cerâmica feldspática em 1903, ocorreu um grande crescimento no interesse dos cirurgiões dentistas e pacientes pelo uso de materiais não metálicos na confecção de coroas. Portanto, em 1965 McLean adicionou Al_2O_3 à sua composição com o intuito de melhorar as propriedades físicas e mecânicas destas cerâmicas. Entretanto, mesmo em uma avaliação clínica de curto prazo, apresentou alta fragilidade, baixa resistência à tração, alta propagação de trincas, baixa adaptação marginal e também baixa resistência ao desgaste, tornando limitada sua utilização (McLean and Hughes 1965).

Para suprir a demanda gerada no mercado odontológico, inúmeros sistemas livres de metal foram desenvolvidos. Vitrocerâmicas, compósitos cerâmicos infiltrados por vidro, cerâmicas policristalinas e cerâmicas reforçadas por leucita são alguns dos principais materiais presentes no mercado na atualidade. Com a popularização das restaurações livres de metal, estas passaram a ser utilizadas em larga escala, tanto para restaurações anteriores quanto posteriores. Os sistemas mais populares deste tipo de restauração são, o dissilicato de lítio e a zircônia, que possibilitam a confecção de restaurações monolíticas ou infraestrutura para receber cerâmica de cobertura. Apesar de não apresentar as mesmas propriedades mecânicas da zircônia, as cerâmicas a base de dissilicato de lítio tem se popularizado principalmente devido a sua translucidez.(Pieger, Salman et al. 2014).

Em sua maioria, os sistemas de cerâmicos, apresentam excelentes propriedades mecânicas para a construção de infraestruturas, entretanto, estas necessitam receber a aplicação de cerâmica de cobertura, para que adquiram

qualidades estéticas adequadas. Porém, estas infraestruturas cerâmicas recobertas por cerâmica de cobertura, podem apresentar como desvantagem, a exigência de um preparo dental mais amplo, que possibilite espaço para ambos os materiais. Evitando assim a fragilização da infraestrutura e o aumento da suscetibilidade a fratura da cerâmica de cobertura (Kim, Oh et al. 2012).

A fratura da cerâmica de cobertura é o tipo de falha mais comum nas próteses totalmente cerâmicas, podendo representar até 15,2% destas. Este alto índice pode ser atribuído aos diferentes coeficientes de expansão térmica da infraestrutura e da cerâmica feldspática utilizada na cobertura, e também a erros técnicos cometidos durante a produção das próteses (Sailer, Feher et al. 2007).

Estudos clínicos mostram que a falha de restaurações posteriores de tamanho médio e pequeno ocorrem principalmente por duas causas (Demarco, Correa et al. 2012): A primeira é biológica, caracterizada pela infiltração de bactérias pela margem das restaurações, causando degradação tecidual (cárie secundária). A outra é a falha mecânica, que resulta da fratura parcial ou total da restauração. Esses dois fatores não estão relacionados à técnica em si, mas sim aos materiais em uso. Cárie secundária, por exemplo, pode depender do fator de risco de cárie do paciente (van de Sande, Opdam et al. 2013), assim como também pode ser determinada pela eficácia da ligação do sistema de adesão utilizado. Da mesma forma, o processo de fratura pode depender da carga submetida, mas tende a ser determinado principalmente pelas propriedades mecânicas do material.(Belli, Geinzer et al. 2014)

Diante disto, podemos constatar a relevância do estudo da performance mecânica das cerâmicas odontológicas, para a criação de critérios que determinem a relevância clínica de determinado material e sua indicação. Principalmente, com relação as propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, resistência à flexão e tenacidade à fratura, que podem ser caracterizadas sob condições de carga estática para a caracterização inicial dos materiais. As cerâmicas odontológicas apresentam módulos elásticos entre 65 GPa (cerâmica feldspática e vitrocerâmica a base de leucita) e 250 GPa (cerâmica à base de alumina e zircônia) (Quinn, Sundar et al. 2003). Algumas cerâmicas podem apresentar resistência a flexão superior a 900 MPa para materiais policristalinos a base de zircônia e alumina (Ferracane 2011), enquanto que as cerâmicas ricas em vidro, como a base de feldspato e leucita, apresentam resistência à flexão semelhante as resinas compostas (70–130 MPa) (Ferracane

2011, Gonzaga, Cesar et al. 2011). Utilizadas em inlays, onlays e no recobrimento de infraestruturas, as cerâmicas vítreas demonstram baixa tenacidade a fratura ($0,7-1,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) (Quinn, Sundar et al. 2003, Borba, de Araujo et al. 2011). Para as vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio ($\sim 3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) observa-se um aumento dos valores de tenacidade a fratura, decorrentes de mecanismos de endurecimento induzidos em sua microestrutura, apesar da quantidade de vidro relativamente alta (30%) em sua composição (Della Bona, Mecholsky et al. 2004, Lohbauer, Muller et al. 2008, Mitov, Lohbauer et al. 2008). Ainda assim, a completa eliminação da fase vítrea leva a altos valores de tenacidade a fratura em cerâmicas a base de zircônia e alumina ($5-7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) (Quinn, Sundar et al. 2003, Borba, de Araujo et al. 2011, Belli, Geinzer et al. 2014).

2.2 VITROCERÂMICAS DE DISSILICATO DE LÍTIO.

Introduzidas no mercado odontológico no ano de 1998 pela Ivoclar Vivadent, as vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio ($\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$), receberam o nome comercial de IPS Empress II. Inicialmente apresentadas como uma evolução ao já existente IPS Empress, uma também vitrocerâmica reforçada por leucita, com propriedades mecânicas inferiores. Contudo, ambos sistemas apresentavam propriedades mecânicas muito superiores as cerâmicas feldspáticas e excelentes propriedades óticas. O sistema cerâmico reforçado por leucita, IPS Empress está no mercado há mais de 15 anos e é usado principalmente na fabricação de facetas laminadas, incrustações e como cerâmica de cobertura. Este material tem um longo histórico clínico, oferecendo bons resultados estéticos e taxas de sobrevivência clínica adequadas (Heintze, Albrecht et al. 2011, Gehrt, Wolfart et al. 2013, Sola-Ruiz, Lagos-Flores et al. 2013, Tang, Tang et al. 2014).

Contudo, sob o nome comercial de IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent), no ano de 2005, foi introduzida no mercado uma nova vitrocerâmica reforçada por dissilicato de lítio. Esta passou por algumas alterações em sua técnica de processamento que trouxeram uma melhora em suas propriedades mecânicas, quando comparadas à sua antecessora IPS Empress II, além da opção de confecção de próteses de estrutura monolítica. Na evolução do IPS Empress 2 para o IPS e.max , o conteúdo cristalino

foi ampliado de 60% para 70%, mais um fator que contribuiu para tornar o IPS e.max Press mais eficaz (Oh, Dong et al. 2000, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

As vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio apresentam uma microestrutura composta 70% por uma fase cristalina de dissilicato de lítio envolta por uma matriz vítrea à base de SiO_2 , e uma segunda fase cristalina de pequeno volume de ortofosfato de lítio, Li_3PO_4 . O IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) apresenta cristais alongados em forma de agulha com em torno de $5\mu\text{m}$ de comprimento por $0,8\mu\text{m}$ de diâmetro em sua fase cristalina (Holand, Schweiger et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011) Essa microestrutura incomum, constituída de pequenas interligações entre os cristais que estão randomicamente orientados, impede a propagação de trincas e aumenta substancialmente a resistência flexural em relação às vitrocerâmicas convencionais (ABOUSHELIB; SLEEM, 2014).

As restaurações de dissilicato de lítio demonstram ótimas propriedades estéticas. Tais características se devem principalmente a sua translucidez, apresentando densidade ótica de 1,85 diante de 1,86 da dentina de caninos humanos naturais e 0,79 de cerâmicas à base de zircônia. Portanto não apresentam diferença significativa da dentição natural (Pekkan, Pekkan et al. 2011). Em testes de translucidez relativa, o dissilicato de lítio mostrou resultados de 0,78 onde 0.0 representa a total transparência e 1.0 a total opacidade. Diante de 0.94 (*VITA In-Ceram Alumina*), 1.0 (*Cercon Base Zirconia*) e 1.0 (*VITA In-Ceram Zirconia*) (Chen, Smales et al. 2008).

As vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio vem demonstrando grande versatilidade no cotidiano do cirurgião dentista, uma vez que podem ser indicadas na confecção de restaurações parciais como: inlays, onlays e laminados cerâmicos, e também na confecção de próteses parciais fixas de até três elementos. Tendo segundo pré-molar como último pilar, e desde que sejam respeitadas as dimensões dos conectores de 3 a 4 mm (bucu-lingual) e 4 a 5 mm (ocluso-gengival) (Raigrodski 2004).

Estudos clínicos reportaram taxa de sobrevivência cumulativa de 97,4% para coroas unitárias após 5 anos e 94,8% após 8 anos, sem diferença significativa na taxa de sobrevivência entre próteses posteriores e anteriores (Gehrt, Wolfart et al. 2013). Observou-se ainda taxa de 71,4% de sucesso após 10 anos de controle, quando

avaliou-se a sobrevivência de próteses parciais em áreas estéticas (Sola-Ruiz, Lagos-Flores et al. 2013).

Dada as devidas limitações, uma revisão de literatura de 2014 concluiu que coroas unitárias apresentavam ótimas taxas de sobrevivência a curto prazo. Reportando taxa cumulativa de sobrevivência de 97,8% em 5 anos de 100% em 2 anos. As evidências em médio prazo são limitadas, com dados de apenas de um estudo que apontou taxa cumulativa de sobrevivência de 96,7% em 10 anos. As falhas ocorreram predominantemente na região posterior. Enquanto as próteses parciais fixas demonstraram em curto prazo taxa cumulativa de sobrevivência de 78,1% em 5 anos, e a médio prazo, com evidências limitadas, taxa cumulativa de sobrevivência de 70,9% em 10 anos. Também com predominância de falhas na região posterior (Pieger, Salman et al. 2014).

Na confecção de restaurações parciais, as cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio mostram, mais uma vez, sua versatilidade. No acompanhamento de inlays por um período de 4 anos, demonstrou sucesso de 97% (Peumans, Voet et al. 2013). Também foram apontados resultados de 97 a 100% de sucesso, no acompanhamento de facetas em período de 5 anos (Layton and Clarke 2013).

O IPS e.max inicialmente apresentava processamento apenas através da técnica da cera perdida e injeção a quente. Este tipo de processamento otimizou o problema da contração durante a queima, presente principalmente nas cerâmicas feldspáticas, através da injeção da cerâmica a altas temperaturas e pressão no molde de revestimento. Restringindo assim a variação dimensional apenas ao resfriamento, que pode ser contida através da adequada expansão do revestimento. Isto posto, mais recentemente a Ivoclar Vivadent introduziu no mercado, o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), vitrocerâmica pertencente ao mesmo sistema, porém desta vez destinada a processado em CAD/CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing).

A fabricação destas vitrocerâmicas iniciam-se como a criação da matriz vítrea. Durante o processo de homogeneização realiza-se a combinação do Li_2CO_3 com o SiO_2 e a temperatura é elevada acima do ponto de fusão (1100°C a 1400°C), liberando CO_2 . Durante o processo de nucleação, este vidro fundido é vertido em moldes que passam por um processo de aquecimento a 400°C , que reduz as tensões internas,

para evitar rachaduras e para que o material adquira sua resistência requerida. Este estado é denominado cristalização parcial, e o reaquecimento do material é necessário para o crescimento dos cristais. (Aboushelib and Sleem 2014)

O IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) necessita passar por um processo de cristalização em duas fases. Seus blocos em sua fase pré-sinterizada apresentam um volume de 40% de fração cristalina, composta por cristais de metassilicato de lítio de aproximadamente 0,2 a 1,0 μm . Nesta fase o IPS e.max CAD exibe uma resistência flexural reduzida, de 130 a 150 MPa, possibilitando assim o processo de usinagem e ajustes intra-orais das restaurações previamente ao processo final de cristalização. A cristalização destas próteses ocorre em vácuo a uma temperatura de 850°C por 80 minutos. A fração cristalina de metassilicato de lítio se transforma na fase de dissilicato de lítio de cerca de 1,5 μm , com uma fração de 70% do volume. É neste estágio onde o bloco de IPS e.max CAD perde sua cor azulada característica e passa adquirir a cor (matiz) de dente natural desejada (Guess, Schultheis et al. 2011).

2.3 CAD/CAM

A tecnologia CAD / CAM permitiu que os cirurgiões dentistas realizassem restaurações com material cerâmico em uma única consulta (Miyazaki and Hotta 2011). Inicialmente, o bloco cerâmico parcialmente cristalizado pode ser fresado e modelado por computador. Durante o tratamento térmico de pós-fresagem, a restauração cerâmica irá adquirir maior resistência e sua densidade total. Ao mesmo tempo, a cor inicialmente azulada muda para um tom semelhante ao dente, com translucidez e brilho aprimorados. Enquanto as infraestruturas cerâmicas à base de alumina ou zircônia requerem camadas adicionais de porcelana para adquirirem características estéticas, as cerâmicas vítreas de dissilicato de lítio possuem propriedades ópticas superiores por si só. Portanto, o bloco cerâmico de dissilicato de lítio pode ser usinado até o contorno final da restauração, com apenas um procedimento de personalização (maquiagem) para proporcionar uma aparência mais realista. Considerando que a complicação mais frequentemente encontrada nas restaurações de cerâmica pura, é o lascamento da porcelana de cobertura, a fabricação de uma peça monolítica, pode ser vista uma como grande vantagem (Lin, Ercoli et al. 2012, Kang, Chang et al. 2013).

A zircônia é um tipo de cerâmica usinável com notáveis propriedades biomecânicas (Li, Chow et al. 2014). No entanto, a superfície de zircônia é densa, não reativa e resistente à corrosão ácida. Assim, a sua ligação a cimentos resinosos e porcelanas é quase nula (Aboushelib, Kleverlaan et al. 2007, Della Bona, Corazza et al. 2014). Além disso, a zircônia é opaca, e sua estética pode não ser ideal para restaurações anteriores (Yilmaz, Nemli et al. 2011). Seus blocos CAD / CAM, como o Cercon (Dentsply, DeguDent) , são fabricados com sinterização parcial, o que possibilita sua fresagem (Denry and Holloway 2010). Contudo, seu design deve compensar o encolhimento de aproximadamente 25% que ocorre durante a cristalização final (Guess, Schultheis et al. 2011). Enquanto, os dissilicatos de lítios para CAD / CAM comercialmente disponíveis são cerâmicas parcialmente cristalizadas, de fácil fresagem, que podem ser condicionadas com ácido fluorídrico, o que possibilita uma forte ligação com os cimentos resinosos (Leung, Tsoi et al. 2015, Homaei, Farhangdoost et al. 2016).

Os blocos de materiais restauradores usináveis são fabricados sob condições bem controladas, resultando em uma microestrutura uniforme e de alta confiabilidade (Miyazaki, Hotta et al. 2009, Peampring and Sanohkan 2014). Os blocos cerâmicos de dissilicato de lítio para CAD / CAM foram inicialmente disponibilizados exclusivamente por um único fabricante, porém recentemente, um novo sistema de blocos de cerâmicos (Rosetta SM, Hass, Gangneung, Coréia) foi lançado (Kang, Chang et al. 2013).

No IPS e.max Press a cristalização é controlada, uma vez que é realizada industrialmente. Enquanto no IPS e.max CAD são dois processos de cristalização. O primeiro é realizado industrialmente e produz o material na fase metassilicato (Li_2SiO_3), o segundo é concluído na clínica ou laboratório, através do tratamento térmico. A fase de metassilicato se dissolve e se cristaliza em dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) (Zheng, Wen et al. 2008). Esta reação é controlada pelos agentes nucleantes (HEADLEY and LOEHMAN 1984, Fernandes, Tulyaganov et al. 2008). Uma maior concentrações destes agentes, gera uma microestrutura mais densa porém com cristais menores e esféricos (Wen, Zheng et al. 2007). Esta morfologia esférica não permite que os cristais formem uma microestrutura tão interligada (von Clausbruch, Schweiger et al. 2000), reduzindo assim as propriedades mecânicas da cerâmica (Thompson, Anusavice et al. 1995). Concomitantemente, a maior densidade

torna o material mais opaco, à medida que a dispersão da luz é reduzida (Anusavice, Zhang et al. 1994, Vichi, Carrabba et al. 2014). Embora a opacidade possa ser melhorada pela adição de alguns pigmentos ao vidro, sem modificar a resistência à flexão (Anusavice, Zhang et al. 1994, Yuan, Wang et al. 2014), o resultado final depende do volume e do tamanho dos cristais, do que do efeito causado por um determinado composto adicionado propositadamente (Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017)

De acordo com Zhang (Zhang, Lee et al. 2013) e Oh (Oh, Dong et al. 2000), os cristais IPS e.max Press apresentam $\approx 4 \mu\text{m}$ de comprimento, $\approx 0,6 \mu\text{m}$ de largura e se dispõem paralelamente. Enquanto que para IPS e.max CAD, estes exibem $\approx 1 \mu\text{m}$ de comprimento, $\approx 0,4 \mu\text{m}$ de largura e são orientados aleatoriamente. O alinhamento dos cristais em relação ao longo eixo da direção da prensagem, juntamente a microestrutura interligada (Denry and Holloway 2004) são relatados como importantes fatores de inibição da propagação das fissuras. Melhorando assim a resistência à flexão do dissilicato de lítio injetável (Holand, Schweiger et al. 2000, von Clausbruch, Schweiger et al. 2000, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

2.4 RESISTENCIA A FLEXÃO

O sucesso de uma restauração odontológica está relacionado a fatores intrínsecos ao paciente como a força mastigatória (Gibbs, Lundeen et al. 1981) e ao tipo de material utilizado e o seu processamento os quais determinam as sua microestrutura e conseqüentemente suas propriedades finais (Tinschert, Natt et al. 2007). A resistência à fratura é considerada uma propriedade condicional, pois está relacionada à geometria, volume do espécime, condições de carregamento e a concentração de tensões (Kelly 1995). Assim, é importante seguir as normas para a reliazação dos ensaios. A resistência mecânica na área odontológica é medida usando a norma X. De acordo com Zhang (Zhang, Lee et al. 2013) e Oh (Oh, Dong et al. 2000), os cristais IPS e.max Press apresentam $\approx 4 \mu\text{m}$ de comprimento, $\approx 0,6 \mu\text{m}$ de largura e se dispõem paralelamente. Enquanto que para IPS e.max CAD, estes exibem $\approx 1 \mu\text{m}$ de comprimento, $\approx 0,4 \mu\text{m}$ de largura e são orientados aleatoriamente. O alinhamento dos cristais em relação ao longo eixo da direção da prensagem, juntamente a microestrutura interligada (Denry and Holloway 2004) são relatados

como importantes fatores de inibição da propagação das fissuras. Melhorando assim a resistência à flexão do dissilicato de lítio injetável (Holand, Schweiger et al. 2000, von Clausbruch, Schweiger et al. 2000, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

Nas extremidades dos defeitos e trincas ocorre uma concentração da tensão aplicada que depende da geometria e orientação dessa trinca. Por esse motivo, defeitos são conhecidos como fatores de concentração de tensões. Todos os materiais frágeis apresentam trincas e pequenos defeitos de tamanho, orientação e geometria diferentes. Então durante aplicação da carga, a falha irá ocorrer quando o valor real da resistência à fratura do material for excedido na extremidade de um desses defeitos. Ensaio de resistência à flexão em três, quatro pontos, em extremidade livre ou biaxial tem sido amplamente utilizados para determinar a resistência dos materiais cerâmicos. Pois durante um ensaio de flexão, somente uma pequena camada superficial é exposta a uma tensão de tração (Zeng, Oden et al. 1996, Apholt, Bindl et al. 2001, Chong, Chai et al. 2002, Guazzato, Albakry et al. 2004, Guazzato, Quach et al. 2005).

Neste tipo de ensaio, as vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio demonstraram taxas de resistência a fratura de 300-400 MPa, enquanto vitrocerâmicas reforçadas por leucita apresentam 112 MPa em média. Quando se analisa a tenacidade a fratura, as reforçadas por dissilicato de lítios apresentam resultados de 2,8-3,5 MPa.m^{1/2} em comparação a 1,3 MPa.m^{1/2} em média das reforçadas por leucita (Holand, Schweiger et al. 2000, Raigrodski 2004).

Porém este tipo de ensaio também é sensível ao acabamento da superfície e a presença de cantos no espécime (Ritter 1995). Em testes de flexão o IPS e.max CAD apresenta valores médios de resistência flexural que variam de 336 a 356 MPa. E segundo o catálogo do fabricante, o mesmo apresenta valores de resistência flexural de em média 360MPa (Sedda, Vichi et al. 2014). Neste mesmo tipo de ensaio, foi realizada a análise de módulo flexural e o IPS e.max CAD obteve resultados médios de 95 GPa

Para a formulação destinada a processamento em CAD/CAM, Sedda et al. (Sedda, Vichi et al. 2014) avaliou a diferença da resistência à flexão de acordo com a opacidade do material e registrou resultados de 336,06 MPa para o HT, 376,85 MPa para o LT e 272,61 MPa para o MO. Lien et al. (Lien, Roberts et al. 2015) registrou

367 MPa. Porém, a opacidade do IPS e.max CAD testado não foi indicada. Em relação à formulação Press, Luo et al. (Xiaoping, Dongfeng et al. 2014) relataram para o IPS e.max Press HT maior resistência à flexão (384MPa) do que a obtida por Fabian Fonzar, Carrabba et al. (316 MPa) (Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017). Atualmente, a literatura indica uma faixa média de valores para resistência a flexão de 251 MPa a 407 MPa, encontrado para vitrocerâmicos de dissilicato de lítio não exclusivamente referentes ao IPS e.max (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Cattell, Palumbo et al. 2002, Nakamura, Ohyama et al. 2002, Albakry, Guazzato et al. 2003, Albakry, Guazzato et al. 2004, Xiaoping, Dongfeng et al. 2014, Lien, Roberts et al. 2015, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

Ao utilizar diferentes concentrações de diferentes agentes, a microestrutura é modificada e a cerâmica vítrea altera suas propriedades mecânicas e estéticas (HASSELMAN and FULRATH 1966, Anusavice and Zhang 1997). Particularmente, para que seja obtida a tonalidade e translucidez desejada, são utilizados alguns óxidos, que atuam como agentes de co-nucleação. Esses óxidos interagem com os processos de nucleação e cristalização, afetando o tamanho dos cristais e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas e físicas (Anusavice, Zhang et al. 1994, Anusavice, Zhang et al. 1994). Portanto, mudanças na translucidez no IPS e.max causam alterações em suas propriedades mecânicas, no entanto, tais informações não são discriminadas pelo fabricante (Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

Recentemente um achado relativamente baixo de resistência à flexão foi encontrado para a o material CAD de translucidez MO (273 MPa) (Sedda, Vichi et al. 2014). Indo de acordo com Fabian Fonzar, Carrabba et al. que obtiveram resultados semelhantes quando compararam amostras de e.max Press e CAD, também na translucidez MO. A diferença na composição e processamento, podem explicar o resultado de resistência à flexão superior das amostras MO Press em comparação com as CAD (Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

Nas vitrocerâmicas a base dissilicato de lítio (IPS e.max), as trincas se propagam preferencialmente através da fase vítrea, assim como nas vitrocerâmicas contendo fases cristalinas de leucita e flúor apatita, entretanto os cristais de dissilicato de lítio são mais eficientes na deflexão da trinca e ramificação de fissuras (Della Bona, Mecholsky et al. 2004, Apel, Deubener et al. 2008, Lohbauer, Muller et al. 2008, Mitov,

Lohbauer et al. 2008). Belli, Geinzer et al. encontraram valores médios de resistência à flexão na faixa de 200 MPa, considerada baixa para o dissilicato de lítio (na faixa de 400 MPa) (Belli, Geinzer et al. 2014). Os valores reduzidos de resistência à flexão foram provavelmente devidos a defeitos externos e internos nos espécimes, como porosidade, microfissuras e falhas internas e externas (Marshall and Ritter 1987, Albakry, Guazzato et al. 2004, Song and Yin 2010, Ruschel, Maia et al. 2014).

A espessura da amostra e algumas outras variáveis afetam os resultados experimentais, e é por isso que na literatura existe uma ampla gama de valores demonstrados para esta propriedade mecânica específica. Por exemplo, a resistência à flexão do dissilicato de lítio foi relatada de 260 MPa (Belli, Geinzer et al. 2014) para 397 MPa (Coldea, Swain et al. 2013, Homaei, Farhangdoost et al. 2016)

A segunda causa mais frequente de insucesso clínico é a fratura da infraestrutura da restauração (Gonzaga, Okada et al. 2009). Cerâmicas são materiais inerentemente frágeis, e propensos a se fraturarem sob forças de flexão excessivas. Em circunstâncias intra-orais, as restaurações devem possuir resistência suficiente para suportar as forças mastigatórias repetidamente. A resistência à flexão ordinariamente representa a capacidade de tolerar a força mastigatória (Charlton, Roberts et al. 2008). A estrutura monolítica do dissilicato de lítio resiste ao estresse mastigatório dissipando-o por toda a restauração. A distribuição uniforme do estresse, sem locais de concentração, é crucial para o sucesso clínico, uma vez que a falha das cerâmicas odontológicas está intimamente relacionada não apenas à porosidades e defeitos na superfície, mas também à degradação interna (Kang, Chang et al. 2013).

Ao contrário dos materiais dúcteis, uma trinca não se inicia espontaneamente em materiais cerâmicos frágeis. Tipicamente, ela é iniciada a partir de quaisquer defeito pré-existente. Concentrações de estresse localizado são gerados quando cargas maiores que os níveis suportáveis são aplicadas (Ritchie, Gilbert et al. 2000, Vult von Steyern, Ebbesson et al. 2006, Homaei, Farhangdoost et al. 2016).

Defeitos extrínsecos e intrínsecos causados pelo método de fabricação (Griggs, Thompson et al. 1996), ajuste oclusal (Kitazaki, Takahashi et al. 2001), ou fresagem (Flury, Lussi et al. 2010) são encontrados em restaurações de cerâmica. A presença dessas irregularidades pode depender do tipo da microestrutura da cerâmica utilizada (Aksoy, Polat et al. 2006, Sasahara, Ribeiro Fda et al. 2006, Al-Shammery, Bubb et

al. 2007, Nakamura, Hojo et al. 2009). Porém, como as cerâmicas são suscetíveis a trincas, um “Glaze” cerâmico é utilizado para reduzir as falhas da superficiais e criar uma camada densa, lisa e homogênea (Griggs, Thompson et al. 1996, Hung, Lai et al. 2008, Nakamura, Hojo et al. 2010). Conseqüentemente, o número de locais de concentração de tensões é reduzido e a resistência à propagação de trinca é aumentada (Jagger and Harrison 1994, de Jager, Feilzer et al. 2000, Fischer, Schafer et al. 2003, Nakamura, Hojo et al. 2010, Gonzaga, Cesar et al. 2011). O ajuste oclusal ou interno de uma restauração cerâmica remove a camada de glaze, introduz defeitos e aumenta a rugosidade da superfície (Griggs, Thompson et al. 1996, Ruschel, Maia et al. 2014). O polimento melhora a resistência das vitrocerâmicas, removendo os defeitos criados na superfície durante os ajustes (Cook, Lawn et al. 1981, Lawson, Bansal et al. 2016).

Restaurações odontológicas são repetidamente expostas a mudanças de temperatura na cavidade oral, causadas por alimentos e bebidas; essas flutuações de temperatura afetam negativamente as propriedades dos materiais (Gale and Darvell 1999, Ankyu, Nakamura et al. 2016). Além disso, o estresse mecânico gerado durante a mastigação, induz falhas microscópicas, que crescem ao longo dos ciclos de estresse nos materiais, resultando na fratura por fadiga (Ankyu, Nakamura et al. 2016).

Os mecanismos extrínsecos de endurecimento são regidos principalmente pela interação da direção da trinca com a microestrutura cristalina, restringindo assim a redução da resistência, ocasionada pelos mecanismos de corrosão do vidro. As diferenças entre o e.max Press e e.max CAD estão relacionadas principalmente as dimensões menores de cristal do segundo (Belli, Geinzer et al. 2014).

Comum a todas as cerâmicas que contêm vidro, a corrosão sob tensão atua como o mecanismo importante, reduzindo sua resistência à fratura e a vida útil clínica (Michalske, Smith et al. 1991). Para as cerâmicas dentárias, estudos relataram que os valores de crescimento subcrítico de trinca dependem da quantidade de fase vítrea presente. Para compósitos com baixo teor de vidro como alumina infiltrada por vidro e alumina infiltrada por vidro reforçada por zircônia, a matriz vítrea ainda representa o principal caminho de propagação das fissuras (Guazzato, Albakry et al. 2004), porém, ainda sim apresentam valores de crescimento subcrítico de trinca superiores a porcelanas feldspáticas ricas em vidro e vitrocerâmicas à base de silicatos (Michalske,

Smith et al. 1991, Lohbauer, Petschelt et al. 2002, Taskonak, Griggs et al. 2008, Gonzaga, Cesar et al. 2011).

2.5 NORMA ISO

A norma ISO 6872 divide os materiais odontológicos em dois tipos, tipo I são produtos cerâmicos em forma de pó, pasta ou aerossol e tipo II são na forma monolítica. A utilização dos materiais do tipo II é definida com base nas propriedades de solubilidade química e resistência a flexão (ISO 2015). O quadro 1 mostra esses valores e o uso indicado para cada conjunto.

Quadro 1: Classificação da indicação da aplicação das cerâmicas para próteses odontológicas baseada nos seus valores de resistência [adaptado de (ISO 2015)].

Classe	Recomendações clínicas	Resistência à flexão mínima [MPa]
1	a) Cerâmica estética para cobertura de metal ou de cerâmica. b) Cerâmica estética: unidade única próteses anteriores, <i>facetras</i> , <i>inlays</i> ou <i>onlays</i> .	50
2	a) Cerâmica estética: adesivamente cimentada, estrutura cerâmica usada para unidade única de próteses anteriores ou posteriores.	100
	b) Adesivamente cimentada, subestrutura cerâmica usada para unidade única de próteses anteriores ou posteriores.	100
3	Cerâmica estética: cimentada não adesivamente, única unidade, próteses anteriores e posteriores.	300
4	a) Subestrutura cerâmica cimentada não adesivamente, única unidade, próteses anteriores e posteriores.	300
	b) Subestrutura cerâmica para próteses de três unidades não envolvendo restauração molar.	
5	Subestrutura cerâmica para próteses de três unidades envolvendo restauração molar.	500
6	Subestrutura cerâmica para próteses envolvendo quatro ou mais unidades.	800

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo teve como objetivo caracterizar a microestrutura e determinar a resistência flexural dos materiais cerâmicos experimentais (metassilicato de lítio, dissilicato de lítio CAD/CAM e injetável).

O objetivo específico foi testar as seguintes hipóteses nulas:

- I - Não há diferença entre a microestrutura dos materiais experimentais em relação ao material comercial.
- II - Não há diferença na resistência flexural dos materiais experimentais em relação ao material comercial.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo, foram analisados quatro materiais cerâmicos: o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), utilizado como controle positivo, e três vitrocerâmicas experimentais desenvolvidas pelo LaMaV-UFSCar (Laboratório de Materiais Vítreos, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos). Entre as vitrocerâmicas duas são reforçadas por dissilicato de lítio, sendo uma para processamento por injeção a quente e a outra por CAD/CAM e a terceira é reforçada por metassilicato de lítio também para processamento em CAD/CAM. A tabela 1, descreve os materiais utilizados, suas composições, fabricantes e tipo.

Tabela 1 – Materiais utilizados e suas características. * Dado do catálogo do fabricante (Vivadent 2017) e dado fornecido pelo LaMaV.

Material	Composição	Fabricante	Tipo
IPS e.max CAD*	57–80% SiO ₂ , 11–19% Li ₂ O, 1–14% La ₂ O ₃ , 0–14% K ₂ O	Ivoclar Vivadent	Controle positivo
Dissilicato de Lítio (CAD/CAM)** LaMav CAD	57–80% SiO ₂ , 11–19% Li ₂ O, 1–14% La ₂ O ₃ , 0–14% K ₂ O	LaMaV UFSCar	Experimental
Dissilicato de Lítio (Injetável)** LaMaV Press	57–80% SiO ₂ , 11–19% Li ₂ O, 1–14% La ₂ O ₃ , 0–14% K ₂ O	LaMaV UFSCar	Experimental
Metassilicato de Lítio**	50-70% SiO ₂ ; 27-42 Li ₂ O e Na ₂ O, CaO, MgO, K ₂ O, BaO, ZnO, SrO, Al ₂ O ₃ , ZrO ₂	LaMaV UFSCar	Experimental

Foram avaliadas a morfologia da microestrutura dos materiais por microscopia eletrônica de varredura (MEV), a resistência flexural através de ensaios de flexão a 4 pontos e a resistência a fadiga flexural também através de ensaio de flexão a 4 pontos.

4.1 AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

4.1.1 OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES

Os espécimes foram obtidos através do corte de blocos cerâmicos maiores com disco diamantado (Isomet Low Speed Saw, Buehler) sob refrigeração com água, originando blocos cerâmicos de dimensões de 6,0 x 6,0 x 5,0 mm de altura (figura 1). Dois espécimes para cada material experimental e dois para o grupo controle foram confeccionados, totalizando oito espécimes analisados por MEV.



Figura 1 – bloco cerâmico para análise em microscópio eletrônico de varredura.

Os blocos já seccionados passaram por uma sinterização final, seguindo as seguintes instruções:

- Blocos do grupo controle positivo (IPS e.max CAD) passaram pela sinterização final seguindo as instruções do fabricante (Ivoclar Vivadent);
 - Blocos do dissilicato de lítio experimental passaram pela sinterização final em forno (Alumini Sinter Press, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil) a uma temperatura de 850°C por 80 min;
 - Blocos de metassilicato de lítio não necessitaram de tratamento térmico, pois sua forma de usinagem já é sua forma final de trabalho.
-

- Blocos do dissilicato de lítio experimental injetável foram obtidos a partir da criação de padrões retangulares de resina Duralay (Reliance, Dental MFG CO., Worth, IL) com dimensões de 8,0 mm x 6,0 mm x 20,0 mm , a partir de uma matriz de silicone. Os mesmos foram incluídos em revestimento Gilvest HS (Bradent), e eliminados em um forno de queima (7000-5P, EDG Equipamentos Ltda., São Carlos, Brasil), por aquecimento do molde refratário. Ao mesmo tempo, os lingotes do material cerâmico e o êmbolo de alumina foram aquecidos 3°C por minuto até 850°C e mantidos assim por 90 minutos. Após o procedimento descrito, revestimento, êmbolo e lingote foram transferidos para uma forno (Alumini Sinter Press, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil) que aumentou a temperatura até 1180 ° C e pressionou automaticamente o lingote derretido para o molde. Depois de prensadas e resfriadas em temperatura ambiente, as amostras foram retiradas do revestimento com pérolas de vidro de 50 µm à uma pressão de 2 bar. Então, passaram por limpeza em ultrassom com Invex Líquido (Ivoclar-Vivadent) durante 10 minutos, seguido de limpeza em água corrente e secagem com ar comprimido. Por fim, os espécimes foram cortados com disco diamantado sob-refrigeração (Isomet Low Speed Saw, Buehler).

Como as seis superfícies dos blocos são similares, foi selecionada uma delas e regularizada com lixas abrasivas de granulação 330, 600, 800 e 1200 em uma politriz metalográfica de baixa velocidade.

A superfície do bloco regularizado de cada material, recebeu um tratamento com ácido hidrofúorídrico 10% em gel (Condicionador de Porcelana Angelus) por 20 segundos e em seguida, foi lavada por 30 segundos com água e seca com jatos de ar. O bloco do material Metassilicato de Lítio recebeu o ataque ácido por apenas 10 segundos, diferente dos demais.

Uma amostra de cada um dos materiais não teve sua superfície tratada previamente à análise em microscopia eletrônica de varredura para ser utilizada como um padrão sem tratamento de superfície.

4.1.2 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Todas as amostras foram revestidas com ouro no equipamento da marca Quorum Technologies, modelo Q150R ES, e examinadas no microscópio da marca Philips, modelo XL-30 (FEG), do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE – UFSCar). Foi realizada uma caracterização qualitativa da morfologia da microestrutura exposta do material após o tratamento de superfície proposto.

4.2. ENSAIOS MECÂNICOS

4.2.1 CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES

Foram utilizados blocos dos materiais destinados CAD/CAM (IPS e.max CAD, Dissilicato de Lítio CAD/CAM e Metassilicato de Lítio), enquanto que para o material a base de dissilicato de lítio destinado ao processamento por injeção a quente foram utilizados blocos de 8,0 mm x 6,0 mm x 20,0 mm, criados seguindo as mesmas especificações dos utilizados para análise em MEV citado a cima.

Todos os blocos foram fixados com cola Araldite (Brascola) a um dispositivo cilíndrico metálico de base plana e adaptado à máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, LakeBluff, IL, EUA). Cada bloco foi cortado em formato retangular com disco diamantado a 275 rpm sob intensa refrigeração nas dimensões de 1,2 mm x 4,0 mm x 18,0 mm (Figura 2).

Após o corte, foram obtidos 15 espécimes de cada grupo, totalizando 60 (n=15). Os quatro cantos longitudinais dos espécimes foram biselados utilizando-se um dispositivo desenvolvido para essa finalidade, gentilmente cedido pela Profa. Dra. Ana Flavia Sanches Borges do departamento de Dentística, Endodontia e Materiais Odontológicos da FOB-USP, e uma sequência de lixas de granulação 600, 800 e 1200 adaptadas em uma politriz semi-automática Ecomet 4 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). A largura do chanfro foi padronizada em 0,1 mm como preconiza a norma ISO 6872 (ISO 2015). Para isso, a abertura do dispositivo foi fixada em 0,1 mm com um ângulo de 90° entre suas paredes.

Os cortes e realização do biséis foram realizados nas barras na fase meta, devido possuir maior usinabilidade, resultando em um menor desgaste da ferramenta. Após esta etapa passaram por tratamento térmico, seguindo as mesmas especificações utilizadas nos espécimes utilizados para análise em MEV descritas no item x.

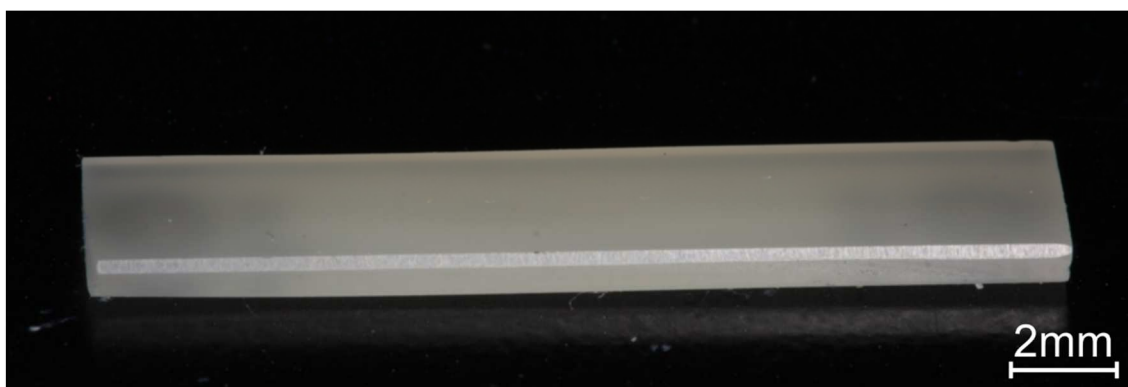


Figura 2 – Barra da amostra X após a confecção dos biséis

Após os tratamentos realizados nas amostras do grupo controle e do Dissilicato LaMaV, todos os espécimes dos quatro materiais testados tiveram suas 4 superfícies polidas com lixas abrasivas de granulação de 600, 800, 1200 e 4000 adaptadas a uma politriz semi-automática Ecomet 4 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA).

4.2.2 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A resistência à flexão em quatro pontos foi determinada de acordo com a norma ISO 6872 (ISO 2015) utilizando-se máquina universal de ensaios MTS 810 (Material Test System, Minneapolis, EUA), com célula de carga de 10 N em velocidade constante de 0,75 mm/min. As dimensões dos espécimes foram mensuradas previamente ao ensaio de flexão com um paquímetro digital (Mitutoyo, São Paulo, Brasil). Para a realização do ensaio de flexão em quatro pontos, os espécimes foram colocados sobre um dispositivo (figura 3), mantendo-se a distância de 8 mm entre os apoios cilíndricos superiores e 16 mm entre os apoios cilíndricos inferiores (figura 4 e 5)

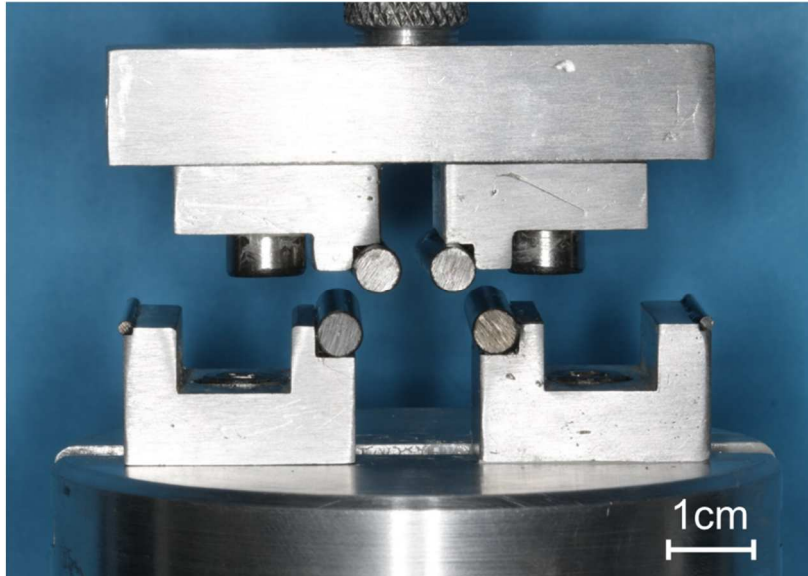


Figura 3 – Dispositivo flexão em quatro pontos.

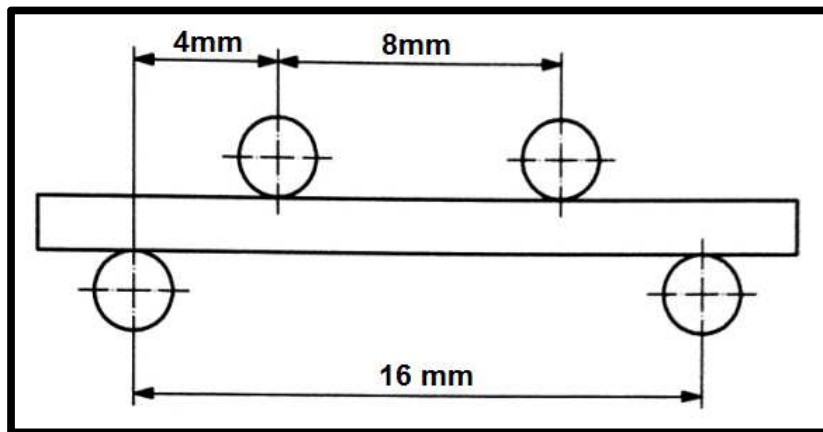


Figura 4 – Diagrama do “set-up” utilizado nos testes de resistência flexural e resistência à fadiga flexural, Imagem fonte ISO 6872 (ISO 2015).

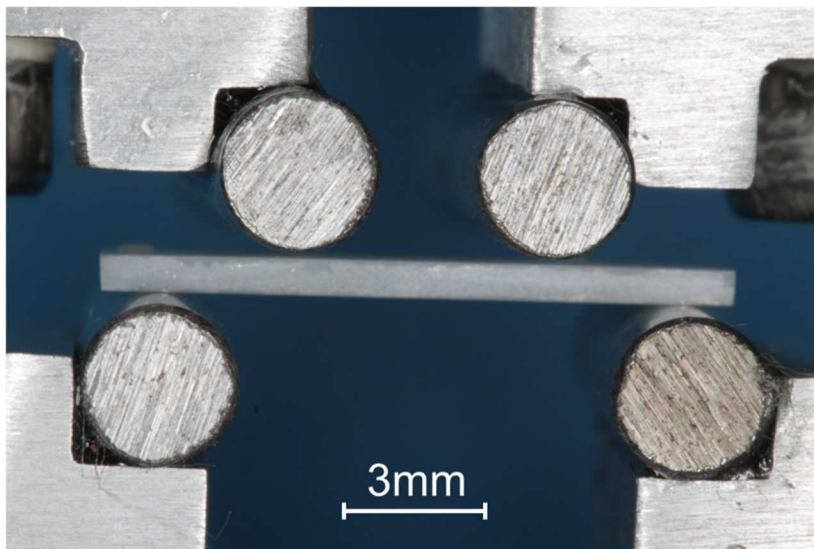


Figura 5 – Espécime posicionado no dispositivo.

Os valores de resistência à flexão foram determinados de acordo com a equação 1.

$$\sigma_{in} = \frac{3Pd}{wb^2}$$

* onde P é a carga de fratura (N), d é a distância entre os apoios inferiores (16 mm), w é a largura do espécime (mm) e b é a espessura do espécime (mm).

4.2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados dos testes mecânicos executados foram submetidos a tratamento estatístico para sua posterior discussão. O teste utilizado foi o de Análise de Variância a um critério (One-Way ANOVA), adotando nível de significância de $\alpha=5\%$, O teste de Tukey foi utilizado para comparações múltiplas.

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As imagens de MEV demonstraram haver diferença nos padrões morfológicos da microestrutura dos materiais analisados após o tratamento de superfície utilizado.

5.1.1 IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) (figura 6 e 7)

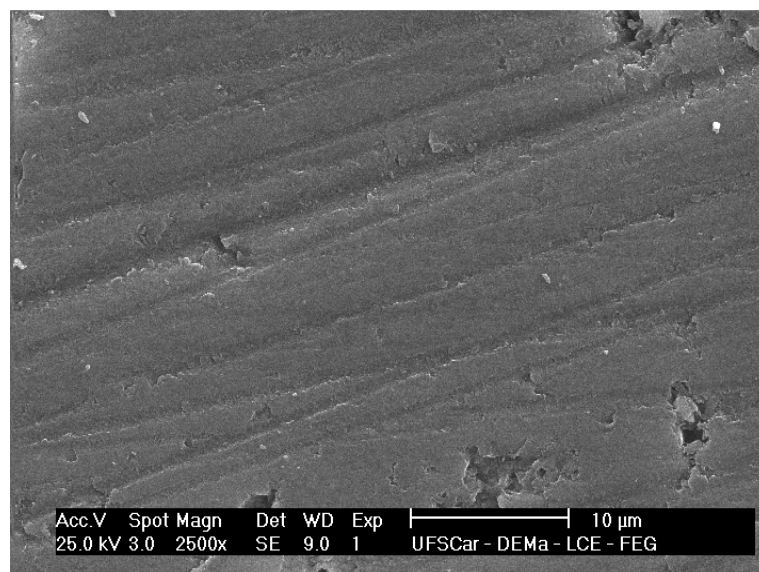


Figura 6 - Imagem de MEV do material comercial IPS E.max CAD sem tratamento de superfície.

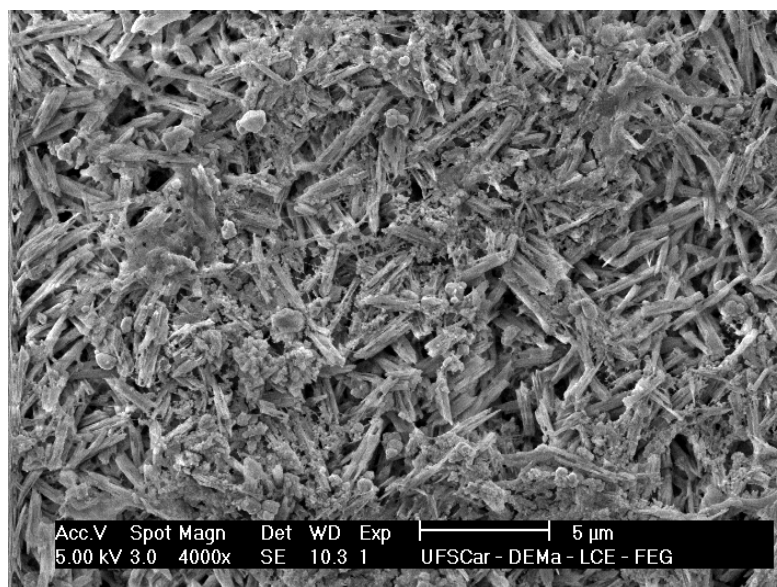


Figura 7 - Imagem de MEV do material comercial IPS E.max CAD após o tratamento de superfície.

5.1.2 Dissilicato de lítio experimental CAD (figura 8 e 9)

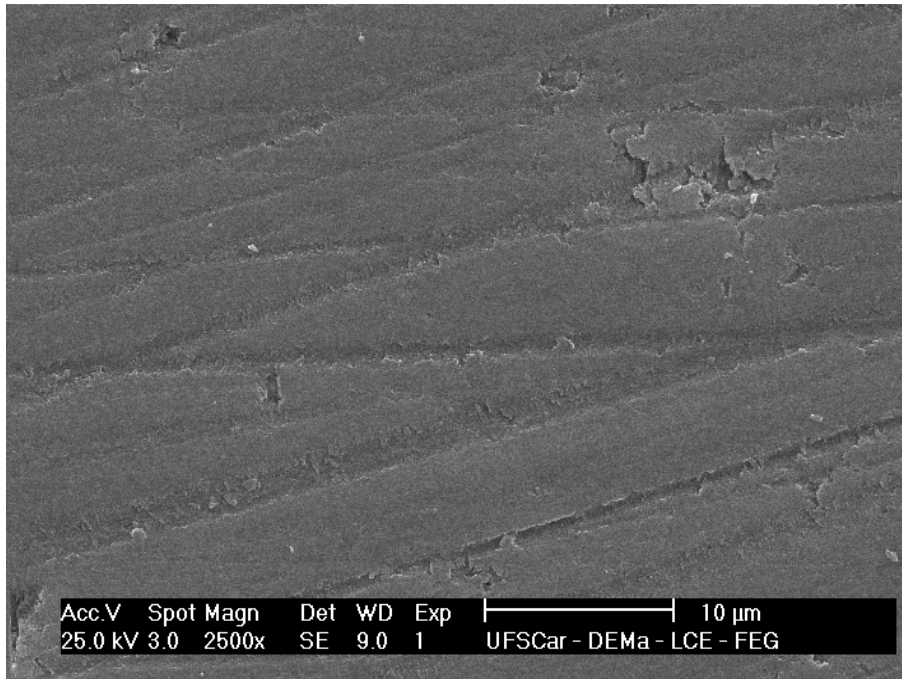


Figura 8 - Imagem de MEV do material dissilicato de lítio experimental CAD sem tratamento de superfície.

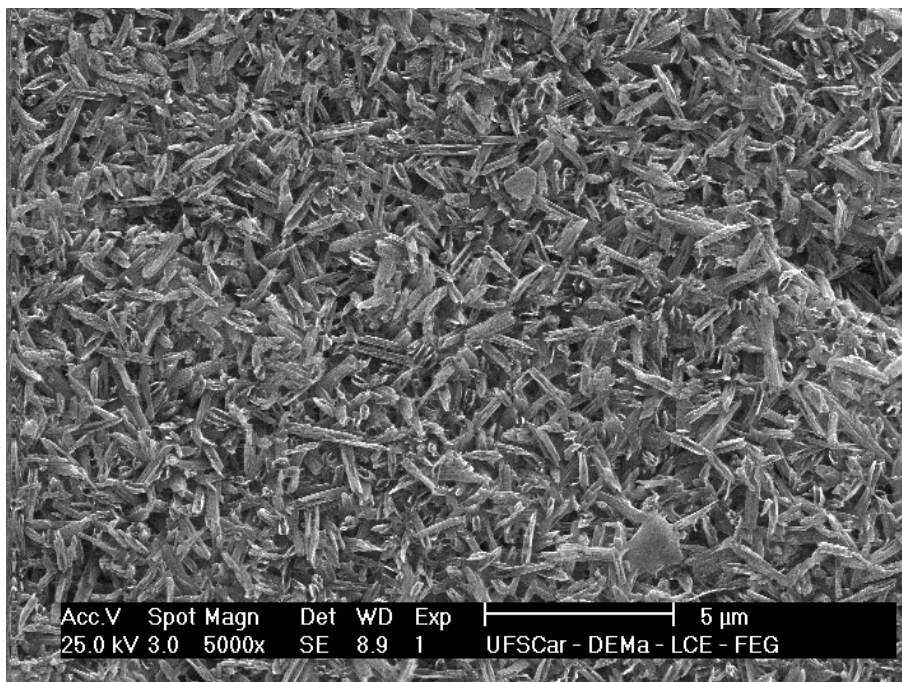


Figura 9 - Imagem de MEV do material dissilicato de lítio experimental CAD após o tratamento de superfície.

5.1.3 Metassilicato de lítio experimental CAD (figura 10 e 11)

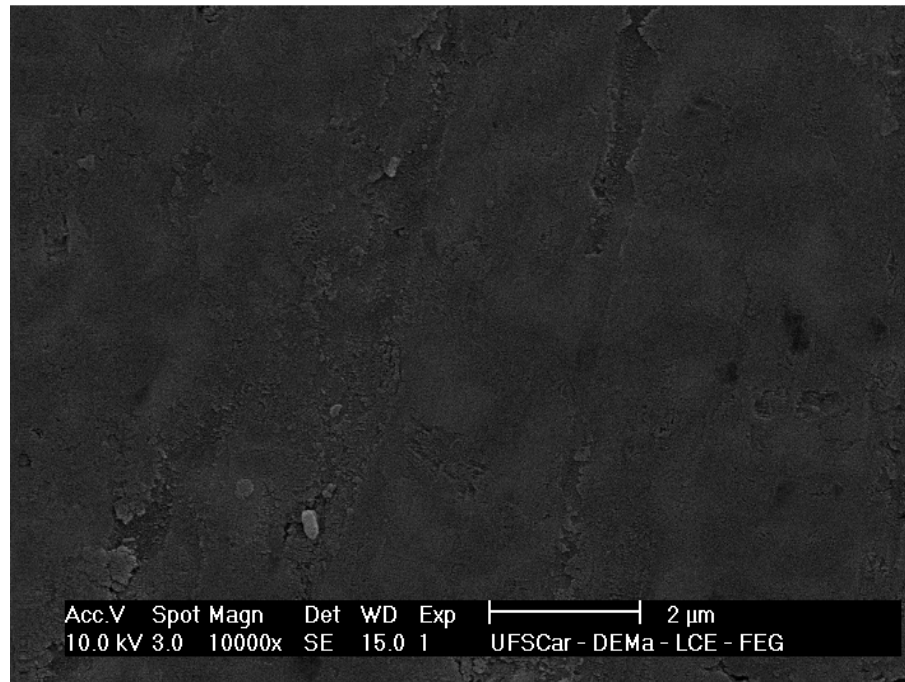


Figura 10- Imagem de MEV do material metassilicato de lítio experimental CAD sem tratamento de superfície.

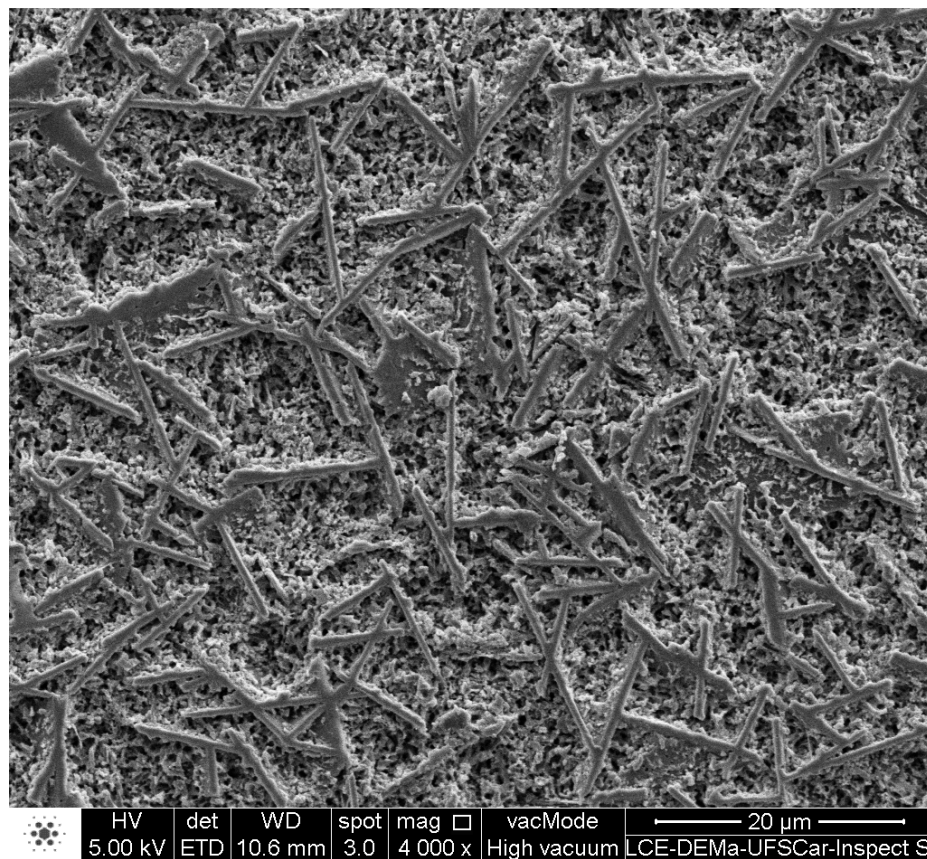


Figura 11- Imagem de MEV de espécimes do material metassilicato de lítio experimental CAD após o tratamento de superfície (10 segundos).

5.1.4 Dissilicato de lítio experimental Press (figura 12 e 13)

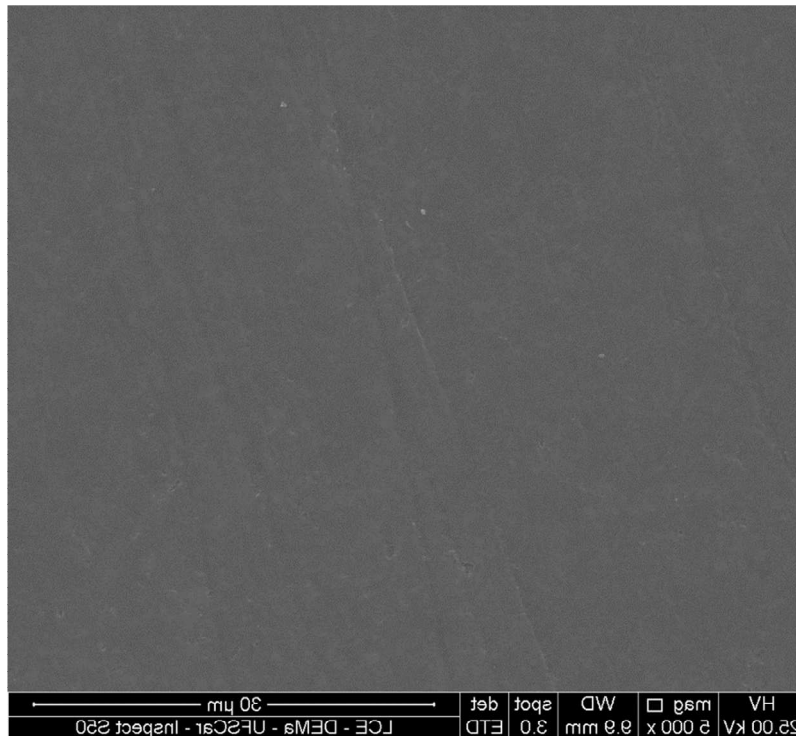


Figura 12- Imagem de MEV de espécimes do material diissilicato de lítio experimental injetável sem o tratamento de superfície.

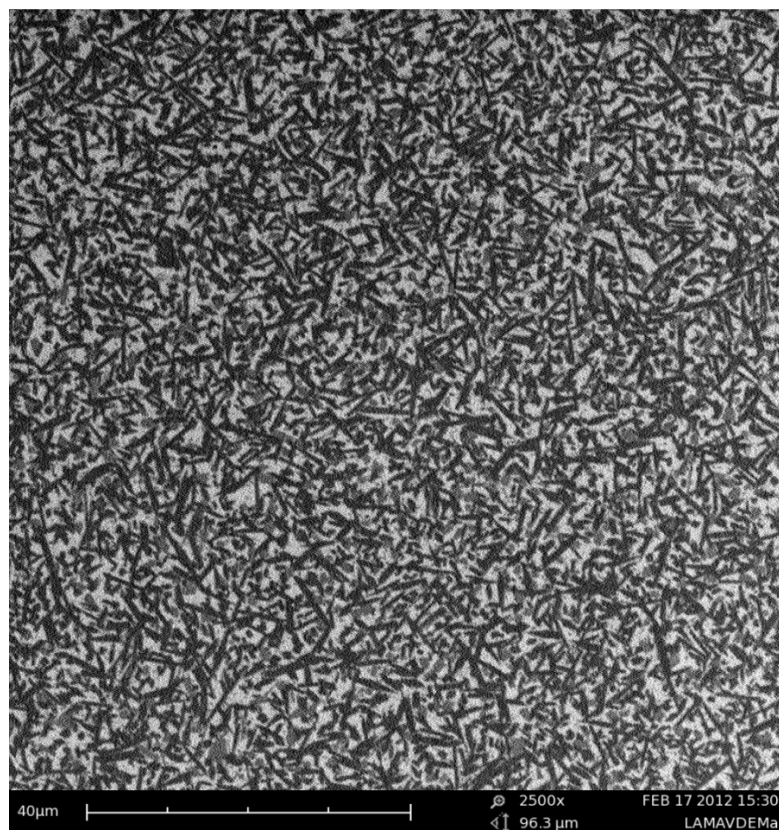


Figura 13 - Imagem de MEV de espécimes do material diissilicato de lítio experimental injetável após o tratamento de superfície.

5.2 ENSAIOS DE RESISTENCIA À FLEXÃO

Os resultados de resistência à flexão obtidos para os três materiais experimentais testados e para o material comercial estão indicados na figura 14. Os valores obtidos pela análise estatística descritiva estão indicados na tabela 2.

Tabela 2 – Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência à flexão para os diferentes materiais cerâmicos experimentais e o material comercial (IPS e.max CAD).

Grupos	Resistência à flexão (MPa)
IPS e.max CAD	252,91 \pm 7,01
LaMaV CAD	271,22 \pm 34,66
DissLaMaV Press	228,16 \pm 34,66
Metassilicato	201,48 \pm 17,73

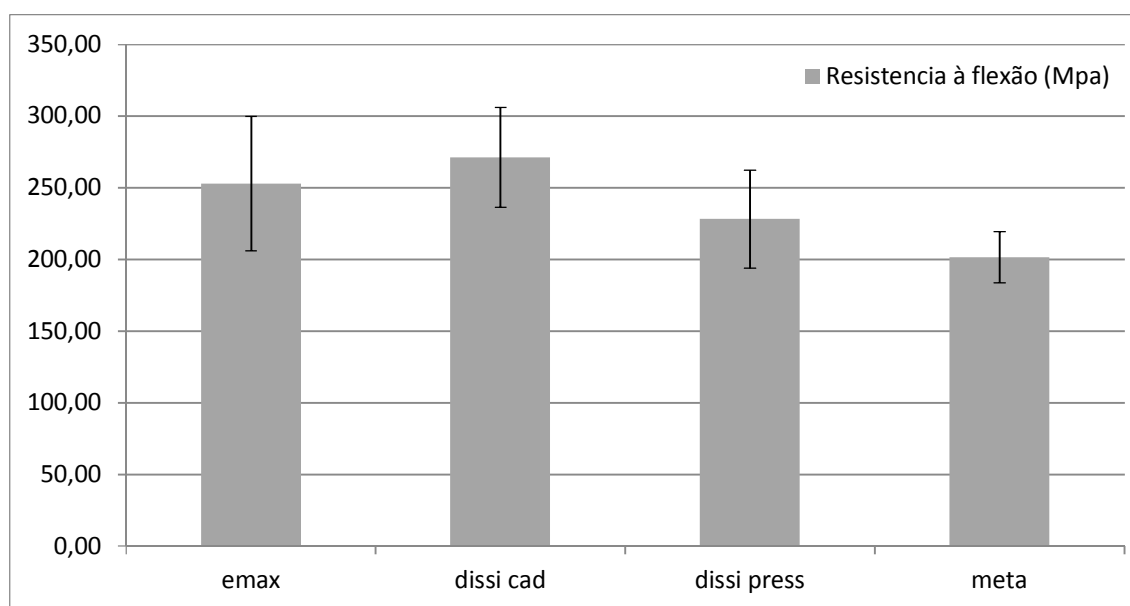


Figura 14 – Resistência à flexão a 4 pontos e desvios-padrão obtidos para as amostras de dissilicato e-max CAD.

O teste ANOVA a um critério demonstrou diferenças significativas para o fator avaliados (Tabela 3). Desta maneira, pode-se observar que ocorreu diferença nos valores de resistência entre os materiais avaliados e, portanto, a hipótese não foi aceita. O teste de Tukey foi utilizado para avaliar se houve diferença estatística entre os grupos, dados esses representados na tabela 4.

Tabela 3 - Resultado do teste de Análise de Variância a um critério (One-way ANOVA) (nível de significância de $\alpha=5\%$) para os fatores testados

Fonte de variação	SS	DF	MS	F	P
Entre grupos:	41117,8	3	13705,9	11,18	8,21E-06
Dentro dos grupos:	66224,8	54	1226,39	Permutação p (n=99999)	
Total:	107343	57	2,00E-05		
omega2:	0,3448				
Teste de Levene para homogeneidade de variância, a partir de médias	p	0,001898			
Teste de Levene, para medianas	p	0,007716			
Teste F de Welch no caso de variações desiguais : F=18,17, df=27,46, p=1,073E-06					

Tabela 4 - Comparação entre as médias da resistência no ensaio de flexão a 4 pontos.

	IPS e.max CAD	LaMaV CAD	DissLaMaV Press	Metassilicato
IPS e.max CAD		0,5017	0,2406	0,001402
LaMaV CAD	1,987		0,009025	0,000169
DissLaMaV Press	2,686	4,673		0,1838
Metassilicato	5,582	7,569	2,896	

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

A estética favorável, alta resistência à fratura e a ótima biocompatibilidade resultaram na popularidade das restaurações em cerâmica pura (Amin Salehi, Heshmat et al. 2012, Urapepon and Taenguthai 2015), dentre as quais, destacam-se as vitrocerâmicas, resultado de sua excelente propriedade estética, alta resistência à fratura, durabilidade de ligação entre a superfície preparada do dente e a cerâmica e técnica de fabricação simples através de injeção a quente ou tecnologia CAD/CAM (Kang, Chang et al. 2013). A cerâmica IPS e.max (Ivoclar Vivadent) é vitrocerâmicas a base de dissilicato de lítio disponível em diferentes tons e graus variáveis de translucidez (Bissasu and Al-Houri 2014, Li, Chow et al. 2014). A cerâmica IPS e.max é indicada para uso em próteses fixas dentais de até três unidades, podendo estender-se no máximo até primeiro pré-molar, bem como em coroas unitárias, inlays e onlays (Giordano 2006). Taxas de sobrevida de 97,4% a 100% em dois anos foram relatadas em ensaios clínicos para coroas individuais de IPS e.max CAD (Li, Chow et al. 2014). Em função disso, tem crescido o interesse dos cirurgiões dentistas pelo uso destas vitrocerâmicas de dissilicato de lítio (Mohammadibassir, Rezvani et al. 2019).

Apresentando uma fase cristalina composta 70% por cristais de dissilicato de lítio, envolta por uma matriz vítrea composta de SiO₂, as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio possuem em sua fase cristalina uma morfologia muito particular, em virtude de apresentarem cristais em forma de agulha de aspecto alongado (Holand, Schweiger et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011). Esta configuração da fase cristalina, juntamente a presença de interligações entre os cristais, proporcionam um aumento substancial a resistência flexural do material, uma vez que inibe a propagação de trincas (Aboushelib and Sleem 2014).

As vitrocerâmicas de dissilicato de lítio são ácido sensíveis, dado que, quando expostas a ácido hidrófluorídrico 10%, este interage com sua matriz vítrea, dissolvendo-a, expondo sua fase cristalina e criando irregularidades em sua superfície (Brum, Mazur et al. 2011, Kalavacharla, Lawson et al. 2014). A Ivoclar Vivadent, fabricante do IPS e.max, preconiza a utilização do ácido hidrófluorídrico 10% por um período de 20 segundos, para o condicionamento da superfície interna de duas restaurações. Visto que de acordo com Aboushelib e Sleem, o condicionamento ácido por

20 segundos permite a criação de amplas irregularidades na superfície do material assim como a formação de fendas também (Aboushelib and Sleem 2014).

Portando, no presente estudo optou-se em adotar o tratamento de superfície preconizado pela Ivoclar Vivadent (ácido hidrófluorídrico 10% por 20 segundos) previamente as análises em MEV, tendo em vista que este se mostra eficiente na exposição da fase cristalina das vitrocerâmicas, uma vez que objetivo desta análise foi caracterizar a morfologia da microestrutura das cerâmicas experimentais estudadas. A amostra do metassilicato de lítio recebeu o tratamento de superfície por apenas 10 segundos, uma vez que o ácido hidrófluorídrico 10% dissolve ambos (cristal + fase vítrea) quando a superfície é exposta por 20 segundos. Esta vitrocerâmica possui menor durabilidade química quando comparada às vitrocerâmicas contendo dissilicato de lítio. Deste modo, todas as cerâmicas experimentais analisadas demonstraram-se ácido sensíveis, dado que, nas imagens de MEV sem condicionamento ácido, estas apresentaram imagens de uma superfície lisa, com poucas irregularidades (Figuras 13, 14 e 16). Enquanto nas imagens onde se realizou previamente o ataque ácido (Figuras 14, 16 e 18), pode-se observar claramente uma modificação da morfologia, decorrente da exposição da fase cristalina na superfície das vitrocerâmicas. Tais alterações morfológicas de superfície, decorrentes do ataque ácido, também puderam ser observadas nas imagens do material comercial IPS e.max CAD (Figuras 11 e 12), assim como em estudos recentes (Holand, Schweiger et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Kalavacharla, Lawson et al. 2014).

Diversos estudos analisaram a microestrutura do IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) através de MEV, e observaram que a fase cristalina deste apresenta cristas de proporções alongadas, e aspecto de agulha, com dimensões de 5µm de comprimento por 0,8µm de largura em média (Holand, Schweiger et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Kalavacharla, Lawson et al. 2014). Enquanto o IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) exibe cristais com dimensões reduzidas, apresentando em média cerca de 1,5 µm (Guess, Schultheis et al. 2011). Em estudos mais recentes, foram observadas pequenas diferenças nestas dimensões, Zhang (Zhang, Lee et al. 2013) e Oh (Oh, Dong et al. 2000) constataram que o a cerâmica destinada a processamento a injeção a quente (IPS e.max Press) apresentou dimensões aproximadamente 4 µm de comprimento por 0,6 µm de largura. Enquanto a cerâmica destinada a

processamento em CAD/CAM (IPS e.max CAD) dimensões de aproximadamente 1 μm de comprimento por 0,4 μm .

No presente estudo, quando analisamos a imagem em MEV (Figura 12) da cerâmica comercial IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), podemos observar que a morfologia de seus cristais se difere do IPS e.max Press, de acordo com a literatura, IPS e.max CAD deve apresentar dimensões menores (Holand, Schweiger et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Kalavacharla, Lawson et al. 2014). Quando equiparamos esta imagem em MEV (Figura 12), a outras imagens do material comercial (IPS e.max CAD) presentes na literatura, podemos observar uma morfologia muito similar. Uma vez que se trata no mesmo material, e como esperado os cristais atingem dimensões entre 1 e 1,5 μm de comprimento por 0,6 de largura aproximadamente (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Zhang, Lee et al. 2013, Kalavacharla, Lawson et al. 2014).

Quando analisamos a imagem em MEV do material experimental a base de dissilicato de lítio destinado a processamento em CAD/CAM (Figura 14), podemos observar que a morfologia cristalina deste é muito semelhante a exibida na Figura 12 (IPS e.max CAD). Tanto em relação ao formato de agulha dos cristais, tanto em suas dimensões. Tal semelhança se deve ao material experimental apresentar composição muito parecida ao comercial. A morfologia cristalina exibida na figura 14, ainda se assemelha muito as imagens apresentadas na literatura para vitrocerâmicas a base de dissilicato de lítio (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Zhang, Lee et al. 2013, Kalavacharla, Lawson et al. 2014). Outra característica relevante que podemos observar nas imagens de MEV do material comercial (Figura 12) e do experimental (Figura 14), a fase cristalina apresenta uma distribuição aleatória dos cristais. Uma característica comum as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio para processamento em CAD/CAM (Aboushelib and Sleem 2014).

Contudo quando analisamos a imagem em MEV do material experimental a base de dissilicato de lítio destinado a processamento por injeção a quente (Figura 18), podemos observar que a morfologia cristalina é um pouco distinta da observada no grupo controle (figura 12). Apresenta também os cristais em forma de agulha, porém, desta vez com dimensões relativamente maiores, de aproximadamente 4 μm de comprimento por 0,6 μm de largura. Morfologia muito semelhante a apresentada

na literatura para o IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Zhang, Lee et al. 2013, Kalavacharla, Lawson et al. 2014).

No entanto, quando nos atentamos a orientação dos cristais, estes se apresentam alinhados (Figura 18), tal característica da fase cristalina é decorrente do processamento por meio de injeção a quente. Após o aquecimento, quando a cerâmica se encontra em consistência fluida, esta é pressionada e injetada no molde de revestimento. É neste ponto que ocorre o alinhamento dos cristais, estes se organizam paralelamente a direção da injeção. Esta característica também pode ser observada na cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) que também é processada por injeção a quente (Denry and Holloway 2004).

Analisando a imagem em MEV da cerâmica de metassilicato de lítio (figura 16), podemos observar que, sua microestrutura cristalina apresenta morfologia singular. Distinta das demais cerâmicas estudadas (figuras 12, 14 e 18) e também de vitrocerâmicas de dissilicato de lítio examinadas em outros estudos presentes na literatura (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Guess, Schultheis et al. 2011, Zhang, Lee et al. 2013, Kalavacharla, Lawson et al. 2014). Após a remoção da matriz vítrea na superfície, através do ataque ácido, podemos observar que a fração cristalina apresenta aspecto de favos de mel, semelhante à exibida nas cerâmicas reforçadas por leucita. Isso se deve à diferente composição do material, que durante a formação dos cristais, estes adquirem o formato estrutural de placas e não de agulhas, como no dissilicato de lítio.

Isto posto, a análise morfológica das imagens de MEV revelou que existe diferença na microestrutura dos materiais estudados, determinando a não aceitação da hipótese nula I. E além disso, a análise estatística dos resultados de resistência a flexão, demonstrou que o tipo de material avaliado influenciou no resultado de resistência de flexão no presente estudo. Portanto a hipóteses nulas II também não foi aceita.

Observa-se que o material LaMav CAD apresentou resultados (271,22 MPa) estatisticamente superiores a dois grupos analisados neste estudo (LaMav Press e Metassilicato). Quando comparado ao grupo controle, este apresentou resultado

estatisticamente semelhante, portanto o LaMav CAD apresenta resultados de resistência a flexão similares ao material comercial IPS e.max CAD (252,91 MPa).

O material LaMav Press apresentou resultado (228,16 MPa) estatisticamente semelhantes a dois grupos estudados no ensaio de flexão a 4 pontos (Controle e Metassilicato). Mesmo tendo apresentado resultados estatisticamente inferiores ao grupo LaMav CAD, tais resultados demonstram que também não existe diferença em sua resistência a flexão quando comparado ao material comercial IPS e.max CAD.

Quando analisamos os resultados do grupo Metassilicato, este apresentou resultados (201,48 Mpa) estatisticamente semelhantes ao grupo LaMav Press. Entretanto quando comparamos os resultados obtidos com os demais grupos (LaMav CAD e Controle) este apresentou resultados estatisticamente inferiores no ensaio de flexão 4 pontos. Portanto o grupo Metassilicato apresentou resultado de resistência a flexão diferente do material comercial IPS e.max CAD, o que leva à não aceitação da hipótese nula de que não há diferença na resistência flexural dos materiais experimentais em relação ao material comercial.

Quando analisamos a literatura, podemos observar um amplo espectro de valores médios de resistência a flexão (251 MPa a 407 Mpa) para vitrocerâmicos de dissilicato de lítio, não necessariamente referentes ao sistema IPS e.max (Ivoclar Vivadent) (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Cattell, Palumbo et al. 2002, Nakamura, Ohyama et al. 2002, Albakry, Guazzato et al. 2003, Albakry, Guazzato et al. 2004, Xiaoping, Dongfeng et al. 2014, Lien, Roberts et al. 2015, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017). De acordo com o catálogo da Ivoclar Vivadent, fabricante do sistema IPS e.max, sua vitrocerâmica destinada a processamento por injeção a quente (IPS e.max Press) exibe 470 Mpa de resistência flexural, enquanto a destinada a processamento em CAD/CAM (IPS e.max CAD) 356 Mpa. Em vista disso fica evidente que os valores de resistência a flexão para estes materiais pode variar bastante de estudo para estudo, uma vez que este tipo de ensaio é muito sensível ao acabamento da superfície dos espécimes (Ritter 1995) e a presença de defeitos externos e internos nos espécimes, como porosidade, microfissuras e falhas internas e externas (Marshall and Ritter 1987, Albakry, Guazzato et al. 2004, Song and Yin 2010, Ruschel, Maia et al. 2014).

No presente estudo, os materiais destinados a processamento em CAD/CAM: LaMav CAD e IPS e.max CAD apresentaram resultados de resistência a flexão de 271,22 e 252,91 Mpa respectivamente. Todavia, na literatura, quando observamos vitrocerâmicas semelhantes, estes valores podem variar de 259.53 (Belli, Geinzer et al. 2014) a 377 Mpa (Carrabba, Keeling et al. 2017). Contudo, fica evidente que o tipo de teste utilizado pode interferir nos resultados, uma vez que, em estudos que empregaram ensaios de resistência a flexão de 3 pontos, foram obtidos valores que podem variar entre 349.96 (Peampring and Sanohkan 2014) e 377 MPa (Carrabba, Keeling et al. 2017). Enquanto em teste de Resistencia a flexao a 4 pontos os valores podem variar entre 259.53 (Belli, Geinzer et al. 2014) e 272,61 MPa (Sedda, Vichi et al. 2014), valores muito próximos dos obtidos no presente estudo.

Em um estudo de Belli, Geinzer et al. que comparou a resistência a flexão de cerâmicas odontológicas a compósitos, o IPS e.max CAD revelou valores médios de resistência à flexão na faixa de 200 MPa, considerada baixa para o dissilicato de lítio (Belli, Geinzer et al. 2014) diante dos 356 Mpa sugerido pelo catalogo do fabricante (Ivoclar Vivadente). Valores nesta mesma faixa foram obtidos também em 2014 por Sedda, Vichi et al., em um estudo que avaliou se pode ocorrer diferença na resistência a flexão de acordo com a opacidade das vitrocerâmicas de dissilicato de lítio. Onde a cerâmica mais opaca (IPS e.max CAD MO) obteve 272,61 MPa nos ensaios de flexão (Sedda, Vichi et al. 2014). Mais recentemente, resultados muito semelhantes foram obtidos em uma investigação, que avaliou a diferença na resistência entre as vitrocerâmicas destinadas a processamento em CAD/CAM e injeção a quente. Neste estudo, a cerâmica de maior opacidade (IPS e.max CAD MO) obteve resultados de 281.19 Mpa nos ensaios de resistência a flexão (Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

A cerâmica experimental de dissilicato de lítio injetável (LaMaV Press) obteve no presente estudo valores de 228,16 Mpa nos ensaios de resistência a flexão a 4 pontos. No entanto quando investigamos a literatura podemos observar também uma ampla gama de valores de resistência a flexão, que podem que podem variar de 300 a 400 MPa (Holand, Schweiger et al. 2000, Raigrodski 2004). Contudo o fabricante (Ivoclar Vivadent) informa em seu catálogo valores de 470 MPa, para sua cerâmica injetável (IPS e.max Press), valores estes muito superiores aos obtidos pela ceramia experimental destinada ao mesmo tipo de processamento investigada neste estudo. Todavia, na literatura existem estudo onde foram obtidos resultados semelhantes,

como os obtidos por Belli, Geinzer et al. que alcançou resultados de 288.38 MPa em ensaios de flexão também a 4 pontos (Belli, Geinzer et al. 2014).

De acordo com o fabricante (Ivoclar Vivadent) e a literatura, a cerâmica destinada a processamento a injeção a quente (IPS e.max Press) apresenta resultados de resistência a flexão superiores à sua versão destinada a processamento em CAD/CAM (IPS e.max CAD) (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Cattell, Palumbo et al. 2002, Nakamura, Ohyama et al. 2002, Albakry, Guazzato et al. 2003, Albakry, Guazzato et al. 2004, Xiaoping, Dongfeng et al. 2014, Lien, Roberts et al. 2015, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017). Tais resultados podem ser explicados por duas causas: a primeira seria decorrente do mecanismo de endurecimento do dissilicato de lítio, que é regido principalmente pela interação da direção da trinca com a microestrutura cristalina, restringindo assim a resistência do material. Logo, as dimensões menores dos cristais do IPS e.max CAD determinariam sua menor resistência flexural em relação ao IPS e.max CAD (Belli, Geinzer et al. 2014). Contudo no presente estudo, ao contrário do esperado, material LaMav CAD (271,22 Mpa) apresentou resultados estatisticamente superiores ao LaMav Press (228,16 Mpa). Deste modo, por se tratarem de materiais experimentais é esperado que apresentem características diferentes das observadas nos materiais comerciais (Holand, Schweiger et al. 2000, Oh, Dong et al. 2000, Cattell, Palumbo et al. 2002, Nakamura, Ohyama et al. 2002, Albakry, Guazzato et al. 2003, Albakry, Guazzato et al. 2004, Xiaoping, Dongfeng et al. 2014, Lien, Roberts et al. 2015, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

No entanto, a segunda característica que pode influenciar na diferença de resistência entre os materiais CAD e Press também está presente nos materiais experimentais: a orientação dos cristais. Quando comparamos as imagens em MEV (figura 14 e 18), podemos observar que o material LaMav CAD (figura 14) apresenta microestrutura cristalina disposta aleatoriamente, tal característica é comum as cerâmicas de dissilicato de lítio para processamento em CAD/CAM (Denry and Holloway 2004, Aboushelib and Sleem 2014). Enquanto a imagem do LaMav Press (figura 18), apresenta microestrutura cristalina orientada paralela ao logo eixo de prensagem, característica que também pode ser observada nas cerâmicas comerciais para injeção a quente (Oh, Dong et al. 2000, Denry and Holloway 2004, Zhang, Lee

et al. 2013). Entretanto não existe ainda um consenso na literatura sobre qual a influência da orientação dos cristais na resistência flexural do dissilicato de lítio.

Aboushelib e Sleem afirmam que a orientação randômica da microestrutura cristalina das cerâmicas para CAD/CAM impediria a propagação das trincas e aumentaria substancialmente a resistência flexural (Aboushelib and Sleem 2014). Enquanto que para Denry e Holloway o alinhamento dos cristais em relação ao longo eixo da direção da prensagem (Denry and Holloway 2004), seria um importante fator de inibição da propagação das fissuras. Melhorando a resistência à flexão do dissilicato de lítio injetável (Holand, Schweiger et al. 2000, von Clausbruch, Schweiger et al. 2000, Fabian Fonzar, Carrabba et al. 2017).

A vitrocerâmica de metassilicato de lítio investigada neste estudo se trata de um material inédito no mercado odontológico, destinada processamento em CAD/CAM, esta cerâmica tem como principal diferencial, não precisar de tratamento térmico ao término do processo de fresagem. Nos ensaios de resistência a flexão a 4 pontos, esta apresentou resultados de 201,48 Mpa. Por se tratar de uma vitrocerâmica inédita, não existem dados disponíveis na literatura de materiais similares, no entanto devido a semelhança de morfologia cristalina e composição. Com certa ponderação podemos compará-la as cerâmicas de dissilicato de lítio para processamento em CAD/CAM. Como foi discutido anteriormente, a literatura apresenta um amplo espectro de resultado de resistência a flexão para esta variedade de cerâmica, podendo variar de 259.53 (Belli, Geinzer et al. 2014) a 377 Mpa (Carrabba, Keeling et al. 2017).

No entanto, é importante ressaltar que o tipo de teste utilizado pode interferir nos resultados, em ensaios de resistência a flexão de 3 pontos, foram obtidos valores mais altos que podem variar de 349.96 (Peampring and Sanohkan 2014) a 377 Mpa (Carrabba, Keeling et al. 2017). Entretanto, quando consideramos investigações que utilizaram testes de resistência a flexão a 4 pontos, como no presente estudo, encontram-se valores que podem variar entre 259.53 (Belli, Geinzer et al. 2014) e 272,61 Mpa (Sedda, Vichi et al. 2014). No presente estudo as cerâmicas de metassilicato de lítio apresentaram resultado estatisticamente semelhantes ao LaMaV Press (228,16 MPa) e ligeiramente inferiores ao LaMaV CAD (271,22 MPa) e ao material comercial IPS. E.max CAD (252,91 MPa).

Ao que tudo indica, neste estudo, a vitrocerâmica de metassilicato de lítio apresentou resultados de resistência levemente inferiores aos apresentados pelas cerâmicas de dissilicato de lítio. Tais resultados certamente são decorrentes da microestrutura cristalina diferenciada presente no material. Quando observamos as imagens em MEV (figura 16), os cristais de metassilicato de lítio exibem forma de placas e não de agulhas, como no dissilicato de lítio, concebendo assim uma microestrutura com aspecto de favos de mel, semelhante à contida nas cerâmicas reforçadas por leucita. Entretanto, mesmo que as vitrocerâmicas reforçadas por leucita apresentem uma microestrutura de morfologia semelhante ao metassilicato de lítio, estas ainda apresentam resultado de resistência a flexão muito inferiores, na faixa de 112 MPa (Holand, Schweiger et al. 2000, Raigrodski 2004). Nas vitrocerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio as trincas se difundem principalmente através da matriz vítrea, assim como nas vitrocerâmicas de leucita, porém os cristais de dissilicato de lítio são aparentemente mais eficientes na deflexão das trincas e ramificação das fissuras (Della Bona, Mecholsky et al. 2004, Apel, Deubener et al. 2008, Lohbauer, Muller et al. 2008, Mitov, Lohbauer et al. 2008).

Um estudo de 2007, que investigou o comportamento das cerâmicas de dissilicato de lítio de acordo com as diferentes opacidades, e constatou que seria possível criar uma microestrutura mais opaca através da incorporação de determinados agentes nucleantes (HEADLEY and LOEHMAN 1984, Fernandes, Tulyaganov et al. 2008). No entanto, a maior concentração destes agentes, geraria uma microestrutura mais densa porém com cristais menores e esféricos (Wen, Zheng et al. 2007). E esta morfologia esférica não permitiria que os cristais formassem uma microestrutura tão interligada (von Clausbruch, Schweiger et al. 2000), reduzindo assim as propriedades mecânicas da cerâmica (Thompson, Anusavice et al. 1995). Deste modo os cristais em forma de placa mais arredondados observados no metassilicato de lítio justificariam os resultados inferiores de resistência a flexão apresentados.

Tendo em vista que os ensaios de flexão a 4 pontos realizados neste estudo respeitaram as especificações presentes na norma ISO 6872 (ISO 2015), podemos classificar as cerâmicas analisadas através de suas propriedades de resistência a flexão. Desta forma todas as cerâmicas experimentais analisadas LaMaV CAD (271,22 MPa), LaMaV Press (228,16 MPa) e Metassilicato de lítio (201,48 MPa)

seriam categorizadas na Classe II por apresentarem resistência a flexão superiores a 100 MPa. Assim atendendo as recomendações clínicas:

- a) Cerâmica estética: adesivamente cimentada, estrutura cerâmica usada para unidade única de próteses anteriores ou posteriores.
- b) Adesivamente cimentada, subestrutura cerâmica usada para unidade única de próteses anteriores ou posteriores

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

Levando-se em consideração os dados obtidos na presente pesquisa, entendemos que:

- I - Não há diferença entre a microestrutura dos materiais experimentais em relação ao material comercial.
- II - Não há diferença na resistência flexural dos materiais experimentais em relação ao material comercial.

Baseado nesses achados, é possível sugerir que não existe diferença na resistência flexural dos materiais LaMav CAD e LaMaV Press em relação ao material comercial IPS e.max CAD. Do mesmo modo é plausível determinar que todos materiais experimentais analisados podem ser categorizados na Classe II da ISO 6872 para cerâmicas odontológicas, de acordo com seus respectivos resultados de resistências a flexão. Concluindo-se assim que os materiais experimentais testados apresentam características adequadas de resistência flexural.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

Aboushelib, M. N., C. J. Kleverlaan and A. J. Feilzer (2007). "Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials." J Prosthet Dent **98**(5): 379-388.

Aboushelib, M. N. and D. Sleem (2014). "Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives." J Adhes Dent **16**(6): 547-552.

Akar, G. C., G. Pekkan, E. Cal, G. Eskitascioglu and M. Ozcan (2014). "Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems." J Prosthet Dent **112**(2): 314-321.

Akikazu, S. (2014). Biomechanics in Dentistry. Handbook of Oral Biomaterials, Pan Stanford Publishing: 155-172.

Aksoy, G., H. Polat, M. Polat and G. Coskun (2006). "Effect of various treatment and glazing (coating) techniques on the roughness and wettability of ceramic dental restorative surfaces." Colloids Surf B Biointerfaces **53**(2): 254-259.

Al-Shammery, H. A., N. L. Bubb, C. C. Youngson, D. J. Fasbinder and D. J. Wood (2007). "The use of confocal microscopy to assess surface roughness of two milled CAD-CAM ceramics following two polishing techniques." Dent Mater **23**(6): 736-741.

Albakry, M., M. Guazzato and M. V. Swain (2003). "Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials." J Prosthet Dent **89**(4): 374-380.

Albakry, M., M. Guazzato and M. V. Swain (2004). "Biaxial flexural strength and microstructure changes of two recycled pressable glass ceramics." J Prosthodont **13**(3): 141-149.

Albakry, M., M. Guazzato and M. V. Swain (2004). "Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials." J Dent **32**(2): 91-99.

Amin Salehi, E., H. Heshmat, E. Moravej-Salehi and M. Kharazifard (2012). "In Vitro Evaluation of the Effect of Different Sandblasting Times on the Bond Strength of Feldspathic Porcelain to Composite Resin." The Journal of Islamic Dental Association of IRAN **925**.

Ankyu, S., K. Nakamura, A. Harada, G. Hong, T. Kanno, Y. Niwano, U. Ortengren and H. Egusa (2016). "Fatigue analysis of computer-aided design/computer-aided manufacturing resin-based composite vs. lithium disilicate glass-ceramic." Eur J Oral Sci **124**(4): 387-395.

Anusavice, K. J. and N.-z. Zhang (1997). "Effect of Crystallinity on Strength and Fracture Toughness of Li₂O-Al₂O₃-CaO-SiO₂ Glass-Ceramics." **80**(6): 1353-1358.

Anusavice, K. J., N.-Z. Zhang and J. E. Moorhead (1994). "Influence of colorants on crystallization and mechanical properties of lithia-based glass-ceramics." Dental Materials **10**(2): 141-146.

Anusavice, K. J., N.-Z. Zhang and J. E. Moorhead (1994). "Influence of P₂O₅, AgNO₃, and FeCl₃ on color and translucency of lithia-based glass-ceramics." Dental Materials **10**(4): 230-235.

Anusavice, K. J., N. Z. Zhang and J. E. Moorhead (1994). "Influence of P₂O₅, AgNO₃, and FeCl₃ on color and translucency of lithia-based glass-ceramics." Dent Mater **10**(4): 230-235.

Apel, E., J. Deubener, A. Bernard, M. Holand, R. Muller, H. Kappert, V. Rheinberger and W. Holand (2008). "Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics." J Mech Behav Biomed Mater **1**(4): 313-325.

Apel, E., C. van't Hoen, V. Rheinberger and W. Höland (2007). "Influence of ZrO₂ on the crystallization and properties of lithium disilicate glass-ceramics derived from a multi-component system." Journal of the European Ceramic Society **27**(2): 1571-1577.

Apholt, W., A. Bindl, H. Luthy and W. H. Mormann (2001). "Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia bars." Dent Mater **17**(3): 260-267.

Beier, U. S., I. Kapferer, D. Burtscher and H. Dumfahrt (2012). "Clinical performance of porcelain laminate veneers for up to 20 years." Int J Prosthodont **25**(1): 79-85.

Belli, R., E. Geinzer, A. Muschweck, A. Petschelt and U. Lohbauer (2014). "Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations." Dent Mater **30**(4): 424-432.

Bischoff, C., H. Eckert, E. Apel, V. M. Rheinberger and W. Holand (2011). "Phase evolution in lithium disilicate glass-ceramics based on non-stoichiometric compositions of a multi-component system: structural studies by ²⁹Si single and double resonance solid state NMR." Phys Chem Chem Phys **13**(10): 4540-4551.

Bissasu, S. M. and N. A. Al-Houri (2014). "Replacement of missing lateral incisors with lithium disilicate glass-ceramic veneer-fixed dental prostheses: a clinical report." Clin Case Rep **2**(4): 128-132.

Borba, M., M. D. de Araujo, K. A. Fukushima, H. N. Yoshimura, P. F. Cesar, J. A. Griggs and A. Della Bona (2011). "Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics." Dent Mater **27**(7): 710-721.

Brum, R., R. Mazur, J. Almeida, G. Borges and D. Caldas (2011). "The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement." Oper Dent **36**(5): 478-485.

Carrabba, M., A. J. Keeling, A. Aziz, A. Vichi, R. Fabian Fonzar, D. Wood and M. Ferrari (2017). "Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test." J Dent **60**: 70-76.

Cattell, M. J., R. P. Palumbo, J. C. Knowles, R. L. Clarke and D. Y. Samarawickrama (2002). "The effect of veneering and heat treatment on the flexural strength of Empress 2 ceramics." J Dent **30**(4): 161-169.

Charlton, D. G., H. W. Roberts and A. Tiba (2008). "Measurement of select physical and mechanical properties of 3 machinable ceramic materials." Quintessence Int **39**(7): 573-579.

Chen, Y. M., R. J. Smales, K. H. Yip and W. J. Sung (2008). "Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials." Dent Mater **24**(11): 1506-1511.

Chong, K. H., J. Chai, Y. Takahashi and W. Wozniak (2002). "Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia core materials." Int J Prosthodont **15**(2): 183-188.

Coldea, A., M. V. Swain and N. Thiel (2013). "In-vitro strength degradation of dental ceramics and novel PICN material by sharp indentation." J Mech Behav Biomed Mater **26**: 34-42.

Cook, R. F., B. R. Lawn, T. P. Dabbs and P. Chantikul (1981). "Effect of Machining Damage on the Strength of a Glass-Ceramic." Journal of the American Ceramic Society **64**(9): C-121-C-122.

de Jager, N., A. J. Feilzer and C. L. Davidson (2000). "The influence of surface roughness on porcelain strength." Dent Mater **16**(6): 381-388.

Della Bona, A., P. H. Corazza and Y. Zhang (2014). "Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material." Dent Mater **30**(5): 564-569.

Della Bona, A., J. J. Mecholsky, Jr. and K. J. Anusavice (2004). "Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics." Dent Mater **20**(10): 956-962.

Demarco, F. F., M. B. Correa, M. S. Cenci, R. R. Moraes and N. J. Opdam (2012). "Longevity of posterior composite restorations: not only a matter of materials." Dent Mater **28**(1): 87-101.

Denry, I. and J. A. Holloway (2010). "Ceramics for Dental Applications: A Review." Materials (1996-1944) **3**(1): 351-368.

Denry, I. L. and J. A. Holloway (2004). "Effect of post-processing heat treatment on the fracture strength of a heat-pressed dental ceramic." J Biomed Mater Res B Appl Biomater **68**(2): 174-179.

Fabian Fonzar, R., M. Carrabba, M. Sedda, M. Ferrari, C. Goracci and A. Vichi (2017). "Flexural resistance of heat-pressed and CAD-CAM lithium disilicate with different translucencies." Dent Mater **33**(1): 63-70.

Fernandes, H. R., D. U. Tulyaganov, A. Goel, M. J. Ribeiro, M. J. Pascual and J. M. F. Ferreira (2010). "Effect of Al₂O₃ and K₂O content on structure, properties and devitrification of glasses in the Li₂O–SiO₂ system." Journal of the European Ceramic Society **30**(10): 2017-2030.

Fernandes, H. R., D. U. Tulyaganov, I. K. Goel and J. M. F. Ferreira (2008). "Crystallization Process and Some Properties of Li₂O–SiO₂ Glass–Ceramics Doped with Al₂O₃ and K₂O." **91**(11): 3698-3703.

Ferracane, J. L. (2011). "Resin composite--state of the art." Dent Mater **27**(1): 29-38.

Fischer, H., M. Schafer and R. Marx (2003). "Effect of surface roughness on flexural strength of veneer ceramics." J Dent Res **82**(12): 972-975.

Flury, S., A. Lussi and B. Zimmerli (2010). "Performance of different polishing techniques for direct CAD/CAM ceramic restorations." Oper Dent **35**(4): 470-481.

Gale, M. S. and B. W. Darvell (1999). "Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations." J Dent **27**(2): 89-99.

Gehrt, M., S. Wolfart, N. Rafai, S. Reich and D. Edelhoff (2013). "Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service." Clin Oral Investig **17**(1): 275-284.

Gibbs, C. H., H. C. Lundeen, P. E. Mahan and J. Fujimoto (1981). "Chewing movements in relation to border movements at the first molar." J Prosthet Dent **46**(3): 308-322.

Giordano, R. (2006). "Materials for chairside CAD/CAM-produced restorations." J Am Dent Assoc **137** **Suppl**: 14S-21S.

Gonzaga, C. C., P. F. Cesar, W. G. Miranda, Jr. and H. N. Yoshimura (2011). "Slow crack growth and reliability of dental ceramics." Dent Mater **27**(4): 394-406.

Gonzaga, C. C., C. Y. Okada, P. F. Cesar, W. G. Miranda and H. N. Yoshimura (2009). "Effect of processing induced particle alignment on the fracture toughness and fracture behavior of multiphase dental ceramics." Dental Materials **25**(11): 1293-1301.

Griggs, J. A., J. Y. Thompson and K. J. Anusavice (1996). "Effects of flaw size and auto-glaze treatment on porcelain strength." J Dent Res **75**(6): 1414-1417.

Guazzato, M., M. Albakry, S. P. Ringer and M. V. Swain (2004). "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics." Dent Mater **20**(5): 449-456.

Guazzato, M., L. Quach, M. Albakry and M. V. Swain (2005). "Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic." J Dent **33**(1): 9-18.

Guess, P. C., S. Schultheis, E. A. Bonfante, P. G. Coelho, J. L. Ferencz and N. R. Silva (2011). "All-ceramic systems: laboratory and clinical performance." Dent Clin North Am **55**(2): 333-352, ix.

HASSELMAN, D. P. H. and R. M. FULRATH (1966). "Proposed Fracture Theory of a Dispersion-Strengthened Glass Matrix." **49**(2): 68-72.

HEADLEY, T. J. and R. E. LOEHMAN (1984). "Crystallization of a Glass-Ceramic by Epitaxial Growth." **67**(9): 620-625.

Heintze, S. D., T. Albrecht, A. Cavalleri and M. Steiner (2011). "A new method to test the fracture probability of all-ceramic crowns with a dual-axis chewing simulator." Dent Mater **27**(2): e10-19.

Holand, W., M. Schweiger, M. Frank and V. Rheinberger (2000). "A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics." J Biomed Mater Res **53**(4): 297-303.

Homaei, E., K. Farhangdoost, J. K. H. Tsoi, J. P. Matinlinna and E. H. N. Pow (2016). "Static and fatigue mechanical behavior of three dental CAD/CAM ceramics." Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials **59**: 304-313.

Homaei, E., K. Farhangdoost, J. K. H. Tsoi, J. P. Matinlinna and E. H. N. Pow (2016). "Static and fatigue mechanical behavior of three dental CAD/CAM ceramics." J Mech Behav Biomed Mater **59**: 304-313.

Hooshmand, T., S. Parvizi and A. Keshvad (2008). "Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics." J Prosthodont **17**(5): 415-419.

Huang, S., Z. Huang, W. Gao and P. Cao (2015). "Trace phase formation, crystallization kinetics and crystallographic evolution of a lithium disilicate glass probed by synchrotron XRD technique." Sci Rep **5**: 9159.

Hung, C. Y., Y. L. Lai, Y. L. Hsieh, L. Y. Chi and S. Y. Lee (2008). "Effects of simulated clinical grinding and subsequent heat treatment on microcrack healing of a lithium disilicate ceramic." Int J Prosthodont **21**(6): 496-498.

ISO, I. O. f. S. (2015). "ISO 6872:2015 - Dentistry - Ceramic materials."

Jagger, D. C. and A. Harrison (1994). "An in vitro investigation into the wear effects of unglazed, glazed, and polished porcelain on human enamel." J Prosthet Dent **72**(3): 320-323.

Kalavacharla, V., N. Lawson, L. Ramp and J. Burgess (2014). "Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength." Oper Dent.

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

Kelly, J. R. (1995). "Perspectives on strength." Dent Mater **11**(2): 103-110.

Kelly, J. R. (2008). "Dental ceramics: what is this stuff anyway?" J Am Dent Assoc **139** **Suppl**: 4S-7S.

Kern, M., M. Sasse and S. Wolfart (2012). "Ten-year outcome of three-unit fixed dental prostheses made from monolithic lithium disilicate ceramic." J Am Dent Assoc **143**(3): 234-240.

Kim, M. J., S. H. Oh, J. H. Kim, S. W. Ju, D. G. Seo, S. H. Jun, J. S. Ahn and J. J. Ryu (2012). "Wear evaluation of the human enamel opposing different Y-TZP dental ceramics and other porcelains." J Dent **40**(11): 979-988.

Kitazaki, H., H. Takahashi, S. Hasegawa and F. Nishimura (2001). "Effect of amount of grinding on flexural strength of dental ceramics." J Med Dent Sci **48**(1): 7-13.

Lawson, N. C., R. Bansal and J. O. Burgess (2016). "Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials." Dent Mater **32**(11): e275-e283.

Layton, D. M. and M. Clarke (2013). "A systematic review and meta-analysis of the survival of non-feldspathic porcelain veneers over 5 and 10 years." Int J Prosthodont **26**(2): 111-124.

Leung, B. T., J. K. Tsoi, J. P. Matinlinna and E. H. Pow (2015). "Comparison of mechanical properties of three machinable ceramics with an experimental fluorophlogopite glass ceramic." J Prosthet Dent **114**(3): 440-446.

Li, R. W., T. W. Chow and J. P. Matinlinna (2014). "Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art." J Prosthodont Res **58**(4): 208-216.

Lien, W., H. W. Roberts, J. A. Platt, K. S. Vandewalle, T. J. Hill and T. M. Chu (2015). "Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic." Dent Mater **31**(8): 928-940.

Lin, W. S., C. Ercoli, C. Feng and D. Morton (2012). "The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and weibull analysis of selected dental ceramics." J Prosthodont **21**(5): 353-362.

Lohbauer, U., F. A. Muller and A. Petschelt (2008). "Influence of surface roughness on mechanical strength of resin composite versus glass ceramic materials." Dent Mater **24**(2): 250-256.

Lohbauer, U., A. Petschelt and P. Greil (2002). "Lifetime prediction of CAD/CAM dental ceramics." J Biomed Mater Res **63**(6): 780-785.

Makhija, S. K., N. C. Lawson, G. H. Gilbert, M. S. Litaker, J. A. McClelland, D. R. Louis, V. V. Gordan, D. J. Pihlstrom, C. Meyerowitz, R. Mungia, M. S. McCracken and P. C.

G. National Dental (2016). "Dentist material selection for single-unit crowns: Findings from the National Dental Practice-Based Research Network." J Dent **55**: 40-47.

Marshall, D. B. and J. E. Ritter (1987). "Reliability of advanced structural ceramics and ceramic matrix composites - A review."

McLean, J. W. and T. H. Hughes (1965). "The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides." British dental journal **119**(6): 251-267.

Michalske, T. A., W. L. Smith and B. C. Bunker (1991). "Fatigue Mechanisms in High-Strength Silica-Glass Fibers." **74**(8): 1993-1996.

Mitov, G., U. Lohbauer, M. A. Rabbo, A. Petschelt and P. Pospiech (2008). "Investigations of subcritical crack propagation of the Empress 2 all-ceramic system." Dent Mater **24**(2): 267-273.

Miyazaki, T. and Y. Hotta (2011). "CAD/CAM systems available for the fabrication of crown and bridge restorations." Aust Dent J **56 Suppl 1**: 97-106.

Miyazaki, T., Y. Hotta, J. Kunii, S. Kuriyama and Y. Tamaki (2009). "A review of dental CAD/CAM: current status and future perspectives from 20 years of experience." Dent Mater J **28**(1): 44-56.

Mohammadibassir, M., M. B. Rezvani, H. Golzari, E. Moravej Salehi, M. A. Fahimi and M. J. Kharazi Fard (2019). "Effect of Two Polishing Systems on Surface Roughness, Topography, and Flexural Strength of a Monolithic Lithium Disilicate Ceramic." J Prosthodont **28**(1): e172-e180.

Nakamura, T., T. Ohyama, A. Imanishi, T. Nakamura and S. Ishigaki (2002). "Fracture resistance of pressable glass-ceramic fixed partial dentures." J Oral Rehabil **29**(10): 951-955.

Nakamura, Y., S. Hojo and H. Sato (2009). "Effects of thermal cycling and surface roughness on the Weibull distribution of porcelain strength." Dent Mater J **28**(4): 433-437.

Nakamura, Y., S. Hojo and H. Sato (2010). "The effect of surface roughness on the Weibull distribution of porcelain strength." Dent Mater J **29**(1): 30-34.

Napankangas, R. and A. Raustia (2011). "An 18-year retrospective analysis of treatment outcomes with metal-ceramic fixed partial dentures." Int J Prosthodont **24**(4): 314-319.

Oh, S. C., J. K. Dong, H. Luthy and P. Schärer (2000). "Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after different treatments." Int J Prosthodont **13**(6): 468-472.

Peampring, C. and S. Sanohkan (2014). "Effect of thermocycling on flexural strength and weibull statistics of machinable glass-ceramic and composite resin." Journal of Indian Prosthodontic Society **14**(4): 376-380.

Peampring, C. and S. Sanohkan (2014). "Effect of thermocycling on flexural strength and weibull statistics of machinable glass-ceramic and composite resin." J Indian Prosthodont Soc **14**(4): 376-380.

Pekkan, G., K. Pekkan, M. G. Hatipoglu and S. H. Tuna (2011). "Comparative radiopacity of ceramics and metals with human and bovine dental tissues." J Prosthet Dent **106**(2): 109-117.

Peumans, M., M. Voet, J. De Munck, K. Van Landuyt, A. Van Ende and B. Van Meerbeek (2013). "Four-year clinical evaluation of a self-adhesive luting agent for ceramic inlays." Clin Oral Investig **17**(3): 739-750.

Pieger, S., A. Salman and A. S. Bidra (2014). "Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review." J Prosthet Dent **112**(1): 22-30.

Plengsombut, K., J. D. Brewer, E. A. Monaco, Jr. and E. L. Davis (2009). "Effect of two connector designs on the fracture resistance of all-ceramic core materials for fixed dental prostheses." J Prosthet Dent **101**(3): 166-173.

Quinn, J. B., V. Sundar and I. K. Lloyd (2003). "Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics." Dent Mater **19**(7): 603-611.

Raigrodski, A. J. (2004). "Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature." J Prosthet Dent **92**(6): 557-562.

Raigrodski, A. J. and G. J. Chiche (2001). "The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature." J Prosthet Dent **86**(5): 520-525.

Ritchie, R. O., C. J. Gilbert and J. M. McNaney (2000). "Mechanics and mechanisms of fatigue damage and crack growth in advanced materials." International Journal of Solids and Structures **37**(1): 311-329.

Ritter, J. E. (1995). "Critique of test methods for lifetime predictions." Dent Mater **11**(2): 147-151.

Ruschel, V. C., H. P. Maia and G. C. Lopes (2014). "Influence of external and internal surface roughness modifications on ceramic flexural strength." The Journal of Prosthetic Dentistry **112**(4): 903-908.

Sailer, I., A. Feher, F. Filser, L. J. Gauckler, H. Luthy and C. H. Hammerle (2007). "Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures." Int J Prosthodont **20**(4): 383-388.

Sasahara, R. M., C. Ribeiro Fda, P. F. Cesar and H. N. Yoshimura (2006). "Influence of the finishing technique on surface roughness of dental porcelains with different microstructures." Oper Dent **31**(5): 577-583.

Sedda, M., A. Vichi, F. Del Siena, C. Louca and M. Ferrari (2014). "Flexural resistance of Cerec CAD/CAM system ceramic blocks. Part 2: Outsourcing materials." Am J Dent **27**(1): 17-22.

Sola-Ruiz, M. F., E. Lagos-Flores, J. L. Roman-Rodriguez, R. Highsmith Jdel, A. Fons-Font and M. Granell-Ruiz (2013). "Survival rates of a lithium disilicate-based core ceramic for three-unit esthetic fixed partial dentures: a 10-year prospective study." Int J Prosthodont **26**(2): 175-180.

Song, X. F. and L. Yin (2010). "Stress and damage at the bur-prosthesis interface in dental adjustments of a leucite-reinforced glass ceramic." J Oral Rehabil **37**(9): 680-691.

Studart, A. R., F. Filser, P. Kocher and L. J. Gauckler (2007). "In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water." Biomaterials **28**(17): 2695-2705.

Tang, X., T. Nakamura, H. Usami, K. Wakabayashi and H. Yatani (2012). "Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks." J Dent **40**(5): 372-380.

Tang, X., C. Tang, H. Su, H. Luo, T. Nakamura and H. Yatani (2014). "The effects of repeated heat-pressing on the mechanical properties and microstructure of IPS e.max Press." J Mech Behav Biomed Mater **40**: 390-396.

Taskonak, B., J. A. Griggs, J. J. Mecholsky, Jr. and J. H. Yan (2008). "Analysis of subcritical crack growth in dental ceramics using fracture mechanics and fractography." Dent Mater **24**(5): 700-707.

Thompson, J. Y., K. J. Anusavice, B. Balasubramaniam and J. J. Mecholsky Jr. (1995). "Effect of Micmcracking on the Fracture Toughness and Fracture Surface Fractal Dimension of Lithia-Based Glass-Ceramics." *J Dent Res* **78**(11): 3045-3049.

Tinschert, J., G. Natt, N. Mohrbotter, H. Spiekermann and K. A. Schulze (2007). "Lifetime of alumina- and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations." *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* **80**(2): 317-321.

Urapepon, S. and P. Taenguthai (2015). "The effect of zirconia framework design on the failure of all-ceramic crown under static loading." *J Adv Prosthodont* **7**(2): 146-150.

van de Sande, F. H., N. J. Opdam, P. A. Rodolpho, M. B. Correa, F. F. Demarco and M. S. Cenci (2013). "Patient risk factors' influence on survival of posterior composites." *J Dent Res* **92**(7 Suppl): 78S-83S.

Vichi, A., M. Carrabba, R. Paravina and M. Ferrari (2014). "Translucency of ceramic materials for CEREC CAD/CAM system." *J Esthet Restor Dent* **26**(4): 224-231.

Vivadent, I. (2017). "Product Catalog."

von Clausbruch, S. C., M. Schweiger, W. Höland and V. Rheinberger (2000). "The effect of P2O5 on the crystallization and microstructure of glass-ceramics in the SiO₂-Li₂O-K₂O-ZnO-P₂O₅ system." *Journal of Non-Crystalline Solids* **263-264**: 388-394.

Vult von Steyern, P., S. Ebbesson, J. Holmgren, P. Haag and K. Nilner (2006). "Fracture strength of two oxide ceramic crown systems after cyclic pre-loading and thermocycling." *J Oral Rehabil* **33**(9): 682-689.

Wen, G., X. Zheng and L. Song (2007). "Effects of P2O5 and sintering temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics." *Acta Materialia* **55**(10): 3583-3591.

Xiaoping, L., R. Dongfeng and N. Silikas (2014). "Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic." *Dent Mater* **30**(12): e330-336.

Yilmaz, H., S. K. Nemli, C. Aydin, B. T. Bal and T. Tiras (2011). "Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics." *Dent Mater* **27**(8): 786-795.

Yoshimura, H. N., C. C. Gonzaga, P. F. Cesar and W. G. Miranda Jr (2012). "Relationship between elastic and mechanical properties of dental ceramics and their index of brittleness." Ceramics International **38**(6): 4715-4722.

Yuan, K., F. Wang, J. Gao, X. Sun, Z. Deng, H. Wang and J. Chen (2013). "Effect of sintering time on the microstructure, flexural strength and translucency of lithium disilicate glass-ceramics." Journal of Non-Crystalline Solids **362**: 7-13.

Yuan, K., F. Wang, J. Gao, X. Sun, Z. X. Deng, H. Wang, L. Jin and J. H. Chen (2014). "Effect of zircon-based tricolor pigments on the color, microstructure, flexural strength and translucency of a novel dental lithium disilicate glass-ceramic." J Biomed Mater Res B Appl Biomater **102**(1): 98-107.

Zeng, K., A. Oden and D. Rowcliffe (1996). "Flexure tests on dental ceramics." Int J Prosthodont **9**(5): 434-439.

Zhang, Y., J. J. Lee, R. Srikanth and B. R. Lawn (2013). "Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics." Dent Mater **29**(12): 1201-1208.

Zheng, X., G. Wen, L. Song and X. X. Huang (2008). "Effects of P2O5 and heat treatment on crystallization and microstructure in lithium disilicate glass ceramics." Acta Materialia **56**(3): 549-558.