# AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL DE PORCELANA DENTAL DE DISSILICATO DE LÍTIO MOLDADA POR INJEÇÃO A QUENTE

Márcio da Costa Cacko

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof. Tsuneharu Ogasawara, DSc.

Prof. Ivo Carlos Corrêa, DSc.

Prof. Maria Cecília de Souza Nóbrega, DSc.

Prof. Claudio Pinheiro Fernandes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL FEVEREIRO DE 2007

## CACKO, MÁRCIO DA COSTA

Avaliação da resistência à flexão biaxial de porcelana dental de Dissilicato de Lítio Moldada por injeção à quente [Rio de Janeiro] 2007

XVII, 106 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ,

M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de

Materiais, 2007)

Dissertação - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

- 1. Porcelana dental
- 2. Dissilicato de lítio
- 3. Resistência Flexural
  - I. COPPE/UFRJ II. Título ( série )

### AGRADECIMENTOS

Ao CNPq e FAPERJ pelo suporte financeiro ao Pronex de Cerâmicas Dentais, Processo E-26/171.204/2003, onde se insere esta pesquisa de Mestrado.

Aos meus pais e irmãos, pelo amor, carinho e apoio incondicional.

A Ivoclar Vivadent, pela boa vontade em fornecer as amostras necessárias, e ao Renan pela receptividade e enorme ajuda infra-estrutural laboratorial (EP600 e equipamentos correlatos) na execução de grande parte do trabalho experimental.

Aos professores Tsuneharu Ogasawara e Ivo Carlos Corrêa, pela orientação e elucidação incondicional de todas as dúvidas que foram surgindo durante este aprendizado.

À professora Maria Cecília, por nos prestigiar fazendo parte da banca examinadora desta dissertação.

Ao amigo Vinicius Bemfica, que com seu bom humor e extrema dedicação, faz com que o Laboratório F-207 seja um excelente "celeiro" de pesquisas.

A Patricia Tasca Galdino, pelo interesse em participar do trabalho de Colorimetria Vita Easyshade.

Aos engenheiro e mecânico torneiro da Petrobrás pela confecção das matrizes e dos dispositivos para ensaio flexural biaxial.

Aos demais amigos, parentes e funcionários da UFRJ, pelas inestimáveis ajudas.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

# AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL DE PORCELANA DENTAL DE DISSILICATO DE LÍTIO MOLDADA POR INJEÇÃO A QUENTE

Márcio da Costa Cacko

Fevereiro/2007

#### Orientadores: Tsuneharu Ogasawara

Ivo Carlos Corrêa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo deste estudo foi determinar a resistência flexural biaxial da vidrocerâmica material IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). A determinação da influência da presença de água no comportamento da cerâmica e da presença ou não da porcelana de recobrimento.

Foram obtidos 10 corpos de prova no material IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na espessura fixa de 1.5mm e 17 mm de diâmetro, sendo o primeiro estocado em meio seco (MED) após os acabamentos superficiais necessários. O segundo grupo foi estocado em água bi-destilada por 30 dias após os acabamentos superficiais (MEW). Em seguida foram confeccionados 10 corpos de prova com 0.8 mm por meio de injeção à quente no forno de injeção EP 600 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), sendo este grupo dividido em dois grupos de 5, sendo este grupo estocado em meio seco (LED) após a aplicação das porcelanas de recobrimento. O próximo grupo fora estocado em água bi-destilada (LEW) após os a aplicação das porcelanas de recobrimento com espessura final de 1.5 mm. E todos os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística (ANOVA).

As médias dos valores de resistência flexural biaxial obtidos para os grupos foram respectivamente: MED (338.59 MPa), LED (255,79 MPa), MEW (301,83 MPa) e LEW (238,88 MPa).Com as limitações do estudo, não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre as resistências flexurais biaxiais entre os grupos testados.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc,)

#### BIAXIAL FLEXURAL STRENGTH OF A HOT-PRESSING DISSILICATE

### DENTAL PORCELAIN

Márcio da Costa Cacko

February/2007

Advisors: Tsuneharu Ogasawara

Ivo Carlos Corrêa

Department: Metallurgy and Materials Engineering

Determination of the biaxial flexural strength of the IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) as a function of the presence of saliva, aplication of a covering porcelain layer were the objectives of this study.

Ten test-samples with 1.5mm thickness and 17 mm of diameter were manufactured by means of heat-pressing into refractory mold using EP 600 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Half of this samples was dry-stored (MED) in the end of necessary surface finishings. The other half was stored in distilled water for 30 days after the necessary surface finishings (MEW). In the following, more 10 test-samples with 0.8mm thickness were manufactured by the same heat-pressing process. The first half of the samples was dry-stored (LED) after the application of porcelain coatings and necessary surface finishings. The other half was stored in distilled (LEW) after application of porcelain coatings and surface fishings. After that, the MED and LED groups were subject to biaxial flexural test for determining of their biaxial flexural strength. The test samples of MEW and LED groups were subjected to the same test in wet environment during the flexural test. All the results were subjected to statistical analysis (ANOVA)

The average of biaxial flexural strengths were, respectively, for the groups: MED (338.59 MPa), LED (255,79 MPa), MEW (301,83 MPa) and LEW (238,88 MPa). With the associated limitations of the study, no statistically significant differences were observed between the biaxial flexural strengh among tested groups.

ÍNDICE	Página
RESUMO	iv
ABSTRACT	v
LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE TABELAS	xvi
1. INTRODUÇÃO	1
2- REVISÃO DE LITERATURA	3
2.1 - SISTEMAS CERÂMICOS ODONTOLÓGICOS	3
2.2 - O SISTEMA IPS EMPRESS 2 <sup>®</sup>	14
2.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS	20
2.3.1 – DUREZA E TENACIDADE DOS MATERIAIS CERÂMICOS	26
2.3.2 – MECANISMOS PARA AUMENTO DA TENACIDADE	29
2.3.3 – RESISTÊNCIA DOS MATERIAIS CERÂMICOS EM MEIO	
AQUOSO	31
2.4 – MODALIDADES DE ENSAIO MECÂNICO	35
2.5 – BIOCOMPATIBILIDADE	36
2.6 – ASPECTOS ÓTICOS DOS MATERIAIS CERÂMICOS	
3 – MATERIAIS E MÉTODOS	45
3.1 – MÉTODOS DE PROCESSAMENTO	45
3.1.1 – CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	45
3.1.2 – CONFECÇÃO DO DISPOSITIVO PARA A REALIZAÇÃO DO	1
ENSAIO FLEXURAL BIAXIAL DE ESFERA SOBRE TRÊS	
ESFERAS	70
3.1.3 – DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAXIAL.	73
3.1.3.1 – TESTE DE FLEXÃO BIAXIAL DE ESFERA SOBRE TRÊS	J
ESFERAS	73
3.1.3.2 – CÁLCULO DA TENSÃO FLEXURAL BIAXIAL	76
3.1.4 – SECAGEM DAS AMOSTRAS	77
3.2 – TRABALHOS DE CARACTERIZAÇÃO	78
3.2.1 – CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ÓTICA	78

3.2.2 – CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE	
VARREDURA	78
4 – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	79
4.1 – RESULTADOS DO ENSAIO FLEXURAL BIAXIAL	79
4.2 – RESULTADO OBTIDO PELA REALIZAÇÃO DE MICROSCOPIA	
ÓTICA	82
4.3 – RESULTADO OBTIDO PELA REALIZAÇÃO DE MICROSCOPIA	
ELETRÔNICA DE VARREDURA	86
5 – CONCLUSÕES	95
6 – SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	96
7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	97

# ÍNDICE DAS FIGURAS PÁGINA

FIGURA. 1- Fotomicrografia de uma porcelana aluminosa	7
FIGURA 2 – Fotomicrografia do IPS Empress 2 <sup>®</sup> revelando a presença de cristais	aciculares
de dissilicato de lítio10	
FIGURA 3 - Fotomicrografia do IPS Empress 2® demonstrando a presença de	cristais de
orto-fosfato de lítio. Aumento de 5000X	11
FIGURA 4 - Micrografia ótica revelando presença de cristais amarelados disp	ersos tanto
nos materiais de subestrutura quanto na porcelana do IPS Empress 2 <sup>®</sup> 1	7
FIGURA 5 - Vista superior das matrizes de aço inoxidável	46
FIGURA 6 - Vista lateral das matrizes de aço inoxidável	46
FIGURA 7 - Matriz de aço inoxidável posicionada sobre a placa de vidro	47
FIGURA 8 - Plastificação de cera	47
FIGURA 9 - Inserção de cerca na matriz de aço inoxidável	47
FIGURA 10 - Gradual preenchimento da matriz de aço inoxidável	47
FIGURA 11 - Total preenchimento da matriz com a cera	48
FIGURA 12 - Início da remoção do excesso de cera com lâmina plana	48
FIGURA 13 - Retrato da modelagem após remoção de porções de cera excedente	48
FIGURA 14 - Matriz totalmente preenchida com cera e as superfícies	planas já
definidas	48
FIGURA 15 - Vista lateral do modelo de cera já retirado da matriz	48
FIGURA 16- Vista superior do modelo de cera já retirado da matriz	48
FIGURA 17 - Aparelhagem para conformação de anel refratário	50
FIGURA 18 - Modelos de cera postos na base conformadora do molde refratário.	50
FIGURA 19 - Modelos de cera postos na base conformadora e o conjunto dent	tro do anel
conformador de silicone	50
FIGURA 20 - Líquido para confecção de massa refratária	51
FIGURA 21 - Proveta com líquido para confecção de massa refratária e mistura	com água
bidestilada5	1
FIGURA 22 - Pó para confecção de cilindro refratário	51
FIGURA 23 - Cuba para espatulação mecânica a vácuo	51

FIGURA 24 - Espatulação mecânica a vácuo do material refratário após a mistura do pó
com a solução
FIGURA 25 - Término da Espatulação mecânica52
FIGURA 26 - Início da inserção gradual de massa refratária no anel de silicone por
vibração
FIGURA 27 - Cuidado para não inclusão de bolhas durante a inserção de massa refratária
no anel por vibração
FIGURA 28 - Inserção mais rápida da massa refratária na região distante dos modelos de
cera por meio de vibração
FIGURA 29 - Inserção mais lenta da massa refratária na região dos modelos de cera por
meio de vibração
FIGURA 30 - Inserção mais lenta da massa refratária na região dos modelos de cera por
meio de vibração com cuidado, para evitar a inclusão de
bolhas
FIGURA 31 - Término da inserção da massa refratária no anel de moldagem53
FIGURA 32 - Posicionamento da porção superior do aparato, que visa manter as superfícies
do cilindro refratário paralelas53
FIGURA 33 - Posicionamento do cilindro refratário numa câmara de pressão para
eliminação de bolhas. Vista interna53
FIGURA 34 - Posicionamento do cilindro refratário numa câmara de pressão para
eliminação de bolhas. Vista externa54
FIGURA 35 - Cilindro refratário pronto para retirada da conformadora e transferência para
o forno de anéis (de eliminação de cera)54
FIGURA 36 - Forno pré-aquecido para receber o cilindro refratário para eliminação de
cera
FIGURA 37 - Forno pré-aquecido já com o cilindro refratário para eliminação de cera
juntamente com o cursor de alumina55
FIGURA 38 - Pastilha fusível momentos antes da injeção a quente
FIGURA 39 - Forno com o cilindro refratário pronto para injeção a quente, sendo inseridos
a pastilha de material e o cursor de alumina no cilindro56

FIGURA 40 - Forno de injeção a quente EP600, com o conjunto cilindro refratário, pastilha
e o cursor de alumina posicionados e prontos para início da injeção a
quente
GURA 41 - Forno de injeção a quente EP600 (Ivoclar Vivadent), vista
frontal
FIGURA 42 - Forno de injeção a quente EP600 (Ivoclar Vivadent), vista frontal mostrando
os parâmetros de injeção57
FIGURA 43 - Forno de injeção a quente após término da injeção, com o cilindro refratário,
o curso de alumina na posição avançada para dentro do molde58
FIGURA 44 - Cilindro refratário já frio (com o curso de alumina na posição avançada) e a
peça conformada ainda no seu interior
FIGURA 45 - Câmara de jateamento Bego Easyblast
FIGURA 46 - Vista interna da câmara de jateamento Bego Easyblast59
FIGURA 47 - Jateamento em ação na câmara Bego Easyblast
FIGURA 48 - Aspecto do molde refratário após secção do mesmo e retirada do cursor de
alumina
FIGURA 49 - Aspecto do molde refratário após a destruição parcial do mesmo e exposição
da vidro-cerâmica conformada
FIGURA 50 - Aspecto da vidro-cerâmica conformada após a eliminação do
refratário
FIGURA 51 - Outra vista do material da FIGURA 5059
FIGURA 52 - Equipamento de usinagem manual WH MF Perfecta60
FIGURA 53 - Desgaste nas bordas cilíndricas dos discos de dissilicato de lítio60
FIGURA 54 - Outra vista do conjunto da FIGURA 5361
FIGURA 55 - Politriz com lixa de SiC 800 malhas, refrigerado a água61
FIGURA 56 - Lixamento do disco de vidro-cerâmica com lixa de SiC, refrigerado a
água61
FIGURA 57 - Controle dimensional (com paquímetro) dos discos de vidro-cerâmica ao
final da usinagem61
FIGURA 58 - O diâmetro final do disco de vidro-cerâmica é de 17mm, com margem de
erro de -0,05mm

FIGURA 59 - Controle da espessura final do disco de vidro-cerâmica, ao final da
usinagem61
FIGURA 60 - A espessura final do disco de vidro-cerâmica aqui é de 1,5mm, com margem
de erro de -0,05mm
FIGURA 61 - Corpo de prova sendo lavado, com cavitação, em água bidestilada em uma
cuba ultrassônica
FIGURA 62 - Cuba ultrassônica VITA Inceram <sup>®</sup> Vitasonic II62
FIGURA 63 - Forno para sinterização de porcelanas VITA Vacumat 40 T65
FIGURA 64 - A pressão de jateamento de vidro-cerâmica, com esferas de vidro, na câmara
Bego Easyblast é de 0,5 bar65
FIGURA 65 - Vista interna da câmara de jateamento Bego Easyblast65
FIGURA 66 - Jateamento (com esferas de vidro) em ação na câmara Bego Easyblast nos
discos de vidro-cerâmica65
FIGURA 67 - Conjunto de porcelanas de cobertura da Ivoclar usadas na estratificação de
amostras de vidro-cerâmica Empress 2 <sup>®</sup> 65
FIGURA 68 - Colocação do pó de porcelana de dentina sobre a placa de vidro para mistura
com o líquido de processamento ("Build-up Liquid")65
FIGURA 69 - Mistura da porcelana de dentina com o líquido, formando uma lama a ser
aplicada sobre os discos de subestrutura
FIGURA 70 - Disco com a lama de porcelana aplicada, sendo distribuída por toda a
superfície da mesma por meio de vibração66
FIGURA 71 - Descrição complementar do processo da Figura 3.69, usando vibrador de
gesso VH Equipamentos
FIGURA 72 - Disco de Empress 2 <sup>®</sup> , com a porcelana de dentina aplicada, saindo do forno
Vita Vacumat 40 T
FIGURA 73 - Aparência final, após a queima, do disco de Empress 2 <sup>®</sup> com a porcelana de
dentina
FIGURA 74 - Colocação do pó de porcelana de esmalte (Ivoclar) sobre a placa de vidro
para mistura com o líquido de processamento ("Build-up Liquid")67

FIGURA 75 - Lama do pó de porcelana de esmalte misturado com o líquido de
processamento para aplicação sobre a camada de porcelana de dentina referida na
FIGURA74
FIGURA 76 - Aplicação da lama de porcelana de esmalte (com pincel de pelos de marta)
sobre os discos de Empress $2^{\mathbb{R}}$ pré-coberto com porcelana de dentina já
queima
FIGURA 77 - Porcelana de esmalte aplicada pronta para o ciclo de sinterização da
mesma
FIGURA 78 - Disco de Empress 2 <sup>®</sup> com a porcelana de esmalte aplicada, saindo do forno
Vita Vacumat 40 T68
FIGURA 79 - Pó de porcelana de vidrado ("glaze") na placa de vidro para receber o líquido
de mistura68
FIGURA 80 - Lama de pó de porcelana de esmalte misturado com o seu líquido, para
última etapa de estratificação do disco de Empress 2 <sup>®</sup> 68
FIGURA 81 - Aplicação da lama de porcelana de glaze (com pincel de pelos de marta)
sobre o disco de Empress 2 <sup>®</sup> pré-queimado com as porcelanas de dentina e de
esmalte
FIGURA 82 - Porcelana de glaze aplicada, pronta para o ciclo de sinterização da
mesma
FIGURA 83 - Disco de vidro-cerâmica com todas as porcelanas aplicadas, saindo do forno
Vita Vacumat 40 T após a queima final69
FIGURA 84 - Discos de Empress $2^{\text{(e)}}$ (de prensa EP600) após estratificação
completa
FIGURA 85 Esfera de 1,58mm de diâmetro na ponta do dispositivo para execução do
ensaio de flexão biaxial
FIGURA 86 - Vista lateral do par de dispositivos para a execução do ensaio de flexão
biaxial
FIGURA 87 - Vista frontal da ponta de um dos dois dispositivos para execução de ensaio
FIGURA 87 - Vista frontal da ponta de um dos dois dispositivos para execução de ensaio flexural biaxial, mostrando as três esferas de 3,18mm de diâmetro, num círculo de 12mm
FIGURA 87 - Vista frontal da ponta de um dos dois dispositivos para execução de ensaio flexural biaxial, mostrando as três esferas de 3,18mm de diâmetro, num círculo de 12mm de diâmetro

do aparato para ensaio flexural biaxial. Aumento de 40x72
FIGURA 89 - Máquina Universal de Ensaios Mecânicos EMIC DL 10000/700 com os
dispositivos de ensaio flexural biaxial no lugar73
FIGURA 90 - Vista superior dos dispositivos para ensaio flexural biaxial na Máquina
EMIC
FIGURA 91 Vista inferior dos dispositivos para ensaio flexural biaxial na Máquina
EMIC
FIGURA 92 - Disco de Vidro-cerâmica Empress 2 <sup>®</sup> nos dispositivos para ensaio flexural
biaxial usando a máquina EMIC74
FIGURA 93 - Vista superior da cuba de borracha utilizada para a manipulação de hidro-
colóide irreversível (com furo de 25mm no seu centro)
FIGURA 94 - Vista lateral da cuba da FIGURA 93
FIGURA 95 - Corpo de prova posicionado no aparelho de teste flexural a úmido, ainda
sem água na cuba de borracha
FIGURA 96 - O mesmo conjunto da FIGURA 95, agora com a cuba de borracha cheia de
água bidestilada
FIGURA 97 - Superfície de fratura frágil (lisa) de uma amostra
monolítica
FIGURA 98 - Zonas de dano com cone de fratura característico de materiais monolíticos
com porosidade e trincas. Aumento de 40x
FIGURA 99 - Trinca originada na superfície de tração da amostra e propagando-se através
do material. Aumento de 10x
FIGURA 100 - Presença de bolha grande no material. Aumento de
20x
FIGURA 101 - Trinca propagando-se pelo material, sem alcançar fratura completa por
causa de sua capacidade de deflexão da trinca. Aumento de 10x
FIGURA 102 - Origem de trinca se propagando pelo material a partir do ponto de aplicação
da carga. Aumento de 10x
FIGURA 103 - Iniciação da trinca na superfície de tração da porcelana de recobrimento e
sua propagação através da porcelana e do material de subestrutura. Aumento de
10x

FIGURA 104 - Detalhamento da imagem anterior (40x) evidenciando o percurso da trinca FIGURA 105 - Presença de pequenas inclusões amarelas tanto na subestrutura quanto na FIGURA 106 -. Detalhamento da imagem anterior (67x), com mais nítida evidência da FIGURA 107 - Região da interface revelando o trajeto da trinca sem a deflexão da mesma FIGURA 108 - Estilhaçamento da porcelana de recobrimento e propagação da trinca FIGURA 109 - Divisão de trinca e a deflexão destas trincas na região da interface entre os FIGURA 110 - Detalhamento da imagem anterior (67x): mais clara evidência da presença FIGURA 111 - Superfície de fratura da amostra: trajeto de trincas na porcelana de recobrimento e sua retenção na região da interface entre a porcelana e a subestrutura. FIGURA 112 - Superfície de fratura da amostra: região da interface entre a porcelana de FIGURA 113 - Região da interface entre os materiais revelando a deflexão da trinca oriunda da porcelana de recobrimento, que se propaga paralelamente à região da interface, FIGURA 114 - Detalhamento da imagem anterior, confirmando a delaminação e a continuidade da propagação da trinca através do material de subestrutura, revelando o FIGURA 115 - Detalhamento da imagem anterior. Ocorre a propagação da trinca paralelamente à interface revelando trajeto da fratura tanto transgranular quanto FIGURA 116 - Região da interface porcelana/subestrutura revelando várias bolhas e poros FIGURA 117 - Superfície da amostra contendo riscos de lixamento e polimento.......89

FIGURA 118 - Superfície de fratura com orientação randômica dos cristais de dissilicato de FIGURA 119 -. Superfície da amostra após seu condicionamento por meio de ácido fluorídrico, revelando a interdigitação de cristais aciculares após a remoção da matriz FIGURA 120 - Outra região da superfície da amostra condicionada por meio de ácido fluorídrico, revelando a orientação dos cristais aciculares após a remoção da matriz FIGURA 121 - Outra região de superfície da mesma amostra condicionada por ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial): orientação preferencial de cristais FIGURA 122 - Superfície da amostra após seu condicionamento por meio de ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial) revelando um poro superficial delimitado por cristais de dissilicato de lítio......90 FIGURA 123 - Superfície de fratura revelando a orientação randômica dos cristais de dissilicato de lítio da subestrutura e a fratura do material através dos contornos de grão......90 FIGURA 124 - Superficie de fratura revelando a fratura do material através dos contornos de grão, revelando também a textura da fratura.....90 FIGURA 125 - Superfície de fratura mostrando fratura transgranular onde o cristal é FIGURA 126 - Superfície de fratura mostrando fratura transgranular onde o cristal é FIGURA 127 - Superfície mostrando fratura intergranular onde a trinca é defletida no FIGURA 128 - Superficie de fratura mostrando fratura intergranular e a ocorrência de alguns poucos cristais hexagonais de ortofosfato de lítio......91 FIGURA 129- Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de FIGURA 130 - Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de 

FIGURA 131 - Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de porosidade e
cristais de ortofosfato de lítio92
FIGURA 132 - Superficie de fratura onde pode ser observada a presença de
porosidade92
FIGURA 133 - Superfície de fratura onde pode ser observada a fratura frágil (do
material)92
FIGURA 134 - Superficie de fratura onde podem ser notados alguns poros e bolhas
grandes, com porosidades na periferia de um bolha93
FIGURA 135 - Superfície de fratura onde podem ser observadas diversas bolhas no interior
da porcelana e ainda algumas porosidades93
FIGURA 136 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de
porosidades de porosidades de tamanhos bastante reduzido
FIGURA 137 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de
cristais hexagonais de apatita93
FIGURA 138 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de
cristais hexagonais de apatita e porosidades94

## ÍNDICE DAS TABELAS E GRÁFICOS

## PÁGINA

TABELA 1. Os grupos de amostras de diferentes ambientes de estocagem e teste, espessura			
da subestrutura e tipo de prensa injetora	46		
TABELA 2. Histórico termo-mecânico da injeção a quente		57	
TABELA 3. Resultados do Ensaio Flexural Biaxial		80	
TABELA 4 Análise de variância (ANOVA) entre os grupos testados		82	
GRÁFICO 1. Box PLot dos resultados da estatística descritiva	das	resistências	
determinadas		81	

### 1 - INTRODUÇÃO

As primeiras restaurações totalmente cerâmicas advinham das porcelanas feldspáticas puras, tendo como características: baixa condutividade térmica e elétrica, boa resistência à abrasão e estética superior quando comparadas àquelas de outros materiais dentários (resinas compostas e metais), porém tendo a sua utilização bastante restrita no passado pela sua baixa resistência mecânica [6].

Houve recentemente um grande aumento na utilização de restaurações totalmente cerâmicas [11]. Normalmente os sistemas cerâmicos 'livres de metal' ("metal-free") combinam um núcleo, ou subestrutura cerâmica, bastante resistente e uma porcelana de recobrimento frágil, com melhores propriedades óticas [41]. Estes materiais podem sofrer fratura frágil, adaptação marginal inadequada, microinfiltração e abrasão dos dentes antagonistas à restauração [7].

A procura por próteses totalmente cerâmicas aumentou devido à introdução das vidrocerâmicas conformadas pela injeção a quente em molde refratário (*hot-pressed*) [44]. Os materiais vidrocerâmicos injetados a quente são populares devido aos seguintes fatores: fácil fabricação (técnica convencional da cera perdida), boa integridade marginal, translucidez, boas propriedades mecânicas (sistema de reforço por cristais), "*near-net shape*" (produto com forma muito próxima daquela da utilização final, com pouca necessidade de usinagem) e baixa porosidade [4].

Dentre os sistemas dentários "metal-free" vem merecendo destaque crescente o IPS Empress 2® (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Este material consiste numa subestrutura de vidro-cerâmica de dissilicato de lítio, com um recobrimento estético baseado em fluorapatita [3, 4, 6, 7, 17, 20, 21, 23, 24, 36, 41, 44, 76, 63, 77-79, 88, 97,58].

O núcleo do IPS Empress 2® é descrito como uma vidro-cerâmica injetada a quente (*hot-pressed*) que contém 60% de seu volume formador por cristais de dissilicato de lítio (Li<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) [41]. A área média de superfície de partícula é de  $0.42\mu m^2$  [77], com o comprimento do cristal acicular variando de 0,5 a 4  $\mu m$  [23]. Esta fina dispersão de cristais (menores que 20  $\mu m$ ) numa matriz vítrea é uma das possíveis causas do aumento da resistência mecânica do material [36]. Nesta vidro-cerâmica também são observados cristais de ortofosfato de lítio [17].

Já o recobrimento do substrato estrutural é composto por uma matriz vítrea de fluorfosfato de cálcio, contendo menos que 5% em volume de cristais de fluorapatita [41], que se apresentam na forma hexagonal [34].

O presente trabalho tem por objetivos determinar a importância da presença de umidade e a diminuição da espessura de material de subestrutura com subseqüente aplicação de material de recobrimento no quesito de resistência flexural biaxial.

## 2 - REVISÃO DE LITERATURA

# 2.1 - SISTEMAS CERÂMICOS ODONTOLÓGICOS

O desenvolvimento das técnicas de confecção de cerâmicas dentais é considerado um fato excepcional, sendo um dos grandes avanços da humanidade. O material cerâmico tem como características sua dureza superficial e sua baixa resistência mecânica. Porém, este é o material que reúne o maior número de características desejáveis para um material restaurador dentário na atualidade, tais como: mimetismo às estruturas dentárias, ser isolante térmico e ter mínima interação tecidual (biocompatibilidade) [6].

No século X, na China, foi desenvolvido um material claro (branco), translúcido (devido à sua necessidade de uma espessura menor) que quando recebia leves batidas emitiam um som agudo característico. Este material foi batizado de porcelana. Notou-se então que este material, com estas características, poderia ser utilizado para reproduzir a estrutura mineral dos dentes [6]. Além disso, existem outras propriedades comuns a estes materiais: biocompatibilidade (decorrendo de sua alta estabilidade química), fragilidade e alta dureza superficial [11]. Conseqüentemente, as restaurações dentais cerâmicas podem gerar abrasão nos dentes antagonistas, haja vista que o esmalte dentário tem dureza superficial menor que a da porcelana [7].

A aplicação de porcelanas para fins odontológicos data de 1774, quando um apoteótico francês chamado Aléxis Duchateau considerou a possibilidade da substituição das dentaduras feitas de marfim por outras confeccionadas em porcelana. Duchateau confeccionou para si próprio a primeira dentadura em porcelana. Posteriormente as porcelanas foram aplicadas em outros arcabouços reabilitadores devido à suas qualidades estéticas, pois este material continua sendo o melhor substituto para o esmalte dentário e a dentina [6].

No entanto, uma das mais sérias desvantagens do uso das porcelanas dentárias decorre de sua baixa resistência mecânica [6, 25,26].

No caso das restaurações totalmente cerâmicas o maior problema é a presença de microporosidades na superfície, desenvolvidas durante o estágio de sinterização. Estas microporosidades podem predispor o material à iniciação e propagação de trincas, que podem levar ao insucesso da restauração [14].

A porcelana dentária é quimicamente estável, produz uma excelente estética e não se deteriora com o tempo. A condutividade térmica e o coeficiente de expansão linear são muito similares aos encontrados na dentina e no esmalte dentário, e o problema de percolação se torna mínimo quando houver uma boa adaptação marginal [6-8].

Mesmo que a resistência à compressão da porcelana seja alta (350 a 550 MPa), sua tensão de ruptura é muito baixa (20 a 60 MPa), característica de um material frágil. O material sendo primariamente um vidro tem baixa resistência à fratura. Sua máxima elongação é de menos de 0,1%. Vidros são muitos sensíveis à presença de *microtrincas* na superfície, uma grande desvantagem das porcelanas como material para reconstrução dentária. Durante o processo de resfriamento, a porcelana da superfície irá se resfriar mais rápido que a do interior, e quando esta última se contrai (puxando a parte externa para dentro) encontrará a camada superfícial já completamente rígida, ou seja, incapaz de se escoar; desta forma a superfície ficará submetida a uma tensão de compressão, enquanto seu interior ficará em tração [6].

Se a alteração dimensional for suficientemente elevada (mesmo levando em conta um coeficiente de expansão térmica relativamente baixo da porcelana dental), a parte interna do material que está sob tração irá romper-se para aliviar a tensão, resultando no aparecimento de microtrincas na superfície, que em última instância levarão à fratura da peça [6].

A aplicação de um vidrado (*glaze*) com um coeficiente de expansão muito baixo pode potencialmente preencher estas trincas e manter a superfície sob compressão. As porcelanas dentárias são tenazes o bastante para aplicação em próteses fixas, e mesmo para condições de carga um pouco mais severas, como coroas de jaqueta anteriores, especialmente sob cargas mastigatórias muito intensas. A superfície delgada flui para dentro do corpo da porcelana, como iniciador de uma falha. A baixa resistência mecânica inerente às porcelanas feldspáticas (<60 MPa) restringe seu uso somente para áreas de baixa requisição mastigatória [6].

Em 1903, Land [46] descreve, em matéria da *Dental Cosmos*, como confeccionar coroas de porcelana, apesar do problema destas fraturarem com muita facilidade. Similarmente Pincus [62], descreveu o conceito de cerâmica de revestimento na revista *Californian Dental Association Journal* de 1938, porém estes eram materiais que também se fraturavam, devido às características das porcelanas da época, o que determinou que o caulim não fossem utilizado ou seu uso fosse extremamente restrito nas porcelanas dentárias [6].

Para resolução destes problemas foram propostos dois mecanismos para a melhoria das características das porcelanas: a utilização de subestruturas mais resistentes ou melhorar as propriedades mecânicas das porcelanas, denominadas porcelanas reforçadas [6, 7, 23, 36, 61].

Land e colaboradores [46] assinalam que um dos problemas das restaurações totalmente cerâmicas anteriores é a fratura devida as microtrincas da superfície. No tocante ao aumento de sua resistência, A porcelana teve a sua resistência mecânica melhorada pela introdução de fornos a vácuo, que minimizam a porosidade e aumentam a resistência flexural da porcelana de 20 a 30 MPa até cerca de 50 a 60 MPa. Entretanto, as melhorias procuradas não foram alcançadas, incentivando a continuação de pesquisas para um material de núcleo que proporcionasse a resistência necessária e a dureza para conter a propagação da trinca da superfície para o interior [6].

O fato contundente é que as cerâmicas tendem a falhar quando lhes são impostas deformações maiores do que 0,1%. Portanto, dificultar a propagação da trinca mediante a deformação permanente do suporte significa o aumento de resistência à fratura com o aumento do módulo de elasticidade (Módulo de Young) do material. Infelizmente, a resistência à tração é uma propriedade difícil de ser medida, pois os resultados têm grande dispersão [6, 69].

Em meados da década de 1960, McLeam e Hughes [51] desenvolveram uma porcelana reforçada por alumina, referidas como *porcelanas aluminosas*. Este material consiste num vidro feldspático contendo de 40 a 50% de alumina. As partículas de alumina são muito mais resistentes que o vidro, e são mais efetivas do que o quartzo na prevenção da propagação da trinca, agindo como um estabilizador. Como a resistência flexural máxima das porcelanas feldspáticas é de 60 MPa, havia um aumento até 120 a 150 MPa para as porcelanas aluminosas. Porém a adição de alumina causa uma diminuição da translucidez, tendo uma opacidade maior que aquela dos vidros feldspáticos [6].



Figura 1 - Fotomicrografia de uma porcelana aluminosa [6].

Vidro-cerâmicas foram primeiramente desenvolvidas pela Corning Glass Works na década de 1950. Em princípio, uma estrutura é formada quando o líquido é resfriado formando um vidro metaestável. Durante um tratamento térmico, uma cristalização controlada ocorre com a nucleação e o crescimento dos cristais. Esta conversão de um vidro para um vidro parcialmente cristalizado é chamada de *ceramização*. Então, um vidro-cerâmica é um sólido multifase contendo uma fase de vidro residual e fases cristalinas finamente dispersas na matriz vítrea. A cristalização controlada do vidro resulta na formação de delgados cristais distribuídos na fase vítrea. O número de cristais, sua taxa de crescimento e também sua forma são regulados pelas variáveis tempo e temperatura, durante o tratamento térmico [6].

O tratamento térmico é dividido em duas fases. No primeiro momento o material é mantido numa temperatura onde a taxa de nucleação é maior, para maximizar o número de cristais formados. Então a temperatura é elevada para permitir o crescimento dos grãos. A

manutenção desta temperatura é continuada até que o tamanho de cristal desejado seja obtido [6,90].

É de suma importância que os cristais sejam numerosos e uniformemente distribuídos na fase vítrea a fim de assegurar a máxima resistência mecânica. A fase cristalina deve ocorrer em um vidro-cerâmica numa proporção de 50 a próximo de 100% do material [6, 36, 63].

As propriedades mecânicas são fortemente influenciadas pela forma da partícula, volume da fase cristalina, força de ligação entre as fases, diferenças no módulo de elasticidade e diferenças no coeficiente de expansão térmica linear [6,63].

A fratura frágil de um material normalmente é iniciada num defeito (superficial ou interno) na forma de microtrincas, que agem como concentradoras de esforços. Se a fase cristalina for realmente resistente, então a trinca se originará na fase vítrea. A dimensão destas microtrincas pode ser limitada pela distância entre os cristais [7].

A maioria do vidro-cerâmicas é opaca e enevoada, não sendo adequadas para a prática dentária. A primeira vidro-cerâmica utilizada em Odontologia foi introduzida por MacCulloch 1968 [50], para obtenção de dentes para dentadura, sendo baseada num sistema LiO.ZnO.SiO<sub>2</sub>. Porém nesta época houve uma popularização dos dentes em resina acrílica, levando a uma pouca utilização deste material [6].

A cerâmica usada nos experimentos originais desenvolvidos por Horn [39] era a leucita (KAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>), contendo vidro feldspático, que era utilizado em restaurações com subestrutura metálica. Havia uma diferenciação na composição e microestrutura do vidro, para uma melhor distribuição da fase cristalina, melhorando a resistência mecânica. A

resistência flexural de vidro-cerâmicas reforçadas por leucita situa-se acima de 120 MPa [6].

Objetivando superar as dificuldades inerentes à adaptação de cerâmicas (em especial a contração na sinterização), uma boa atenção é dada à utilização de vidro-cerâmicas, de cerâmica parcialmente sinterizada e a seguir infiltrada com vidro de lantânio. Nesta técnica, a subestrutura cerâmica parcialmente sinterizada é obtida empregando processos de colagem em barbotina e sinterização parcial, antes da infiltração de vidro. A moldagem pela injeção a quente sob pressão ("heat pressing"), umas das novas vertentes, é um método utiliza a técnica da cera perdida, em que um modelo de cera da subestrutura a ser produzida fora anteriormente incluída em um molde refratário. A cera é queimada, sendo removida e criando espaço para o seu preenchimento subseqüente com vidro-cerâmica reforçada por leucita como, por exemplo, o IPS Empress ® [6,77].

Restaurações de IPS Empress exibem uma taxa de sobrevida variando de 96% em quatro anos e meio para 91% em sete anos. As cáries secundárias não foram o fator preponderante de falha, sendo a fratura de corpo a maior causa de insucesso [14].

Já quando estes resultados são analisados levando-se em conta somente coroas totais de IPS Empress, algumas considerações podem ser realizadas. Este material possui um forno especialmente projetado para a introdução do material por fluxo viscoso à temperatura de 1180°C [6, 97]. As restaurações têm sobrevida variável entre 92% a 99% num período de três a três anos e meio [14].

Boas restaurações dentárias de materiais cerâmicos baseados em leucita são caracterizadas por meio de esmaltes de vidrados de cobertura. Os resultados estéticos são

excelentes, com alta transluscência, fluorescência e opalescência da vidro-cerâmica reforçada por leucita [6,97].

Foram desenvolvidos também outros sistemas de vidro-cerâmicas dentais como, por exemplo, o sistema de SiO<sub>2</sub>-Li<sub>2</sub>O (IPS Empress 2®, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) [98]. A fase cristalina é formada por dissilicato de lítio (Li<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), que chega a constituir 70% do volume do material. O dissilicato de lítio tem uma microestrutura nãousual, que consiste de cristais aciculares com orientação randômica. Este fato é ideal do ponto de vista de resistência, porque os cristais aciculares levam as trincas ao serem desviados, ao se ramificarem ou se imobilizarem. Então a propagação da trinca é contida pelos cristais de dissilicato de lítio, provendo um aumento substancial na resistência mecânica [6,97]. Ocorre a formação de uma fase secundária, consistindo em ortofosfato de lítio (Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), cujo volume é muito inferior à fase principal [3].



Figura 2 - Fotomicrografia do IPS Empress 2®, revelando a presença de cristais aciculares de dissilicato de lítio [6].



Figura 3 - Fotomicrografia do IPS Empress 2® demonstrando a presença de cristais de orto-fosfato de lítio. Aumento de 5000X [3]

As propriedades mecânicas IPS Empress 2® são superiores àquelas das porcelanas reforçadas por leucita, com uma resistência flexural na região de 350 a 450 MPa e resistência à fratura aproximadamente três vezes maior do que a da porcelana reforçada por leucita [3, 4, 6, 23, 24, 36, 97].

O material é altamente translúcido, decorrente da compatibilidade ótica entre a matriz vítrea e a fase cristalina, que minimiza a dispersão da luz quando esta passa pelo material. O processo é o mesmo de moldagem pela injeção a quente por pressão (*hot-pressing*), porém com uma temperatura de 920°C, menor do que no sistema reforçado por leucita [6, 96, 97].

Para as vidro-cerâmicas feldspáticas reforçados por leucita, o material de recobrimento é idêntico ao material base, então não ocorrem diferenças nos coeficientes de expansão lineares maiores de  $10^{-6/\circ}$ C. Sendo assim, uma porcelana de recobrimento teve de ser desenvolvida. Esta é a vidro-cerâmica de apatita estratificada. A fase cristalina é formada por fluorapatita (Ca<sub>10</sub> (PO4)<sub>6</sub>.F<sub>2</sub>), representando o material mais próximo ao esmalte dentário já obtido [6, 41].

As vidro-cerâmicas obtidas por cristalização controlada de vidros podem ser utilizadas em diferentes maneiras, dependendo de sua microestrutura, propriedades químicas e mecânicas. Essas propriedades são diretamente dependentes da composição química dos materiais e do tratamento térmico utilizado. A aplicação de vidro-cerâmicas como biomateriais para restauração dentária é promissora. Ocorre um interesse muito acentuado na fluorapatita, hidroxiapatita e hidroxiapatita fluorada na área médica. A estrutura da apatita  $Ca_{10}(PO_4)_6F_X(OH)_{2-X}$ , onde o X representa a fração de OH<sup>-</sup> substituída por F<sup>-</sup>, é à base da variedade de cerâmicas bioativas. Fluorapatita (X = 2), hidroxiapatita fluorada (0 < X < 2) e hidroxiapatita (X = 0) são isoestruturais e cristalizam-se no sistema hexagonal [74]. As vidrocerâmicas contendo simultaneamente leucita e apatita apresentam boa resistência química aos ácidos acético e fosfórico [74].

As fluoromicas (por exemplo, Dicor®) são produzidas baseadas em composições dentro do sistema SiO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>O-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>, com a adição de fluoretos para aumentar a fluorescência em próteses, como a encontrada na dentição natural. Para tal tipo de composição, o processo de ceramização resulta na nucleação e crescimento de cristais de fluormica tetra-silícica dispersos na fase vítrea. Estes cristais são aciculares, tal como no caso do dissilicato de lítio, e são capazes de deter a propagação de trincas pelo mecanismo de sua deflexão. As propriedades mecânicas sugerem uma resistência à flexão situada na faixa de 120 a 150 MPa [6, 34].

A passagem de luz através de uma vidro-cerâmica de fluormica tetra-silícical é afetada pelo tipo de cristal e a diferença entre os índices de refração entre a fase vítrea e a fase cristalina. Então, vidrocerâmica formada por cristais menores do que espectro da luz visível (0,4 a 0,7µm) terá uma aparência transparente. O índice de refração de pequenos

cristais de mica é muito próximo do observado na matriz de vidro, então ocorre uma menor tendência da luz de espalhar que a observada nas porcelanas aluminosas [6, 76].

O processamento desta porcelana envolve o método de cera perdida. A restauração é encerada no troquel com material convencional. A seguir, o modelo de cera é revestido por uma massa refratária de um pó refratário aglutinado por fosfato. A pastilha da vidrocerâmica fusível é introduzida no canal de alimentação por meio de uma centrífuga especial, na temperatura de 1380°C e preenche o molde refratário. O material obtido sofre tratamento térmico para criação da fase cristalina e conseqüente aumento da resistência. A composição de nuances desejada é obtida por aplicação de esmaltes [97].

Conclui-se que existem algumas modalidades de materiais e métodos de obtenção de artefatos indicados para restauração dentária. As cerâmicas feldspáticas ou convencionais são constituídas basicamente de feldspato, quartzo e caulim. As vidrocerâmicas fundidas consistem em barras cerâmicas sólidas, as quais utilizam a técnica da cera perdida e centrífuga para fundição na confecção das restaurações. As vidrocerâmicas prensadas, por sua vez, vêm na forma de blocos sólidos de vidro-cerâmicas, fundidas sob alta temperatura e pressionadas dentro dos moldes criados pela técnica da cera perdida. As cerâmicas usinadas são confeccionadas a partir de blocos cerâmicos que são fresados por meio de um sistema CAD-CAM, de projeto assistido por computador (CAD, "computer aided design") e fabricação assistida por computador (CAM, "computer-aided-manufacture"). . E, finalmente, as cerâmicas infiltradas são compostas por dois componentes: pó (oxido de alumínio ou corpo), que é fabricado como substrato poroso, e um vidro, geralmente composto por porcelana feldspática, que é infiltrado dentro do substrato poroso em alta temperatura [57]

### 2.2 - O SISTEMA IPS EMPRESS 2®

Infra-estruturas de vidro-cerâmicas moldadas pela injeção sob pressão a quente foram desenvolvidas como uma alternativa odontológica livre de metal. Dentre outras opções, em 1999, a Ivoclar-Vivadent [97] apresentou documentação científica descrevendo o sistema IPS Empress 2 @ como sendo uma nova cerâmica para a confecção de infra-estruturas muito resistentes, indicando o material para confecção de próteses fixas nas regiões anteriores e posteriores até o segundo pré-molar e para coroas totais em qualquer posição das arcadas dentárias. Como este material é uma cerâmica translúcida à base de dissilicato de lítio que em sua fase cristalina apresenta cristais grandes de dissilicato de lítio, medindo de 0,5 a 5  $\mu$ m, e ortofosfato de lítio com cristais de 0,1 a 0,3  $\mu$ m, ele obteve resultados promissores e adequados à prática odontológica.[8, 10, 79, 97].

Há 2 técnicas diferentes usadas para o acabamento estético de próteses de vidrocerâmicas confeccionadas pela injeção a quente sob pressão: a técnica de maquiagem e a técnica da estratificação. Na técnica da maquiagem, inclui-se no futuro molde refratário o modelo de cera de toda a restauração. A injeção a quente da vidrocerâmica gerará a desejada restauração em suas dimensões finais, recebendo a seguir a pintura estética com pigmentos cerâmicos que, recoberto por um esmalte de pó de vidrado, é submetida à queima final.. Na técnica da estratificação, um modelo de cera da subestrutura da futura restauração é incluída no futuro molde refratário. A injeção a quente sob pressão da vidrocerâmica gerará a deseja infra-estrutura, sobre a qual serão aplicadas as várias camadas de porcelana de estratificação, com queima após cada uma das camadas de porcelana aplicadas, incluindo a porcelana de decoração e o esmalte de vidrado final [3]. O processamento da cerâmica de infra-estrutura para técnica da estratificação consiste em obter um modelo de cera da infra-estrutura apenas, para posterior inclusão em uma massa refratária. Realizada esta etapa inicial este conjunto é levado a um forno de anéis para eliminação da cera e pré-aquecimento do anel até a obtenção da temperatura uniforme de 700°C. Juntamente com o conjunto são pré-aquecidos a pastilha do material (forma em que o material é apresentado pelo fabricante) e o cursor de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Após este processo, o anel de refratário é conduzido ao forno de injeção a quente que segue os seguintes parâmetros: temperatura inicial de 700°C com uma taxa de aquecimento de 60°C por minuto até que seja alcançada a temperatura de 920°C, que é a temperatura de injeção que é realizada sob uma pressão de 5 bar (0,5125 MPa). Por ser um material injetado este material apresenta baixa porosidade e conseqüentemente uma resistência flexural adequada para material restaurador, entre 250 e 400 MPa [97].

A cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent) consiste em uma matriz vítrea de dissilicato de lítio ricamente povoada por cristais aciculares do mesmo material, um grande volume disperso de cristais imersos numa matriz vítrea [4, 36, 69].

A composição do núcleo do IPS Empress 2® descrita pelo fabricante compõe-se de SiO<sub>2</sub> (numa fração mássica superior a 60%), K<sub>2</sub>O, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, Li<sub>2</sub>O, MgO, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e F, como componentes adicionais, e pigmentos [97].

Na avaliação de materiais cerâmicos policristalinos devem ser levados em consideração alguns fatores que afetam as propriedades mecânicas: porosidade, tamanho de grão, forma do cristal e orientação cristalina. A porosidade do material conformado por injeção sob pressão a quente é baixa, conforme descrição anterior. O IPS Empress 2®

consiste basicamente em cristais alongados de dissilicato de lítio (média de 5,2 µm de comprimento e 0,8 µm de diâmetro). Os cristais parecem alinhar-se em bandas formando regiões alinhadas e densas, mas uma maior ampliação permite demonstrar caminhos tortuosos e cristais desalinhados. Neste material as fraturas produzidas por endentação são constantemente assimétricas e o modo de fratura é tanto transgranular quanto intergranular [4, 36, 63].

Nas estruturas de IPS Empress 2-Eris as trincas não costumam ser defletidas na interface, propagando-se diretamente da superfície da porcelana através de toda a seção do amostra [73].

A microscopia eletrônica de varredura do material de subestrutura do Empress 2 mostrou uma elevada fração em volume (>60%) de cristais de dissilicato de lítio com uma relação de área elevada. Materiais cerâmicos com este tipo de estrutura acicular interligadas podem induzir mais de um componente da torção para defletir o trajeto das trincas, melhorando a resistência à fratura [17].

Uma fase secundária do ortofosfato de lítio se fez presente na subestrutura do Empress 2 que tem sido identificado previamente na cerâmica de dissilicato de lítio. A microscopia ótica revela a presença de inclusões amarelas dispersas em todo a estrutura do Empress 2 e da porcelana de recobrimento. Estas inclusões podem ter sido adicionadas como agentes da coloração ou para realçar a opalescência e a estética. A análise de raios X por energia dispersiva destas inclusões é descrita como inconclusiva [17].



Figura 4 – Micrografia ótica revelando presença de cristais amarelados dispersos tanto nos materiais de subestrutura quanto na porcelana do IPS Empress 2® [17].

Algumas diferenças podiam estar presentes entre a superfície e o interior das fases cristalinas no núcleo cerâmico do Empress 2. Análises e testes adicionais foram realizados na superfície da cerâmica, podendo responder a muitas suposições. A porosidade observada na superfície é uma outra fonte potencial da falha estrutural, especialmente se estes locais foram causados ou piorados pela presença de cristalização localizada de cristais de ortofosfato de lítio [17].

A porcelana de recobrimento do Empress 2 analisada por meios de difração dos Raios X, revela um vidro amorfo com alguns picos pequenos, os quais eram difíceis de identificar, possivelmente devido à fase e ao volume do cristalino. A predominância de cristais aciculares minúsculos foi observada na microestrutura da matriz vítrea [17].

A redução do material de subestrutura do Empress 2 a 1 milímetro a fim de acomodar a aplicação da porcelana de recobrimento não resulta em uma redução flexural biaxial da resistência [17].

Vale lembrar que este recobrimento e a infra-estrutura possuem coeficientes de expansão térmica linear compatíveis (semelhantes), pois tensões transitórias e residuais nas cerâmicas, causadas por incompatibilidade dos coeficientes de contração diferentes entre os materiais podem resultar em fraturas instantâneas ou tardias nas restaurações totalmente cerâmicas laminadas [11,20,41]. As resistências mecânicas dos materiais cerâmicos e das próteses dependem do tamanho e do tipo das fissuras microscópicas e dos poros. Essas falhas sempre se fazem presentes e são características intrínsecas do material, como também interfaces entre os outros materiais, ou podem ser induzidos durante o processo de fabricação e acabamento, como nas fases de polimento, jateamento e fresagem [61].

A reorientação dos cristais pode ocorrer durante a prensagem do material. A propagação das fraturas indica que o alinhamento preferencial dos cristais através do conduto no refratário pode estar presente no IPS Empress 2®. Em pequeno aumento, as micrografías demonstram a presença de bandas onde as ilhas cristalinas parecem mais densas e alinhadas, afetando a propagação da fratura. Por outro lado, quando observado com maior aumento, essas observações não foram consistentes, mostrando áreas com alinhamento preferencial e áreas onde os grãos mostram-se distribuídos randomicamente [24].

Sendo a cimentação uma etapa crítica para o sucesso clínico das restaurações totalmente cerâmicas em IPS Empress 2®, podendo esta etapa ser realizada tanto por meio

de cimento de oxifosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro ou ainda por cimentos compósitos. Os dois primeiros são dependentes de retenção mecânica entre a restauração e o elemento dentário, enquanto a utilização de cimentos compósitos possibilita a união da restauração ao elemento dentário por meio de microretenções mecânicas, tanto na estrutura dental como na restauração. As micro-retenções são obtidas no elemento dentário por meio quelação de íons cálcio da estrutura dental por meio de condicionamento ácido, sendo o ácido de escolha o ácido fosfórico na concentração de 37%. Assim, a superfície interna é preparada para a restauração por meio de dissolução superfícial da mesma por meio de condicionamento ácido, utilizando ácido hidrofluorídrico na concentração de 10%. Esta modalidade de preparação é primariamente indicada para restaurações baseadas em silicato, como as restaurações de porcelana feldspática ou ainda baseadas em dissilicato de lítio, por meio da dissolução parcial da fase vítrea do material [13].

A necessidade da escolha do agente cimentante e a espessura da linha de cimento tem na literatura pouca ou nenhuma importância, porém há uma diferença na taxa de sobrevida das coroas cimentadas com diferentes cimentos. Paradoxalmente a taxa de sobrevida de coroas cimentadas com cimentos de maior módulo de elasticidade como o cimento de oxifosfato de zinco é menor que aquela observada com resina de menor módulo de elasticidade [66]. Novos estudos determinam que coroas cimentadas com cimento resinoso tiveram maiores índices de sucesso clínico que aquelas cimentadas com cimento de ionômero de vidro ou cimento de oxifosfato de zinco [58].

No estudo de ROSENTRITT [67] foi observada resistência significativamente maior no grupo sem envelhecimento. Com o aumento da carga de carregamento de 50 (N) para 150 (N), a resistência não foi significantemente diminuída. Com a aplicação adicional de
carga não ocorreu diferença significantemente, porém quando fora substituído o antagonista de esfera de aço por dente humano, houve diminuição significativa da carga de fratura, redução ainda maior se utilizada uma simulação artificial de ligamento periodontal. Então se o envelhecimento for realizado com antagonistas humanos e a presença de ligamento periodontal, com a remoção do mesmo antes do teste de fratura ocorrem resultados três vezes maiores que os observados nos testes de fratura aplicados com o ligamento periodontal [67].

## 2.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

Um dos problemas na utilização de materiais cerâmicos na prática odontológica decorre do fato destes apresentarem um comportamento frágil quando submetidos a esforços de tração [88].

A resistência mecânica é uma propriedade importante e isso determina o desempenho dos materiais frágeis. Entretanto, microtrincas e os defeitos que têm crescimento inerente durante os processos mecânicos e térmicos podem influenciar significativamente a resistência aferida. Conseqüentemente, a resistência mecânica é considerada uma propriedade condicional [3].

Existem vários fatores sujeitos ao controle clinico para um melhor desempenho de coroas totalmente cerâmicas: a seleção tanto do material restaurador quanto do agente cimentante, o desgaste da estrutura dentária e com isso a espessura da coroa, a espessura do agente cimentante e a estrutura remanescente do elemento dentário, incluindo-se a prévia intervenção endodôntica no elemento dentário. Ao lado destes, existem os fatores

dependentes do paciente: a posição do elemento dentário (anterior ou posterior), a extensão da prótese, geometria oclusal e a magnitude e direção das forças oclusais. Assim, o desempenho de uma coroa totalmente cerâmica é função complexa de várias variáveis [66].

A literatura especializada reporta que normalmente os sistemas cerâmicos livres de metal combinam um núcleo ou subestrutura cerâmica resistente e uma porcelana de recobrimento frágil, com as melhores propriedades óticas [41]. Além dos fatores de microestrutura, há outros fatores que podem afetar as propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos tais como a técnica de fabricação, o acabamento superficial e as condições de armazenamento antes do ensaio mecânico [7].

A fratura frágil de um material normalmente é iniciada num defeito interno ou de superfície, na forma de microtrincas que agem como concentradoras de esforços. A fase cristalina é geralmente mais resistente do que a fase vítrea, por isso a trinca normalmente se originará na fase vítrea. A dimensão destas microtrincas pode ser limitada pela distância entre os cristais [7].

As falhas são classificam-se em intrínsecas e extrínsecas. As falhas intrínsecas ocorrem devido à diferença nos tamanho de grão, a presença de grãos grandes, os contornos do grão, às transformações de fase, a presença de microtrincas devido à contração anisotrópica ou expansão de fases cristalinas diferentes. As falhas extrínsecas são decorrentes dos processos de confecção e podem ser poros, agregados, inclusões ou defeitos causados por equipamentos. As falhas podem ser separadas em falhas da superfície ou do volume. As falhas de superfície estão sempre presentes e foram as primeiras a demonstrar seu papel na resistência mecânica do vidro. As falhas de volume são representadas pelas porosidades internas do material [81].

No caso de uma estrutura bicamada (núcleo/recobrimento), a interface entre as estruturas determina o comportamento da fratura. Se a resistência da interface for maior do que as resistências de seus componentes, será esperada a fratura através da área de interface. Porém, se esta apresentar uma resistência menor do que as fases, espera-se a propagação da fratura ao longo da interface ou próxima desta região. Então o carregamento e a resistência na região de interface e nas fases dos materiais determinam a direção da fratura e como esta se propaga no sistema. No IPS Empress 2®, as falhas observadas normalmente se iniciam na superfície de tração do recobrimento e se propaga quase perpendicularmente até a interface e através dela, sem delaminação. [44]. Uma interface resistente deve prover uma transferência de esforços suficiente entre as porções do laminado para propiciar uma transferência e acomodação das cargas aplicadas. Então, uma fraca interface resultará numa falha por delaminação sob a aplicação de uma carga, com a iniciação de uma trinca e a propagação da mesma ao longo da interface [31].

Alterações na região interfacial em laminados são de interesse de pesquisa, como por exemplo, variações na rugosidade desta área e a sua relação com as propriedades mecânicas [31].

Pela redução da rugosidade interfacial em materiais laminados por meio de lixas de SiC, ocorre um significativo aumento na resistência mecânica, entretanto o modo de fratura e sua origem, representada pela delaminação, também aumenta [31].

Quando a tenacidade da interface excede a tensão flexural na superfície tensão na falha, uma trinca se propagará e penetrará através do laminado, comportando-se

essencialmente como um material homogêneo. Alternativamente, quando as tensões flexurais na falha excederem a tenacidade da interface, a trinca poderá defletir-se e estender-se ao longo da interface entre o núcleo e o recobrimento, com resultado de delaminação [81].

As tensões transitórias são bastante elevadas no processamento dos materiais cerâmicos e, com isso, trincas instantâneas podem ocorrer na cerâmica durante o estágio de resfriamento ou a presença de altas tensões residuais podem causar falhas tardias, durante a estocagem ou uso. Materiais considerados termicamente compatíveis se suas tensões transitórias e residuais são baixas o suficiente para assegurar que não ocorra fratura instantânea ou tardia. Apesar de uma perfeita combinação entre coeficientes de expansão térmica não ocorrer. Pesquisadores tentam estabelecer limites de diferença nos coeficientes de expansão térmica linear. É considerado um valor razoável a diferença da ordem de 0,225  $\times 10^{-6}$ /°C [22].

O estado de tensões residuais depende de vários fatores, incluindo diferença de contração, taxa de resfriamento, temperatura de sinterização, geometria e técnica de confecção [22]. Outras variáveis ainda devem ser levadas em questão, tais como: comportamento visco-elástico das porcelanas, queimas repetidas e variações nos tempos de resfriamento pós-queima dos laminados [42].

A resistência mecânica dos materiais totalmente cerâmicos é de suma importância para sua utilização como material reabilitador, pois são muito menos resistentes às forças de tração do que às forças de compressão. Para a determinação dos valores de resistência mecânica são utilizados métodos de flexão uniaxial de três ou quatro pontos, contudo os corpos de prova padronizados não simulam bem as situações clínicas. Isto ocorre porque não levam em conta a influência da forma das próteses e a assimetria de distribuição de forças ao longo eixo do material. Somado a isso, não são reproduzidas as falhas nas regiões de interface do núcleo e do recobrimento, dos agentes cimentantes e do elemento dentário [61]. Este é utilizado tanto para cerâmicas monocamadas quanto para cerâmicas estratificadas (cerâmicas de núcleo e recobrimento vítreo) ou estruturas metalo-cerâmicas [24].

A resistência mecânica é a propriedade mecânica que determina o desempenho destes materiais. Entretanto, defeitos e trincas que ocorrem internamente durante o processo térmico e mecânico influenciam na medida desta resistência [4].

Os procedimentos de confecção e ajustes clínicos podem ser responsáveis pela iniciação de defeitos subcríticos, que aliados à presença de umidade podem progredir a uma situação crítica levando a uma fratura catastrófica [5].

O desenvolvimento de microtrincas é de difícil avaliação, materiais moldados por injeção sob pressão a quente são submetidos a jateamento durante a remoção do material refratário onde foram incluídos. O jateamento é um procedimento complexo que sempre se demonstra problemático e pode causar danos à superfície cerâmica e promover a propagação de microtrincas. Aqui as variáveis relevantes são: o tamanho e a forma de partícula, massa da partícula e a energia cinética da partícula na colisão com a superfície da cerâmica [5].

A queda da resistência do material cerâmico pode ser conseqüência da granulometria da ferramenta de corte e a velocidade de desgaste no momento de ajustes, que determinam tamanho dos defeitos, a quantidade de tensão compressiva desenvolvida [5].

xli

É descrita que a combinação de jateamento usando partículas de  $Al_2O_3$  com o condicionamento ácido por meio de ácido hidrofluorídrico resulta em valores estatisticamente superiores em união a compósito que os procedimentos realizados isoladamente [53].

Sob uma tensão crítica aplicada aos cerâmicos, a fratura inicia-se a partir de defeitos e se propaga revelando marcas características na superfície da fratura [69].

O carregamento cíclico realizado anteriormente à realização de teste de flexão diminui significantemente a resistência flexural das restaurações totalmente cerâmicas, tendo menos efeito nas coroas de CEREC do que nas coroas de IPS Empress [18].

Observações clínicas indicam que as restaurações totalmente cerâmicas não são tão duráveis quanto as restaurações metal-cerâmicas, particularmente em elementos dentários posteriores como os molares. Clinicamente, as fraturas de corpo (tipo I) são reportadas como a causa de insucesso das restaurações totalmente cerâmicas, tanto nas restaurações monolíticas como nas restaurações laminadas. A falha não ocorre na superfície oclusal, mas sim em forma de fissuras radiais na superfície interna (cimentação). A propagação destas fissuras radiais é inicialmente contida pela porção interna da subestrutura, porém subseqüentemente estas se propagam pelo material causando danos irreversíveis. Enfatizando, as fissuras se iniciam nos materiais de subestruturas, mecanicamente mais resistentes do que as porcelanas de recobrimento. A endentação controlada por meio de esferas em corpos de prova planos é um meio para simular os elementos básicos de um carregamento oclusal. Os estudos confirmam que o dano ocorrerá quando a intensidade da tensão na estrutura laminada exceder os limites de resistência mecânica apresentada pelo material [47].

Como, em tese, as fraturas radiais são normalmente observadas na superfície de cimentação, sendo esta região a mais deteriorada nos ensaios, esta região é a que recebe a maior atenção nos estudos. Por isso, as fissuras radiais se formam abruptamente no momento de carga crítica e se dispersam lateralmente por comprimentos muito longos em relação à espessura do laminado enquanto a carga continua crescendo. A forma de danos críticos iniciais pode ser descrita como "cone cracking" (que leva a delaminação), ou modelo de quase-plasticidade que leva ao acúmulo de dano, coalescência de microtrincas trincas. Enquanto isso, na superfície interna da coroa ocorrem fissuras radiais (levando à fratura de corpo da restauração) [47].

Alguns estudos de adaptação cervical demonstraram que o IPS Empress 2 é significativamente melhor do que as restaurações metal-cerâmicas, enquanto que próteses In-Ceram obtidas a partir da colagem em barbotina exibem discrepâncias marginais significantemente maiores. O In-Ceram Celay (CAD-CAM) equipara-se ao IPS Empress 2 no referido quesito. O In-Ceram Celay pode ser considerado melhor que o In-Ceram tradicional ("slip cast"), considerando tempo de confecção, resistência mecânica e adaptação cervical [88].

### 2.3.1 – DUREZA E TENACIDADE DOS MATERIAIS CERÂMICOS

A maioria dos materiais frágeis falham sob tração devido à limitada habilidade para absorver uma quantidade substancial de energia elástica antes de fraturar [3].

A medida de absorção da energia de deformação de um material friável é um fator crítico de intensidade do estresse (tenacidade à fratura) também conhecida como fator k. A

tenacidade à fratura de um material está relacionada a um nível de tensão elástica, a qual pode ser alcançada em torno da extremidade da fissura, antes do processo de fratura ser iniciado. Ou seja, é a capacidade elástica de resistir a tensões antes de gerar a fratura [57].

Porcelanas feldspáticas possuem baixa resistência flexural e baixa tenacidade à fratura, mas são relativamente resistentes à fadiga cíclica. Esta pode ser uma das causas da excelente longevidade clínica quando estas são utilizadas como recobrimento de metal [80].

Resistência à fratura é definida como a intensidade de tensão crítica onde uma falha pré-existente passa a crescer, e indica a capacidade do material em rapidamente resistir à propagação de uma fratura. Considera-se ainda que a dureza também é uma propriedade importante, pois ela representa a resistência à endentação do material ou à sua penetração [3].

As características mais importantes para a avaliação de materiais para restaurações dentárias totalmente cerâmicas são a resistência à fratura e a dureza, e que não existe uma definição exata para a determinação da tensão de ruptura destes materiais. Somados a isto, estes valores podem ser influenciados por vários fatores, como distribuição de falhas e metodologia aplicada, e que estes fatores com suas respectivas diferenças são inapropriados. A resistência à fratura é considerada a propriedade mais consistente, entretanto a interpretação dos dados é utilizada exibindo um comportamento de curva R, o que pode ser problemático. O aumento da sobrevida dos materiais durante o uso pode ser atingido por um aumento na resistência à fratura [36].

Quando comparados aos metais, que exibem uma distribuição Gaussiana (simétrica) de resistência, os valores de resistência mecânica de cerâmicas normalmente possuem uma distribuição assimétrica (a curva de distribuição de forças geralmente se inicia com valores baixos, aumenta gradualmente até a tensão máxima e decresce rapidamente) [82].

. A resistência característica ou escala de parâmetro representa o 63,21% de distribuição, e *m* é o parâmetro de modo e *s* descreve a distribuição assimétrica da resistência. A escala e o modo representam valores de média e desvio padrão para materiais que seguem uma distribuição normal, ao passo que o módulo de Weibull aplica-se a uma pequena faixa de valores cuja distribuição assimétrica é típica de materiais cerâmicos. Valores relativamente altos do módulo de Weibull ( $m \ge 20$ ) indicam menor escala de falha e potencialmente um sucesso clínico. Porém este método pode não ser o único método para avaliação do material, necessitando ser somado a outras análises [24].

Materiais baseados em zircônia dopada por ítria exibem os maiores valores de tenacidade, que pode ser atribuída combinação de um alto fator de intensidade de tensão critica a uma razoavelmente baixa rugosidade superficial e a um tamanho de grão de submicrométrico (~300nm) [73].

A estrutura composta de vidro infiltrado numa matriz de  $Al_2O_3$ -ZrO<sub>2</sub> exibe uma tenacidade consideravelmente inferior, agregado a uma maior rugosidade superficial e uma estrutura mais grosseira (tamanho de grão da ordem de 1 a 6 µm). A cerâmica de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) demonstrou a menor tenacidade entre os materiais de subestrutura, o que pode ser explicado pelo limitado fator de intensidade de tensão critica [73].

A cerâmica In-Ceram<sup>®</sup> Alumina apresenta maiores valores medianos de tenacidade, estatisticamente diferentes dos apresentados pelo IPS Empress 2. Já a cerâmica Vitadur Alpha apresenta valores intermediários, sem diferir estatisticamente dos outros dois materiais. Conseqüentemente, conclui-se que as cerâmicas apresentam diferentes desempenhos de tenacidade à fratura, sendo a In-Ceram<sup>®</sup> Alumina capaz de absorver maior energia elástica quando comparada a Vitadur Alpha e ao IPS Empress 2 [57]. Numa comparação entre IPS Empress, IPS Empress 2, Finesse e OCC, a tenacidade do IPS Empress forneceu o menor valor ao passo que O IPS Empress 2 apresentou o maior resultado [87].

#### 2.3.2 – MECANISMOS PARA AUMENTO DA TENACIDADE

Os mecanismos mais relevantes descritos pela literatura são: deflexão da fratura, proteção da zona, proteção da fratura e ponte de fratura [36]. Podem ser citadas ainda as manobras para aumentar a resistência mecânica das modalidades restauradoras cerâmicas, como: troca iônica, cristalização controlada, confecção de rede microcristalina, uso de cimentos adesivos e utilização de subestrutura metálica [5].

A deflexão da fratura ocorre quando esta é desviada de sua trajetória como resultado de tensão residual, segunda fase mais resistente ou contorno de grão. A reorientação do plano de fratura normal para a zona de tensão aplicada causa a dispersão de sua energia, o que corresponde a um aumento na resistência á fratura do material [36].

A proteção da zona, de onde advém uma redução da interação da tensão na área de fratura, pode resultar em microfraturas ou em endurecimento por transformação de fase. Endurecimento por microtrincas ocorre em cerâmicas que contêm áreas muito localizadas de tensão residual. Essas tensões residuais podem ocorrer numa região com expansão térmica anisotrópica em materiais policristalinos com grãos alongados e com expansão

térmica e incoerência elástica em materiais polifásicos e transformados. Microtrincas normalmente ocorrem ao longo da área de energia, como nos baixos módulos de elasticidade e dureza da fase vítrea das vidro-cerâmicas. Já o endurecimento por transformação é característico de cerâmicas baseadas em zircônia que não são o foco desta pesquisa [36].

Em materiais onde ocorre a proteção de contato, o desvio da fratura e a dissipação da energia da mesma são próprios do contato físico entre as duas vertentes da fratura em crescimento, que pode resultar em fricção entre os grãos interdigitados. E as tensões na fratura podem ser reduzidas devido à força de fechamento, resultando em pontes de fratura [36].

Nas cerâmicas baseadas em dissilicato de lítio estão presentes dois mecanismos de endurecimento: microtrincas induzidas termicamente e a deflexão da fratura. O endurecimento por microtrincas foi sugerido como um possível mecanismo numa cerâmica de distribuição granular fina (menor que 20 µm). Entretanto, a observação das microtrincas e o seu papel nos mecanismos de aumento de resistência mecânica necessitam de maiores estudos. A deflexão da fratura ao longo dos cristais pela matriz vítrea é observada no material. O aumento da resistência à fratura resulta na dissipação da força da fratura para cada momento que o plano de fratura é reorientado repetidamente para longe das áreas de tensão aplicada. Este mecanismo de deflexão independe do tamanho das partículas [36].

A habilidade do polimento em eliminar vários defeitos e as falhas decorrentes do tratamento térmico e processamento pode ser considerada na forma de aumento da resistência mecânica [5].

Porém a hipótese de que a resistência mecânica é muito afetada por desgaste e aumentada por polimento, e que a rugosidade superficial determina a mesma, é parcialmente aceita. A concentração de tensões pode ser iniciada não somente por rugosidade superficial, mas também por outros fatores, tais como: tensões internas (inerentes à microestrutura do material), porosidade, desenvolvimento de trincas inerentes ao material, e a espessura das áreas próximas às áreas de concentração de esforços.

# 2.3.3 – RESISTÊNCIA DOS MATERIAIS CERÂMICOS EM MEIO AQUOSO

Ocorre a afirmação que a propagação da trinca é aumentada quando os materiais cerâmicos são expostos ao meio aquoso [28]. Por conseguinte, as restaurações cerâmicas estão sujeitas à falências prematuras, devidas às cargas mastigatórias em ambiente úmido [48].

Dependendo da história da trinca, o comprimento da fratura ( $\alpha_{crítico}$ ) pode ser diferente da falha inicial ( $\alpha_{inicial}$ ). A extensão da trinca que pode levar a uma fratura característica é chamada extensão de trinca estável, crescimento lento de trinca e crescimento da trinca quimicamente assistido. As duas últimas terminologias são as mais utilizadas no contexto do auxílio do meio ambiente na propagação da trinca (que pode ser bastante significativa sob condições de laboratório tanto em água quanto ao ar) [68,69].

Cerâmicas podem sofrer o fenômeno de crescimento assistido da trinca, representado por uma redução de 20% na resistência do material quando este é testado em meio aquoso. Isso decorre do fato de que há uma redução na energia de propagação da trinca, criando espaços entre a superfície da trinca [19, 54]. Adicionalmente, a maior parte das cerâmicas sofre o fenômeno de propagação de trinca lenta. Quando carregadas por longos períodos de exposição à umidade a ponta da trinca tem sua estrutura molecular modificada. Este fenômeno leva à propagação da trinca mais acelerada em água do que em condições atmosféricas [80].

Após o armazenamento em água, o IPS Empress 2® pode apresentar uma queda na sua resistência flexural biaxial de até 25%, através do mecanismo clássico de corrosão sob tensão [17,19]. O carregamento cíclico, especialmente em ambientes úmidos, resultou na propagação de pequenas trincas que podem ter sido iniciadas em porosidades superficiais. Essas trincas se fundem à crescente fissura, enfraquecendo as próteses [7].

O mecanismo de propagação de trinca assistida pelo meio ambiente é decorrente da redução da energia requerida na superfície da trinca pela ação do ambiente aquoso, com a criação de espaços na ponta da trinca, levando a uma redução da energia requerida para a propagação da mesma. O crescimento da trinca é acelerado devido à degradação química da rede silicato (-Si-O-Si-) no material cerâmico. As unidades Si-OH, que não são unidas quimicamente, são geradas na rede por meio de troca de íons H<sup>+</sup> numa solução aquosa e a mobilidade de íons alcalinos na cerâmica. Fora postulado que a água e o vapor d'água reagem com as moléculas na ponta da trinca, quebrando a rede –Si-O-Si- para a formação de íons hidroxila. O íon OH<sup>-</sup> age como catalisador durante a hidrólise das uniões de silicato e teria papel importante na corrosão sob tensão, que prediz que soluções básicas irão reagir fortemente com os vidros que com isso um sofrerá um enfraquecimento [59].

Entretanto, Curtis [19] descreve em seu estudo a ocorrência de diferenças estatisticamente significantes na resistência flexural biaxial entre os corpos de prova testados a seco e em ambiente úmido [19].

O gradiente de temperatura de 50°C no meio aquoso, leva a redução significativa na resistência à fratura quando comparada com ao grupo submetido a teste de ciclagem em água à temperatura constante de 25°C. Contrariando a expectativa, ocorre uma clara influência na ciclagem térmica [67].

Os materiais frágeis, como os cerâmicos, por exemplo, falham devido à progressão de defeitos já existentes quando sujeitos a tensões acima de um nível crítico. Ensaios de resistência flexural e tenacidade à fratura de uma porcelana dental (Duceram-LFC) após exposição prolongada à água (8 semanas) revelam de maneira surpreendente, que após 2 meses de exposição em água houve aumento significativo tanto na resistência flexural, como na tenacidade à fratura, da ordem de 48% e 13%, respectivamente. Mesmo com um aumento significativamente relevante na resistência mecânica do material, após envelhecimento em água, esta importância não deve ser superestimada, pois o Duceram-LFC continua sendo um dos materiais com menor resistência flexural disponíveis no mercado [68].

Amostras de IPS Empress 2 exibem uma surpreendentemente baixa resistência à propagação da trinca, exibindo sobrevidas marcadamente menores do que os outros materiais restauradores. O modo de fratura das amostras de IPS Empress 2 submetidas ao carregamento cíclico ocorreu da mesma maneira que os observados no teste de

carregamento rápido, com a fratura propagando-se a partir do recobrimento através do compósito cerâmico sem deflexão da trinca na região da interface. A porcelana contendo apatita (Eris) apresentou natureza surpreendentemente suscetível à propagação subcrítica de trincas. A composição química é marcadamente conhecida, sofrendo um efeito expressivo na propagação de trincas subcríticas nos vidros baseados em SiO<sub>2</sub>. A presença de óxidos alcalinos, por exemplo, aumenta consideravelmente a propagação de trincas assistida por água em vidros de silicato. A alta susceptibilidade à propagação subcrítica de trincas da porcelana Eris está relacionada à baixa resistência à propagação de trincados materiais baseados em apatita sob ação da água. A curva de velocidade da trinca apresentada pela porcelana baseada em apatita (Eris) é comparável àquela curva apresentada pela hidroxiapatita. Este fato decorre devido à dissolução do material em íons Ca<sup>2+</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> e OH<sup>-</sup>, quando submetidos à tensão em água. A fluorapatita é conhecida como menos solúvel em água que a hidroxiapatita, aliada a uma maior densidade e cristalinidade alcançada pela substituição de átomos de flúor pelos radicais hidroxilas. Esta deve ser a razão das menores velocidades de propagação de trinca observadas no material em comparação aos resultados obtidos com o teste realizado em hidroxiapatita pura. Entretanto, a menor solubilidade de fluorapatita não é suficiente para impedir a rápida propagação de trinca sob condições de tensão. Os compósitos Empress 2-Eris não são apropriados para utilização em próteses parciais fixas em regiões posteriores (molar), onde as cargas mastigatórias são altas e devido à sua alta suscetibilidade à propagação de trincas subcríticas na porcelana de apatita em combinação com a falta de contenção de trinca na região de interface [72].

## 2.4 - MODALIDADES DE ENSAIO MECÂNICO

Testes de flexão uniaxial, tanto de três quanto de quatro pontos, tem sido utilizados há muito tempo para determinação da resistência mecânica das cerâmicas dentais. Entretanto na maioria das aplicações protéticas, ocorrem situações de cargas biaxiais. Equações analíticas para relacionar a resistência biaxial de materiais de comportamento frágil para testes de flexão biaxial são na realidade derivadas. Entretanto, as equações existentes são limitadas às restaurações cerâmicas monolíticas, e com isso equações para restaurações laminadas não são um consenso [40].

A análise de testes de flexão biaxial é bastante complexa mesmo para discos monolíticos. É requerida uma solução da equação biharmônica descrevendo a relação entre o posicionamento transversal do disco e carga aplicada. Esta solução normalmente é resolvida pela utilização do método do complexo variável de Muskhelishvili, onde as soluções se dão na forma de séries complexas. Ao invés de resolver diretamente o problema de discos laminados submetidos a ensaios flexurais biaxiais, a essência do trabalho de HSUEH e colaboradores é a determinação da correlação entre discos monolíticos e laminados submetidos a carregamento biaxial [40].

Testes de flexão biaxial são utilizados extensamente para determinação da resistência biaxial de materiais cerâmicos. Devido ao fato de que coroas totalmente cerâmicas são normalmente confeccionadas como laminados existe o objetivo de formular equações que relacionam a resistência biaxial de cerâmicas dentais multilaminadas à carga de fratura de discos multilaminados submetidos a ensaios [40].

#### 2.5 – BIOCOMPATIBILIDADE

Assim como as restaurações confeccionadas com ligas metálicas ou por meio de metais interagindo com materiais cerâmicos, as restaurações totalmente cerâmicas normalmente ficam em contato com o tecidos periodontais por períodos extensos. Por esta razão, a biocompatibilidade destes materiais é crítica no caso de uma avaliação de longo tempo [52].

A biocompatibilidade das cerâmicas dentais é baseada no estudo das tradicionais porcelanas feldspáticas e das baixas taxas de corrosão apresentadas por esses materiais feldspáticos. Os resultados de estudos demonstram claramente que os materiais restauradores totalmente cerâmicos não são equivalentes em comportamento biológico in vitro, tanto nos estágios iniciais de fabricação, como após o envelhecimento, ou ainda após perturbação por procedimentos de polimento. Os materiais avaliados, os materiais baseados em dissilicato de lítio demonstraram pouca ou média supressão da atividade do SDH (succinato de desidrogenase mitocondrial), das culturas de células normalmente utilizadas em estudos de biocompatibilidade, como marcador de dano celular. Este resultado pode ser considerado clinicamente aceitável. Entretanto a resposta inicial deste material não é considerada aceitável. A citotoxicidade inicial observada no material desaparece após período de 2 semanas de envelhecimento, porém a manobra de polimento restabelece a sua citotoxicidade [52].

### 2.6 – ASPECTOS ÓTICOS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

A produção da cor requer 3 elementos fundamentais: a fonte de luz, o objeto e o detector, podendo o detector ser tanto o olho e o cérebro do observador quanto um sensor conectado a um computador. O sistema da International Commission on Illumination (CIE) descreve a cor como um sistema coordenado em 3 dimensões de matiz, croma e brilho. A matiz é representada por um sistema de 10 cores. O *croma* é a força (intensidade) da cor representada por seções de círculo, com a cor pura na periferia. O *valor* representa o brilho (claro-escuro) de 10 níveis representado por nove círculos no eixo vertical. No eixo L representa a escuridão ou luminosidade variando de 0 (preto perfeito) a 100 (branco perfeito) no CIE L\*a\*b. O eixo *a* representa coordenadas cromáticas: onde verde significa coordenadas negativas e o vermelho, coordenadas positivas. O eixo *b* também representa coordenadas positivas e azul, coordenadas negativas [83].

O controle e obtenção das cores são dificultados primariamente devido ao fato desta tarefa ser completamente visual. O processo é afetado por vários fatores, como: diferenças individuais na percepção da cor, experiência do observador, a iluminação do ambiente e a coloração gengival presente nas proximidades do mesmo. As escalas de cor confeccionadas por mesmo fabricante podem apresentar diferenças sutis. Na maioria das escalas de cor, ocorre uma falta de espaço para obtenção do volume de cor presente na dentição natural. E as cores raramente são distribuídas sistematicamente na escala. As cores dos pós de porcelana diferem ligeiramente de lote para lote e nem sempre combinam com o guia de cor após a sinterização [83].

Instrumentos como espectrofotômetros e colorímetros vem sendo utilizados industrialmente e em pesquisas para avaliação e especificação de cores. Estes equipamentos medem a reflexão ou transmissão de fatores do comprimento de onda de um objeto por vez. Muito da pesquisa de cor na dentição natural como em porcelanas, em estudos in vivo e in vitro, são conduzidos com colorímetros. Estes instrumentos são desenvolvidos para medir a com no aspecto X, Y, Z no termos do CIE L\*a\*b\*. Os filtros de cor aproximam a função espectral (da cor) do olho do observador calibrado [83].

O uso comercial de câmeras digitais para captura correta da cor na dentística operatória pode ser vantajosa no processamento de replicação da cor. O uso destas câmeras na prática dental para investigação da cor, tem como principal vantagem, o custo e a disponibilidade, aliadas a facilidade e calibração [86].

A prática dental vem observando vários problemas para tornar a aparência das restaurações cerâmicas próxima àquela apresentada pela dentição natural do paciente [9]. Coroas totalmente cerâmicas, sem subestrutura metálica, permitem uma maior transmissão da luz na coroa, com isso melhoram a cor e a translucidez da restauração [27]. O sucesso na escolha da cor é um dos aspectos mais importantes em uma restauração estética, resultando em efeito positivo na auto-estima do paciente. O aumento da demanda da correta escolha da cor da restauração aos elementos dentários adjacentes resultou num paradigma no processo de replicação da cor [85].

A reprodutibilidade da cor é a habilidade da porcelana de combinar a cor de forma correta, como auxilio de pigmentos intrínsecos e extrínsecos. Alguns fatores podem afetar a habilidade do sistema de porcelana para produzir uma combinação aceitável com a escala de cor correspondente. Tipo de porcelana, presença de metal, lote da porcelana, fabricante e

espessura contribuem para a percepção de diferenças na cor resultante das porcelanas dentais [27].

Os cristais de pigmento devem permanecer suficientemente intactos durante o processo de sinterização para prover a cor desejada no produto final. Os pigmentos cerâmicos são comumente cristais refratários contendo centros de cor freqüentemente produzidos por íons metálicos de metais de transição, como: Co, Cr, Fe, Mn, Ni e V. Para produzir cores aceitáveis para a prática dentária, esse corantes devem produzir cores que vão do amarelo-avermelhado [75].

A habilidade de misturar uma coroa de porcelana com uma dentição natural envolve considerações de tipo, forma, superfície, textura, translucidez e cor. O efeito pouco natural das restaurações metal-cerâmicas decorre do aumento da reflexão da luminosidade devido à presença da porcelana opaca, necessária para mascarar o substrato metálico. Neste quesito as restaurações totalmente cerâmicas levam vantagem, porém, alguns materiais de subestrutura de restaurações totalmente cerâmicas podem apresentar valores bastante elevados de opacidade. O aumento da fração cristalina para o aumento da resistência mecânica, normalmente resulta em aumento a opacidade [37].

A translucidez das porcelanas dentais é largamente dependente da difusão da luz. Quando, se a maioria da luz que atravessa a cerâmica é intensamente difundida e difusamente refletida, o material se mostra opaco. Se somente uma parte da luz é difundida e a maior parte e transmitida, o material se mostra mais transparente. A quantidade de luz que é absorvida, refletida e transmitida depende diretamente da quantidade de cristais dispersos na matriz do material estrutural, sua natureza química, e o tamanho das partículas comparadas ao comprimento de luz incidente. Materiais constituídos de partículas pequenas (aproximadamente 0,1 μm de diâmetro) são menos opacos quando atravessados por luz visível, pois apresentam menor refração e absorção a despeito da grande difusão de um aumento do numero de partículas. Partículas grandes (aproximadamente 10 μm de diâmetro) causam reflexão superficial, refração durante a passagem da luz, e absorção da mesma mostrando-se mais opacas. A espessura apresenta-se como uma co-variável relativa à opacidade [37].

Como um resultado da subjetiva natureza da percepção da cor, técnicas instrumentais colorimétricas tem sido utilizados para determinação das diferenças de cor. O desenvolvimento do espaço de cor CIE L\*a\*b tem ajudado muito este processo, sendo aceito como método de medição de diferenças colorimétricas na prática dental. Cada cor ocupa uma posição única no espaço de cor CIE L\*a\*b 3D [27].

A diferença entre cores ( $\Delta E$ ) de dois objetos pode ser determinada pela comparação entre as diferenças entre os valores de coordenadas de cada objeto. A maioria das diferença entre as cores das porcelanas testadas e as escalas de cor foi resultado das diferenças no parâmetro L\*, ou valor de Munsell. A relação inversa entre a espessura da porcelana e o valor Munsell (L\*) é função do espalhamento ótico e coeficientes de absorção da porcelana de dentina. Com o aumento da espessura da porcelana de dentina, mais luz é espalhada e absorvida, com isso permitindo menos luz ser refletida pela estrutura opaca. Entretanto, a habilidade das porcelanas translúcidas se mostram ineficiente para mascarar a opacidade da subestrutura, na espessura normalmente indicada [27,86]. A textura da superfície influencia a cor das restaurações cerâmicas [27,30].

Comparado a outros sistemas totalmente cerâmicos, a relativamente alta translucidez do sistema IPS Empress 2 possibilita que o mesmo restaurar dentes naturalmente translúcidos [2]. A translucidez dos materiais cerâmicos decorre de diversos fatores, incluindo estrutura cristalina, espessura e condições de sinterização. Os menores conteúdos tanto de conteúdo cristalino e índice refrativo possibilitam o IPS Empress 2 ser o sistema restaurador totalmente cerâmico mais translúcido, quando comparado com os outros sistemas totalmente cerâmicos [2].

Amostras de IPS Empress 2 parecem ser mais translúcidas que as amostras de Inceram Alumina, como também observado na observação dos materiais de subestrutura observados isoladamente, onde a subestrutura de dissilicato de lítio é mais translúcida que a estrutura de alumina infiltrada por vidro do In-ceram Alumina [9].

O IPS Empress 2 é uma estrutura de dissilicato de lítio que é descrito pelo material como tendo características físicas melhoradas sobre as gerações anteriores de vidrocerâmicas baseadas em leucita. As propriedades estéticas também foram melhoradas devido à inclusão dês cristais de apatita para aumento da translucidez, brilho e difusão da luz [30].

Numa gradação do material, quando avaliados somente os materiais destinados à produção de subestrutura e comercialmente disponíveis, do material mais transparente para o material mais opaco, são ordenados da seguinte maneira: porcelana de dentina Vitadur Alpha, IPS Empress, In-Ceram Spinell, IPS Empress 2, Procera All Ceram, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia. Foi sugerido então, que tomando por base a medida de transparência, o In-Ceram Spinell pode ser recomendado para reproduzir elementos dentários altamente transparentes. Para dentes moderadamente transparentes, o IPS Empress, o Procera All Ceram e o IPS Empress 2 são indicados. O In-Ceram Alumina pode ser indicado para dentes moderadamente opacos, a passo que para dentes opacos, não são observadas diferenças na transparência do In-Ceram Zirconia e das restaurações metal-

cerâmicas [37]. Porém quando estudados os laminados destes materiais, nos testes estatísticos dos mesmos, não ocorre diferença estatisticamente significante na translucidez entre materiais IPS Empress, IPS Empress 2 e In-Ceram Spinell. Ao passo que o Procera All Ceram mostrou-se um pouco mais opaco que os materiais citados anteriormente, porém se mostrou mais translúcido que o In-Ceram Alumina. O In-Ceram Zirconia e o material metal-cerâmico se mostram completamente opacos [38].

A opacidade de todos os corpos de prova aumenta após o recobrimento das subestruturas. Como razões para o aumento da opacidade: a estrutura das porcelanas de recobrimento (com diferentes conteúdos cristalinos), o aumento da espessura dos corpos de prova, refletância na região da interface entre a porcelana e o material estrutural, a presença de porosidade entre as camadas de material e por fim as modificações na estrutura do material de base após ciclos de sinterização da cerâmica de recobrimento [38].

No ciclo de glaze, ocorreu uma marcante diferença no grau de glazeamento alcançado nas aferições visuais. Onde o ciclo de "glaze" diminui a opacidade de todos os materiais laminados à exceção dos completamente opacos In-Ceram Zirconia e metal-cerâmicas. A translucidez da cerâmica pode ser afetada por vários fatores, incluindo espessura, microestrutura e número de ciclos de sinterização [38].

Normalmente ocorre uma diminuição na resistência flexural biaxial e na densidade (a relação entre a massa e o volume, que inclui poros abertos) quando ocorre um aumento na porosidade aparente (incluindo poros abertos) sendo estes associados com a alteração (aumento ou diminuição) na relação entre pó e líquido para um valor intermediário em porcelanas de recobrimento. O tipo de porcelana e a relação pó e líquido apresentam um efeito interativo significante na densidade (P<0.001). Juntamente como a densidade

verdadeira, a densidade aparente da porcelana IPS Eris se apresenta maior que a apresentada pela porcelana Duceram LFC. É reportado que a utilização de líquido de modelagem em quantidade insuficiente na confecção da barbotina é pouco efetiva em promover um filme entre as partículas de pó de porcelana. Uma consistência espessa da barbotina diminui a mobilidade das partículas e aumenta a probabilidade da presença de poros durante a condensação. A densidade e a porosidade podem afetar as propriedades mecânicas das porcelanas dentárias. É reportado um aumento na confiabilidade e na resistência flexural biaxial, podendo ser atribuída a uma diminuição na porosidade aparente e aumento na densidade aparente das porcelanas dentárias. Outro problema pode ocorrer durante a usinagem mecânica, com a possibilidade da abertura de novos poros. Estes podem levar a uma aparência áspera, e age como um sítio de acúmulo de película dental e fluido [89].

A luz incidente deve ser contabilizada tanto na reflexão, absorção e transmissão. Se somente uma parte da luz é espalhada e absorvida e na sua maioria é transmitida difusamente, o material irá se apresentar mais translúcido. As quantidades de luz refletidas, absorvidas e transmitidas dependem do número de partículas e dos poros dispostos na matriz cerâmica, a composição química do material, e os tipos de partículas e poros quando comparados ao comprimento de onda da luz incidente. A fase cristalina na porcelana IPS Eris pode apresentar muito menos afeito na transluscência que a quantidade de poros [89].

Para restaurações totalmente cerâmicas, as cores mais escuras são mais opacas que as cores mais claras, e com isso as propriedades óticas dos agentes cimentantes e cor de base devem ser levadas em conta. No momento da confecção de próteses com cores mais claras a combinação dos cimentos com a tonalidade de fundo têm influência na cor final da restauração em cerâmicas mais claras. Agentes cimentantes mais opacos podem então ser utilizados para mascarar um fundo mais escuro. E como consideração final, é muito difícil prever a cor final de uma restauração, com diferentes espessuras, agentes cimentantes com suas diferentes espessuras e cores e com diferentes cores de fundo [9].

## **3 - MATERIAIS E MÉTODOS**

# **3.1 – MÉTODOS DE PROCESSAMENTO**

## 3.1.1- CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Seguindo a Norma ASTM F-394-78 (1991), foram confeccionados 20 corpos de prova divididos em 4 grupos (vide Tabela), todos os corpos de prova sendo iguais a 17 mm (-0,05 mm) de diâmetro e 1,5 mm ( $\pm$  0,05 mm) de espessura. A técnica adotada para a conformação dos corpos de prova consistiu na confecção de um par de matrizes metálicas. Estas consistiram em um par de placas de aço inoxidável da série 304 (RTM Aços Especiais, Rio de Janeiro, Brasil) medindo 80mm x 50mm x t, onde t~ 3mm. A primeira placa foi usinada até a espessura de 0,9mm, enquanto a segunda foi usinada até a espessura de 1,6mm. No centro de cada uma destas placas foi confeccionado um furo com broca de aço seguido de alargamento em torno mecânico até 17,5 mm (- 0,05 mm) de diâmetro.

GRUPO	Ambiente de	Espessura da	Tipo de prensa	GRUPO
	estocagem e teste	subestrutura	para injeção a	
		(mm)	quente	
Ι	Seco	1,5	EP600	MED
II	Seco	0,8	EP600	LED
III	Úmido	1,5	EP600	MEW
IV	Úmido	0,8	EP600	LEW

Tabela 1. Os grupos de amostras de diferentes ambientes de estocagem e teste, espessura de subestrutura.



Figura 5 – Vista superior das matrizes de aço inoxidável.



Figura 6 – Vista lateral das matrizes de aço inoxidável.

As resultantes matrizes de aço (previamente lubrificadas com uma vaselina pastosa) foram posicionadas sobre uma placa de vidro de 10mm de espessura (também untada com vaselina), para facilitar a posterior retirada dos modelos de cera. A cera utilizada GEO-Classic (RenfertGmbH, Hilzingen, Germany) para o enceramento foi liquefeita e vertida sobre a placa de vidro até ocupar toda a extensão da cavidade circular da matriz de aço. Depois de endurecida a cera foi aplainada por meio de instrumento cortante reto (faca olfa), a fim de remover os excessos de cera, dando aos modelos de cera a forma mais plana possível. Foram produzidos 10 modelos de cera com a espessura de 1,6mm e 10 modelos de cera com a espessura de 0,9mm.



Figura 7- Matriz de aço inoxidável posicionada sobre



Figura 8 – Plastificação da cera



Figura 9 – Inserção da cera na matriz de aço inoxidável.



Figura 10 – Gradual preenchimento da matriz de aço



Figura 11 – Total preenchimento da matriz com cera.



Figura 12 – Início da remoção do excesso de cera com lâmina plana.



Figura 13 – Retrato da modelagem após remoção de porções de cera excedente..



Figura 14 – Matriz totalmente preenchida com cera e as superfícies planas já definidas.



Figura 15 – Vista lateral do modelo de cera já retirado da matriz.



Figura 16 – Vista superior do modelo de cera já retirado da matriz.

Na etapa seguinte, procedeu-se a confecção do molde refratário a partir da inclusão do modelo de cera numa massa refratária, onde um disco de cera de 1,6mm de espessura foi unido paralelamente a um canal alimentador cilíndrico de cera (sprue) com 2 mm de diâmetro e 5 mm de comprimento, por meio da mesma cera utilizada para confecção dos discos de cera, sendo esta união realizada na borda do disco, para facilitar a penetração do material de vidro-cerâmica. No caso dos discos de cera com espessura de 0,9mm, a metodologia aplicada foi à mesma, porém foram utilizados dois discos para cada anel de inclusão. Os dois discos de cera foram unidos por meio da mesma cera à base fornecida pela fabricante num ângulo de 45°, que se apresenta como uma base plana circular horizontal de polímero (polietileno) com um cilindro central vertical, afim de esta servir como espaço para o posicionamento da pastilha cerâmica e do cursor de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Posteriormente, foi posicionado um anel de silicone ao redor deste conjunto. Então se procedeu a aplicação de antibolhas nos discos por meio de borrifado.



Figura 17 – Aparelhagem para conformação de anel refratário.



Figura 18 – Modelos de cera postos na base conformadora do molde refratário.



Figura 19 – Modelos de cera postos na base conformadora e o conjunto dentro do anel conformador de silicone.

A fim de conformar o molde refratário usando a técnica da cera perdida, uma porção individual de 100g de pó (IPS Empress 2 Special Invesment Material) foi espatulada a vácuo durante 1 minuto, juntamente com 17ml de líquido de revestimento (IPS Empress 2 Special Invesment Liquid) com 11ml de água bidestilada, previamente misturados em proveta fornecida pelo fabricante. Esta lama foi então vertida lentamente no anel de silicone por meio de vibração, para eliminação de possíveis bolhas. Este conjunto foi colocado no interior de uma câmara de pressão, onde uma pressão foi aplicada durante 10 minutos.



Figura 20 – Líquido para confecção de massa refratária.

Figura 21 – Proveta com líquido para confecção de refratário e mistura com água bidestilada.



Figura 22 – Pó para confecção de cilindro refratário.



Figura 23 – Cuba para espatulação mecânica a vácuo.



Figura 24 - Espatulação mecânica a vácuo do material refratário após mistura do pó com a solução.



Figura 25 – Término da espatulação mecânica.



Figura 27 – Cuidado para não inclusão de bolhas durante a Inserção gradual de massa refratária no anel por vibração.



Figura 26 – Início da inserção gradual de massa refratária no anel de silicone por vibração.



Figura 28 – Inserção mais rápida da massa refratária na região distante dos modelos de cera por meio de vibração.



Figura 29 – Inserção mais lenta da massa refratária na região dos modelos de cera por meio de vibração.



Figura 31 – Término da inserção da massa refratária no anel de moldagem..



Figura 30 – Inserção mais lenta da massa refratária na região dos modelos de cera por meio de vibração com cuidado, para evitar a inclusão de bolhas.



Figura 32 – Posicionamento da porção superior do aparato, que visa manter as superfícies do cilindro refratário paralelas.



Figura 33 – Posicionamento do cilindro refratário numa câmara de pressão para eliminação de bolhas. Vista interna.



Figura 34 – Posicionamento do cilindro refratário numa câmara de pressão para eliminação de bolhas. Vista externa.

Após 1 hora de cura, o sistema de moldagem refratária foi retirado do aparato e desmontado, separando-se a base formadora do anel de silicone e do cilindro já duro de material refratário com a amostra incluída.



Figura 35 – Cilindro refratário pronto para retirada da conformadora e transferência para o forno de anéis, de eliminação de cera.

O cilindro refratário então foi colocado num forno elétrico EDG 3000 (EDG, São Paulo, Brasil) pré-aquecido a 700°C, para a etapa de eliminação da cera onde o cilindro refratário é posicionado com o furo para baixo afim de que a cera derreta e escorra por um período de 30 minutos tendo o cuidado para também permitir a liberação dos gases provenientes da queima da cera, por meio da rotação do cilindro para que o furo se posicione na parte superior do cilindro por um período de 30 minutos. Cabe notar ainda que deve ser pré-aquecido o cursor de alumina a ser utilizado na etapa de injeção da vidrocerâmica.



Figura 36 - Forno pré-aquecido para receber o cilindro refratário para eliminação da cera.



Figura 37 - Forno pré-aquecido já com o cilindro refratário para eliminação da cera, juntamente com o cursor de alumina.

A etapa a ser iniciada então é a de injeção. Ainda no forno de anéis, introduz-se a pastilha de vidro-cerâmica do material IPS Empress 2 (na cor 1000 no canal central do molde refratário, seguida pela inserção do cursor de alumina (também pré-aquecido), no molde refratário, seguida pela sua transferência ao forno de injeção a quente).


Figura 38 – Pastilha fusível momentos antes da injeção a quente.



Figura 39 – Forno com o cilindro refratário pronto para injeção a quente, sendo inserida a pastilha de material e o cursor de alumina no cilindro.



Figura 40 – Forno de injeção a quente EP 600, com o conjunto cilindro refratário, pastilha e cursor de alumina posicionados e prontos para início da injeção a quente.



Figura 41 – Forno de injeção a quente EP 600 (Ivoclar-Vivadent), vista frontal.

T 1 1 A	TT' // '	· · ·	1	• •	~	
Lahela /	Historico	termo_mecanico	da	1n1e0	ר הרי	duente
1 abcia 2.	1113101100	termo mecameo	uu	mjey	zuo u	quente.

Temperatura inicial	700°C
Taxa de aquecimento	60°C por minuto
Temperatura Final	920°C
Tempo de injeção	20 minutos
Pressão de injeção	5 bar
Temperatura de inicio do vácuo	500°C
Temperatura de fim de vácuo	920°C



Figura 42 – Forno de injeção a quente EP600 (Ivoclar-Vivadent), vista frontal, com os parâmetros de injeção.

Ao fim do processo de injeção a quente, o cilindro refratário (já tendo a sua cavidade interna preenchida pela vidrocerâmica) é retirado do forno e resfriado ao ar até temperatura ambiente. Após o resfriamento do mesmo, procede-se a desinclusão do conjunto disco-sprue, com a separação deste do cursor de alumina. Inicialmente o cilindro é recortado por meio de disco diamantado, separando-se o conjunto disco-sprue incluído em refratário do cursor de alumina também incluído em refratário. Então se procedeu ao jateamento da metade do cilindro contendo amostras, por meio de

partículas de alumina com tamanho médio de 50 µm impelido por ar comprimido inicialmente sob a pressão de 4 bar (0,41 MPa), em uma câmara de jateamento Bego EasyBlast (Wilcos, Petrópolis, Brasil). Após a remoção mais grosseira de material refratário, a pressão de jateamento foi diminuída para 2 bar (0,2 MPa) até a total remoção do mesmo.



Figura 43 – Forno de injeção a quente, após o término da injeção, mostrando o cilindro refratário e o cursor de alumina na posição avançada para dentro do molde.



Figura 44 - Cilindro refratário já frio (com cursor de alumina na posição avançada) e a peça conformada ainda no seu interior.



Figura 45 - Câmara de jateamento Bego EasyBlast vista externa.



Figura 46 - Câmara de jateamento Bego EasyBlast vista interna.



Figura 47 – Jateamento em ação na Câmara Bego Easy-blast.



Figura 48 – Aspecto do molde refratário após secção do mesmo e retirada do cursor de alumina.



Figura 50 – Aspecto da vidrocerâmica conformada após a eliminação do refratário.



Figura 49 – Aspecto do molde refratário após a destruição parcial do mesmo e exposição da vidrocerâmica conformada.



Figura 51 – Outra vista do material da Figura 50.

Com o conjunto disco (de vidro-cerâmica)-sprue liberado, foi realizada a separação do disco em relação ao canal de alimentação por meio de disco diamantado em baixa rotação (KG Sorensen, São Paulo, Brasil) a seco (os canais foram estocados para posteriores exames).

O disco teve suas bordas usinadas por meio de disco diamantado dupla face (KG Sorensen, São Paulo, Brasil) e disco de borracha impregnada por diamante SUPERMAX (Edenta AG Dental, Haupstrasse, Suíça), sendo esta usinagem realizada para simular os ajustes realizados na cerâmica quando da confecção de peças protéticas e para obtenção da medida final de diâmetro da peca. As faces planas do disco foram acabadas por meio de disco de lixa aglutinada de carbeto de silício (CSi) Struers (Sultrade, São Paulo, Brasil), na seguinte ordem de abrasividade: 400 malhas, 600 malhas, 800 malhas, 1000 malhas e 1200 malhas Tyler, operação esta etapa realizada por meio de politizes circulares, sob intensa refrigeração à água e constante aferição dimensional, por meio de micrômetro tipo universal série 125 Starrett (Starrett Indústria e Comércio Ltda, Itu, Brasil). As amostras foram separadas pelas suas medidas finais em dois grupos: 0,8 mm ( $\pm$  0,05 mm) e 1,5 mm ( $\pm$  0,05 mm), todas com o diâmetro de 17 mm ( $\cdot$  0,05 mm).



Figura 52 – Equipamento de usinagem manual WH MF Perfecta



Figura 53 – Desgaste nas bordas cilíndricas dos discos de dissilicato de lítio usando disco de borracha diamantada.



Figura 54 – Outra vista do conjunto da Figura 53.



Figura 55 – Politriz com lixa de SiC 800 malhas, refrigerado a água.



Figura 56 – Lixamento do disco de vidro-cerâmica com lixa de CSi, refrigerado a água.



Figura 57 – Controle dimensional do disco de vidro-cerâmica ao final da usinagem.



Figura 58 – O diâmetro final do disco de vidro-cerâmica é de 17 mm, com margem de erro de - 0,05 mm.



Figura 59 – Controle da espessura do disco de vidrocerâmica, ao final da usinagem.



Figura 60 – A espessura final do disco de vidro-cerâmica aqui é de 1,5 mm de espessura, com margem de erro de -0,05 mm.

Ao fim de cada etapa de acabamento e polimento, os corpos de prova foram lavados em água bidestilada em uma cuba ultra-sônica VITA In-Ceram® Vitasonic II (Wilcos, Petrópolis, Brasil) por 10 minutos.



Figura 61 - Corpo de prova sendo lavado, com cavitação, em água bidestilada em uma cuba ultra-sônica.



Figura 62 - Cuba ultra-sônica VITA In-Ceram® Vitasonic II

Nas amostras com espessura de 0,8 mm, procedeu-se primeiramente o jateamento de um dos lados de cada peça por meio de jato de esferas de vidro de 50 µm de tamanho médio e 0,5 bar (0,05 Mpa) de pressão, para obtenção de superfície apta a receber a frita de fluorapatita. Sendo posteriormente lavadas por meio de cavitação ultra-sônica em

água bidestilada, a fim de evitar a inclusão de partículas de abrasivo no corpo da porcelana. Então se procede a aplicação da porcelana de fluorapatita. A aplicação da porcelana seguiu a seguinte metodologia: foi aplicada porcelana de dentina cor A2 (IPS Eris for E2 Dentin Materials shade A2) na espessura de pouco mais de 0,4 mm, após a mistura o pó cerâmico com o líquido de confecção (IPS Eris for 2 Build-Up Liquid) sobre uma placa de vidro e sua posterior aplicação sobre disco de subestrutura e então espalhados sobre o disco por meio de um Vibrador gesso (VH Equipamentos, Araraquara, Brasil), para a homogênea distribuição dos pigmentos e da espessura do material. O conjunto foi levado a um forno especifico para aplicação de porcelana Vita Vacumat 40 T (Wilcos, Petrópolis, Brasil), sobre uma lâmina de platina para um ciclo de queima para sinterização da frita no forno, sendo os parâmetros de sinterização da cerâmica inseridos: aquecimento da estrutura da temperatura ambiente até 403°C e manutenção por 6 minutos (etapa de secagem e eliminação de orgânicos), onde passa a ser elevada a temperatura e, numa taxa de 55°C por minuto, onde então é estabelecido um vácuo quando a temperatura atinge 450°C, até que se atinja a temperatura de 764°C, onde então ocorre a liberação do vácuo e a temperatura é elevada até 765°C e ocorre a manutenção desta temperatura por 2 minutos e então o forno foi aberto e ocorreu a descida da plataforma e com isso ocorreu o subseqüente resfriamento da estrutura. Após o completo resfriamento da peça, foi conferida a espessura da porcelana e aplicada a porcelana nas bordas para total cobertura do disco, haja vista a contração de sinterização, seguindo os mesmos parâmetros já citados. Após o total resfriamento dos discos, estes então foram reduzidos por meio de discos abrasivos de polimento em carbeto de silício (CSi) de 400 malhas montados em politizes. As peças foram novamente lavadas por meio de cavitação ultra-sônica em água bidestilada, a fim de evitar a inclusão de partículas de abrasivo no corpo da porcelana. Aplicou-se então a

porcelana de esmalte na cor S1 (IPS Eris for E2 Incisal Materials shade S1), também misturada ao líquido de modelar (IPS Eris for 2 Build-Up Liquid) que também deverá possuir 0,3 mm de espessura final, seguindo exatamente a mesma metodologia utilizada na aplicação da porcelana de dentina, com a diferença que o polimento foi conduzido até a granulometria de 1200 malhas, na seguinte ordem de abrasividade: 400 malhas, 600 malhas, 800 malhas, 1000 malhas e finalmente 1200 malhas. Por fim foi obtida uma camada de glaze neutro (IPS Eris for E2 Transparent Materials shade Neutral), que foi aplicada com espessura de 0,1 mm após a mistura cerâmica com liquido próprio para glaze (IPS Empress Universal Glaze and Stain Liquid) da mesma maneira em que foram obtidos os estratos de dentina e esmalte, com modificação nos parâmetro de sinterização a fim de evitar fluxo piroplástico. Aquecimento da estrutura da temperatura ambiente até 403°C e manutenção por 4 minutos (etapa de secagem e eliminação de orgânicos), onde passa a ser elevada a temperatura e, numa taxa de 55°C por minuto, onde então é estabelecido um vácuo quando a temperatura atinge 450°C, ate que se atinja a temperatura de 709°C, onde então ocorre a liberação do vácuo e a temperatura é elevada até 710°C e ocorre a manutenção desta temperatura por 1 minuto e então o forno foi aberto e ocorreu a descida da plataforma e com isso ocorreu o subseqüente resfriamento da estrutura. Ao fim da etapa de sinterização foram obtidos 10 discos laminados com espessura de 1,5 mm de espessura ( $\pm 0,05$  mm) e 17 mm de diâmetro ( $\pm 0,05$  mm).



Figura 63 - Forno para sinterização de porcelanas VITA Vacumat 40 T.



Figura 65 – Vista interna da Câmara de jateamento Bego EasyBlast.



Figura 67 – Conjunto de porcelanas de cobertura da Ivoclar usadas na estratificação de amostras de vidro-cerâmica Empress 2<sup>®</sup>.



Figura 64 – A pressão de jateamento de vidro-cerâmica, com esferas de vidro, na Câmara Bego EasyBlast é de



Figura 66 – Jateamento (com esferas de vidro) em ação na Câmara Bego EasyBlast, nos discos de vidro-cerâmica.



Figura 68 – Colocação do pó de porcelana de dentina sobre placa de vidro para mistura com "Build-up Liquid".



Figura 69 – Mistura da porcelana de dentina com o líquido, formando a lama a ser aplicada sobre os discos de subestrutura.



Figura 70 – Disco com a lama de porcelana aplicada, sendo distribuída por toda a superfície da mesma por meio de vibração.



Figura 71 – Descrição complementar do processo da Figura 70, usando vibrador de gesso VH Equipamentos.



Figura 72 – Disco de Empress  $2^{\mathbb{R}}$ , com a porcelana de dentina aplicada , saindo do forno Vita Vacumat 40 T.



Figura 73 – Aparência final, após a queima, do disco de Empress  $2^{\text{(B)}}$  com a porcelana de dentina.



Figura 75 – Lama de pó de porcelana de esmalte misturado com o especificado líquido, para aplicação sobre a camada de porcelana dentina referida na Figura 74.



Figura 74 – Colocação do pó de porcelana de esmalte sobre placa de vidro para mistura com Build-up Liquid



Figura 76 – Aplicação da lama de porcelana de esmalte (com pincel de pêlos de marta) sobre os discos de Empress 2® précoberto com porcelana de dentina já queimada..



Figura 77 – Porcelana de esmalte aplicada, pronta para o ciclo de sinterização da mesma.



Figura 78 – Disco de Empress  $2^{\text{(R)}}$  com a porcelana de esmalte aplicada saindo do forno Vita Vacumat 40 T.



Figura 79 – Pó de porcelana de vidrado ("glaze") na placa de vidro para receber o seu líquido de mistura



Figura 80 – Lama do pó de porcelana de esmalte misturado com o seu líquido, para última etapa de estratificação de disco de Empress 2<sup>®</sup>.



Figura 81 – Aplicação da lama de porcelana de glaze (com pincel de pêlos de marta) sobre o disco de Empress 2<sup>®</sup> pré-queimadas com as porcelanas de dentina e de esmalte.



Figura 82 – Porcelana de glaze aplicada, pronta para o ciclo de sinterização da mesma.



Figura 83 – Disco de vidrocerâmica com todas as porcelanas aplicadas saindo do forno Vita Vacumat 40 T, após queima final.



Figura 84 – Discos de Empress 2<sup>®</sup> (de prensa EP600) após estratificação completa.

Por fim, todos os corpos de prova do estudo foram inspecionados visualmente quanto a não ocorrência de fissuras ou porosidades, tanto na superfície da subestrutura quanto na superfície da porcelana. Esta inspeção foi realizada por meio de lupa estereoscópica com aumento fixo de 10x.

Os corpos de prova dos grupos I e II foram mantidos em dessecador durante as etapas de confecção e o armazenamento anterior à realização da tomada de cor e da realização dos ensaios mecânicos.

Os corpos de prova dos grupos III e IV foram mantidos em recipientes opacos de polietileno escuro imersos em água bidestilada durante as etapas de confecção e o armazenamento (este por 30 dias com substituição da mesma a cada 3 dias) que precedeu à realização dos ensaios mecânicos.

# 3.1.2 – CONFECÇÃO DO DISPOSITIVO PARA REALIZAÇÃO DE ENSAIO FLEXURAL BIAXIAL DE ESFERA SOBRE TRÊS ESFERAS

Os aparatos foram confeccionados a partir de 2 pecas cilíndricas de 2,25 polegadas (57,15 mm) de aço inoxidável 316, com 250 mm de comprimento adquiridas no mercado (RTM Aços Especiais, Rio de Janeiro, Brasil). Estas pecas foram levadas a um torno mecânico automatizado CNC modelo HSC 500 (ERGOMAT Indústria e ·Comércio Ltda, São Paulo, Brasil) afim de que fossem confeccionados os dois dispositivos para a realização do ensaio biaxial, que seguem a norma F394-78 (1991) da ASTM, para a obtenção de aparatologia destinada à realização de ensaio flexural biaxial de esfera sobre anel de três esferas.

O primeiro trabalho de usinagem em ambos os cilindros foi o torneamento das suas extremidades afim de que as duas superfícies planas (superior e inferior) ficassem paralelas. Em uma extremidade do primeiro cilindro foi confeccionada uma cavidade circular de 17 mm ( $\pm$  0 mm) e 5 mm de profundidade com seu centro coincidindo com o

xxi

centro da peça. Nesta cavidade foram realizados 3 furos com 3 mm de diâmetro e 1,5 mm e profundidade, dispostos na forma de um triângulo equilátero circunscrito em um círculo de 6 mm de raio, dispondo os furos em uma relação de 120° entre si. Na outra extremidade foi realizado um furo no centro da superfície com 10 mm de diâmetro e 25 mm de profundidade, e posterior confecção de rosca com passo de 1,75 mm. Neste furo foi instalado um estojo com torque de 7 kg/cm<sup>2</sup>, aferido por meio de torquímetro com a mesma medida de rosca e 40 mm de comprimento. Nos furos de 3 mm de diâmetro foram instaladas 3 esferas de aço carbono 1040 endurecido (Zerol Indústria Mecânica Ltda, São Paulo, Brasil) com a medida de 0,125 polegada (3,18 mm) de diâmetro, por meio de prensa hidráulica, até que a esfera atingisse o fundo do furo.

A outra peça foi obtida a partir do segundo cilindro, já tendo as suas superficies planas paralelas. Foi então realizado um furo de 10 mm de diâmetro e 25 mm de profundidade numa das extremidades e posterior confecção de rosca com passo de 1,5 mm. Neste furo foi torqueado (7 kg/cm<sup>2</sup>) um estojo com a mesma medida de rosca e 40 mm de comprimento. A outra extremidade foi usinada na forma de cone com expulsividade de 30° e 50 mm de altura, em cuja ponta foi realizado um furo de 1,5 mm de diâmetro e 0,75 mm de profundidade. Neste furo foi instalada (de forma centralizada) uma esfera de aço carbono 1040 endurecido (Zerol Indústria Mecânica Ltda, São Paulo, Brasil) de 0,0625 polegada (1,58 mm), também por meio de prensa hidráulica.



Figura 85 – Esfera de 1,58 mm de diâmetro na ponta do dispositivo para execução de ensaio de flexão biaxial.



Figura 86 – Vista lateral do par de dispositivos para execução de ensaio flexural biaxial.



Figura 87 – Vista frontal da ponta de um dos dispositivos para execução de ensaio flexural biaxial, mostrando as três esferas de 3,18 mm de diâmetro, num círculo de 12 mm de diâmetro.



Figura 88 – Micrografia de esfera de aço de 1,58 mm utilizada na confecção do aparato para ensaio flexural biaxial. Aumento de 40 X.

# 3.1.3 – DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAXIAL

# 3.1.3.1 – TESTE DE FLEXÃO BIAXIAL DE ESFERA SOBRE TRÊS ESFERAS

O dispositivo contendo as três esferas foi posicionado na porção inferior da prensa especial para realização de ensaios mecânicos EMIC DL 10000/700 (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil). O dispositivo com ponta cônica foi posicionado na trave móvel da prensa.



Figura 89 – Máquina Universal de Ensaios Mecânicos EMIC DL 10000/700 com os dispositivos para ensaio flexural biaxial no lugar.

Os grupos I e II foram testados com o ensaio realizado em ambiente seco. Desta maneira, os discos foram posicionados na cavidade do aparato, disposto sobre as 3 esferas. A trave então foi posicionada de tal maneira que a esfera do aparato superior ficasse a 2 mm do disco. Foi então realizado o ensaio de flexão biaxial com velocidade de descida de 0,5 mm/min até a ruptura do corpo de prova, registrando-se a da força necessária para a ruptura do corpo de prova.



Figura 90 – Vista superior dos dispositivos para ensaio flexural biaxial na Máquina EMIC.



Figura 91 – Vista Inferior dos dispositivos para ensaio flexural biaxial na Máquina EMIC.



Figura 92 – Disco de vidro-cerâmica Empress 2<sup>®</sup> nos dispositivos para ensaio flexural biaxial, usando a Máquina EMIC..

Os grupos III e IV foram testados com o ensaio realizado em ambiente úmido. Desta maneira, antes da realização do ensaio, foi confeccionada uma cuba que pudesse servir para realização do ensaio mecânico da amostra imersa em água bidestilada. Este dispositivo foi obtido por meio da confecção de um furo de 25 mm de diâmetro no centro do fundo de uma cuba de borracha utilizada para manipulação de hidrocolóide irreversível (AG Dental, São Paulo, Brasil). Esta cuba foi instalada no aparato inferior do dispositivo de teste, de forma este trespassasse pelo furo da cuba permitindo que a

parte ativa do dispositivo ficasse imersa no líquido. O disco de vidro-cerâmica foi então posicionado na cavidade do aparato, apoiados nas 3 esferas. A trave então foi posicionada e forma de a esfera do aparato superior ficasse a 2 mm do disco. Foi então realizado o ensaio de flexão biaxial com velocidade de descida de 0,5 mm/min até a ruptura dos corpos de prova, registrando-se a carga de ruptura do corpo de prova, onde o ensaio então era encerrado e a trave móvel retornou à posição inicial.



Figura 93 – Vista superior da cuba de borracha utilizada para manipulação de hidrocolóide irreversível (com furo de 25 mm no seu centro).



Figura 94 – Vita lateral da cuba de borracha da Figura 93.



Figura 95 – Corpo de prova posicionado no aparelho de testes flexural biaxial a úmido, ainda sem água na cuba de borracha.



Figura 96 – O mesmo conjunto da Figura 95, agora com a cuba de borracha cheia de água bidestilada.

# 3.1.3.2 – CÁLCULO DA TENSÃO FLEXURAL BIAXIAL

Foi utilizada a equação determinada pela norma da ASTM F-394-78 para determinação do valor da tensão flexural biaxial para esta modalidade de ensaio. Esta equação leva em conta a carga, o diâmetro do disco, o diâmetro do anel formado pelas 3 esferas de suporte, o diâmetro das 3 esferas de suporte, o diâmetro da esfera de contato e a espessura da amostra. A equação é descrita como:

$$\sigma_{\max} = 3P \frac{(1+\nu)}{4\pi t^2} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \left(\frac{1-\nu}{1+\nu}\right) \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \left(\frac{a^2}{R^2}\right) \right]$$

onde

- $\sigma_{Max}$  = Tensão máxima
- P = Carga de fratura (N)
- t = Espessura do disco (mm)
- a = Raio do círculo de suporte (mm)
- b = Raio da esfera de carga (mm)
- R =Raio do disco (mm)
- v =Índice de Poisson

## 3.1.4 – SECAGEM DAS AMOSTRAS FINAIS

As amostras testadas foram lavadas com água bidestiladas e secas ao ar, e armazenadas num dessecador até serem preparadas para outros trabalhos de caracterização.

## **3.2 – TRBALHOS DE CARACTERIZAÇÃO**

#### 3.2.1- CARACTERIZAÇÃO POR MICROCOSPIA ÓTICA

A amostra, em seu estado com fratura em ensaio biaxial, foi levada a um microscópio estereoscópico (lupa) Zeiss, e examinada com aumentos de 10x, 25x, 40x e 67x. Este exame determinou as amostras que seriam analisadas à análise por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), além da observação de detalhes microestruturais de maiores dimensões submilimétricas nas amostras.

# 3.2.2 – CARACTERIZAÇÃO POR MICROCOSPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras foram recobertas com uma película de ouro por meio de *sputtering* e examinadas num microscópio eletrônico de varredura tipo MEV Jeol JSM-6460 LV numa voltagem de 15kV.

# 4 – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

## 4.1 – RESULTADOS DO ENSAIO FLEXURAL BIAXIAL

Foi utilizada a equação especificada pela norma da ASTM F394-78 (1991) para a determinação do valor da tensão flexural biaxial para esta modalidade de ensaio. Esta equação leva em conta a carga, o diâmetro do disco, o diâmetro do anel formado pelas 3 esferas de suporte, o diâmetro das 3 esferas de suporte, o diâmetro da esfera de contato e a espessura da amostra. A equação é descrita como:

$$\sigma_{\max} = 3P \frac{(1+\nu)}{4\pi t^2} \left[ 1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \left(\frac{1-\nu}{1+\nu}\right) \left(1 - \frac{b^2}{2a^2}\right) \left(\frac{a^2}{R^2}\right) \right]$$

onde

 $\sigma_{max}$  = Tensão máxima

P = Carga de fratura (N)

- t = Espessura do disco (mm)
- a = Raio do círculo de suporte (mm)
- b =Raio da esfera de carga (mm)
- R =Raio do disco (mm)
- v =Índice de Poisson

Os resultados obtidos pelo ensaio de flexão biaxial, na forma da tensão de ruptura  $\sigma_{max}$  (em MPa) foram organizadas na tabela seguinte:

Amostra	MED	LED	MEW	LEW
1	420,50	231,20	330,53	244,43
2	337,30	224,86	237,02	265,39
3	414,05	243,78	266,36	206,38
4	355,04	321,45	345,69	236,70
5	166,07	257,65	329,56	241,53
Média	338,59	255,79	301,83	238,88
Desvio Padrão	± 103,0 MPa	± 38,79 MPa	± 47,37 MPa	±21,22 MPa

TABELA 3. Resultados do ensaio flexural biaxial.

O grupo MED representa os corpos de prova monolíticos estocados e testados a seco que obtiveram como resistência flexural biaxial média de  $338,59 \pm 103,00$  MPa, o grupo LED representa o grupo de corpos de prova laminados estocados e testados a seco que obtiveram média de  $255,79 \pm 38,79$  MPa.

Dos grupos testados e estocados em água, o MEW representa as amostras monolíticas, com média de resistência flexural biaxial de  $301,83 \pm 47,37$  MPa e o grupo LEW representando as amostras laminadas, com média de  $238,88 \pm 21,22$  MPa.

As médias de resistência flexural biaxial apresentam-se compatíveis com as médias determinadas por estudos anteriores, tanto nas amostras somente de dissilicato de lítio [4, 5, 17,58] como nas amostras laminadas [17].

Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os grupos de corpos de prova testados a seco e em ambiente aquoso, embora as médias entre as resistências flexurais biaxiais mostrassem diferenças na ordem de ~11% nas amostras monolíticas e de ~9% nas amostras laminadas, sendo estes resultados coerentes com a literatura atual [17,19], e decorrem da propagação de trinca assistida pelo ambiente 'reacional que é decorrente da redução da energia requerida na superfície da trinca pela ação do ambiente aquoso, com a criação de espaços na ponta da trinca, levando a uma redução da energia requerida para a propagação da mesma [59].

Ocorreu uma diminuição nas médias de resistência flexural biaxial na ordem de ~25% na comparação entre as amostras monolíticas e laminadas testadas a seco, ao passo que essa diminuição foi de ~20% entres as amostras monolíticas e laminadas testadas em ambiente aquoso. Estes fatos decorrem diretamente da diminuição da espessura de material de maior resistência mecânica para acomodação de uma porcelana de recobrimento frágil, e estão de acordo com a literatura atual [17]. Porém, estas discrepâncias não representem diferenças estatisticamente significantes.

GRÁFICO 1. Box PLot dos resultados da estatística descritiva das resistências determinadas.



A determinação pela tabela ANOVA entre os quatro grupos revelou que a natureza do material (monolítico ou laminado) se mostrou mais relevante que o ensaio em que o material foi estocado e testado.

ANOVA (quatro grupos)					
FONTE	F	p-Value			
TIPO (monolítico, laminado)	7,17	0,016			
MEIO (seco, úmido)	0,97	0,339			
TIPO X MEIO	0,13	0,720			
MONOLÍTICO > LAMINADO					

TABELA 4. Análise de variância (ANOVA) entre os grupos testados.

## 4.2 – RESULTADO OBTIDO PELA REALIZAÇÃO DE MICROSCOPIA ÓTICA

Foram realizadas visualizações por meio de microscópio estereoscópico (lupa) Zeiss, como meio de triagem, com magnificações variando de 10x, 20x, 40x e 67x. Nestas observações puderam ser visualizados vários aspectos do material, tanto nas amostras monolíticas, como nas amostras laminadas.

Nas amostras monolíticas puderam ser observadas fraturas frágeis do tipo I [47], com trincas partindo da superfície da fratura, inclusões de cor amarela (sendo estas possivelmente corantes), porosidades e em um corpo de prova uma bolha de dimensões bastante exageradas (aproximadamente 0.8 mm x 2,0mm) de onde partiam trincas em direção à superfície do material. Em outra amostra foi observada claramente as zonas de dano descritas por LAWN [47].



Figura 97 – Superfície de fratura frágil (lisa) de amostra monolítica. Aumento de 20x.



Figura 98 – Zonas de dano com cone de fratura, característico de materiais monolíticos, com porosidade e trincas. Aumento de 40x.



Figura 99 – Trinca originada na superfície de tração da amostra e propagando-se através do material. Aumento 10x.



Figura 100 – Presença de bolha de grande dimensão no material. Aumento de 20X.



Figura 101 – Trinca propagando-se pelo material, sem alcançar fratura completa por causa da sua capacidade de deflexão da trinca. Aumento 10x.



Figura 102 – Origem de trinca se propagando pelo material a partir do ponto da aplicação da carga. Aumento 10x.

Nas amostras laminadas também foram observadas fraturas frágeis do tipo I, com trincas partindo da porcelana de recobrimento e ultrapassando a interface entre os materiais, embora em uma das amostras foi observada uma pequena área onde a trinca defletiu paralelamente a interface configurando uma fratura do tipo II, com uma pequena área de delaminação. Também foram observadas inclusões de cor amarela tanto no material de subestrutura, como na porcelana de recobrimento.



Figura 103 – Iniciação da trinca na superfície de tração da porcelana de recobrimento e sua propagação através da porcelana e do material de subestrutura. Aumento 10x.



Figura 104 – Detalhamento da imagem anterior (40x), evidenciando o percurso da trinca através do laminado. Não houve delaminação.



Figura 105 – Presença de pequenas inclusões amarelas tanto na subestrutura quanto na porcelana de recobrimento. Aumento de 40x.



Figura 106 – Detalhamento da imagem anterior (67x), com mais nítida evidência da presença de inclusões amarelas na porcelana de recobrimento.



Figura 107 – Região de interface revelando o trajeto da trinca sem a deflexão da mesma nesta região. Aumento 67x.



Figura 108 – Estilhaçamento da porcelana de recobrimento e propagação da trinca através do material da subestrutura. Aumento 40x



Figura 109 – Divisão de trinca e a deflexão destas trincas na região da interface entre os materiais: indício de delaminação. Aumento de 40x.



Figura 110 – Detalhamento da imagem anterior (67x): mais clara evidência da presença de deflexão da trinca na região da interface dos materiais.

# 4.3 – RESULTADO OBTIDO PELA REALIZAÇÃO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As superfícies de fratura que sofreram triagem prévia pela inspeção visual por meio de lupa estereoscópica. Também foram condicionadas duas peças sendo uma monolítica e uma laminada para observação das superfícies onde foram realizados os ensaios. O condicionamento das amostras foi realizado por meio de condicionamento por meio de ácido hidrofluorídrico a 4% por 10 segundos com posterior lavagem com água corrente.

Na maioria das observações foi observado um comportamento de continuidade na região da interface entre os materiais, com trincas partindo do material de recobrimento para o material de subestrutura sem deflexão da trinca nesta região, a menos de uma amostra que revelou uma região de delaminação.



Figura 111 – Superfície de fratura da amostra: trajeto de trincas na porcelana de recobrimento e sua retenção na região da interface porcelana/ /subestrutura. Bolha e poros na porcelana. Aumento 500x.



Figura 112 – Superfície de fratura da amostra: região de interface entre a porcelana de recobrimento e a subestrutura. Há íntima relação entre os materiais. Aumento 1000x.



113 – Região Figura da interface entre os materiais revelando a deflexão da trinca oriunda porcelana da de recobrimento, que se propaga paralelamente à região da interface, confirmando а ocorrência de delaminação. Aumento 500x.



Figura 114 – Detalhamento da imagem anterior (1000x) confirmando a delaminação e a continuidade da propagação da trinca através do material de subestrutura, revelando o trajeto tortuoso de propagação da trinca. Aumento 1000x.



Figura 115 – Detalhamento da imagem anterior (5000x). Ocorre a propagação da trinca paralelamente à interface revelando trajeto de fratura tanto transgranular quanto intergranular. Aumento 5000x



Figura 116 – Região da interface porcelana/subestrutura revelando várias bolhas e poros na porcelana de recobrimento. Aumento 500x.

O material de subestrutura revelou uma rede de cristais aciculares, com tamanho médio de 8 µm de comprimento, imersos numa matriz vítrea, onde o modo de propagação da trinca se deu tanto de maneira inter como transgranular. Foi revelado que as trincas se propagavam vindas tanto da superfície do material como do material de recobrimento, e com estas trincas revelando um caminho tortuoso. O material revelou ainda algumas porosidades com tamanho médio de 2 µm e cristais hexagonais de ortofosfato de lítio com 0,2 µm de diâmetro. A visualização das superfícies condicionadas por ácido revelou, por meio da dissolução parcial da matriz vítrea, uma rede de cristais aciculares de dissilicato de lítio, algumas porosidades e também algumas marcas decorrentes das manobras de polimento.



Figura 117 – Superfície da amostra contendo riscos de lixamento e polimento. Aumento 200x.



Figura 118 - Superfície de fratura com orientação randômica dos cristais de dissilicato de lítio (comprimento médio de 8µm) da subestrutura. Aumento 2500x.



Figura 119 – Superfície da amostra após seu condicionamento por meio de ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial), revelando a interdigitação de cristais aciculares de dissilicato de lítio. Aumento 2500x.



Figura 120 - Outra região da superfície da amostra condicionada por meio de ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial), revelando orientação а randômica de cristais aciculares. Aumento 2500x.



Figura 121 – Outra região da superfície da mesma amostra condicionada por meio de ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial): orientação preferencial de cristais de dissilicato de lítio. Aumento 2500x.



Figura 122 - Superfície da amostra após seu condicionamento por meio de ácido fluorídrico (que removeu a matriz vítrea superficial), revelando um poro superficial delimitado por cristais de dissilicato de lítio. Aumento 4000x



Figura 123 - Superfície de fratura revelando a orientação randômica dos cristais de dissilicato de lítio da subestrutura e a fratura do material através dos contornos de grãos. Aumento 1500x.



Figura 124 - Superfície de fratura revelando a fratura do material através dos contornos de grãos, revelando também a textura da fratura. Aumento 2000x.



Figura 125 – Superfície de fratura mostrando fratura transgranular onde o cristal é seccionado pela trinca. Aumento 3500x.



Figura 126 – Superfície de fratura mostrando fratura transgranular onde o cristal é seccionado pela trinca. Aumento de 5000X.



Figura 127 – Superfície de fratura mostrando fratura intergranular onde a trinca é defletida no contorno de grão na matriz vítrea. Aumento 6000x.



Figura 128 – Superfície de fratura mostrando fratura intergranular e a ocorrência de alguns poucos cristais hexagonais de ortofosfato de lítio. Aumento 10000x.


Figura 129 – Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de porosidades. Aumento 2000x.



Figura 131 – Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de porosidade e cristais de ortofosfato de lítio. Aumento 15000x.



Figura 130 – Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de porosidades. Aumento 5000x.



Figura 132 – Superfície de fratura onde pode ser observada a presença de porosidade. Aumento 17000x.



Figura 133 - Superfície de fratura onde pode ser observada a fratura frágil do material. Aumento 500x.

A porcelana de recobrimento revelou um vidro amorfo com numerosas bolhas, algumas com diâmetro de 20  $\mu$ m, e alguns poros de 2  $\mu$ m de diâmetro. Revelou ainda várias trincas se iniciando na superfície do material e dirigindo-se para o material de subestrutura. Foram revelados ainda cristais hexagonais de apatita em pouco número difundidos na matriz vítrea com diâmetro médio de 0,2  $\mu$ m.



Figura 134 - Superficie de fratura onde podem ser notados alguns poros e bolhas grandes na porcelana, com porosidades na periferia de uma bolha. Aumento 200x.



Figura 136 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de porosidades de tamanho bastante reduzido. Aumento 5000x.



Figura 135 - Superficie de fratura onde podem ser observadas diversas bolhas no interior da porcelana e ainda algumas porosidades. Aumento 500x.



Figura 137 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de cristais hexagonais de apatita. Aumento 7500x.



Figura 138 - Superfície de fratura da porcelana onde pode ser observada a presença de cristais hexagonais de apatita e porosidades. Aumento 10000x.

## 5 – CONCLUSÕES

- A obtenção de corpos de prova pelo método de injeção cerâmica a quente revelou-se um método de obtenção de peças cerâmicas com baixa porosidade e com dimensões bastante próximas a aquelas desejadas para estas peças.
- 2. O material revelou comportamento frágil, com os corpos de prova monolíticos apresentando fraturas de corpo. Os materiais laminados apresentaram em quase sua totalidade fraturas de corpo (tipo I), com união estável entre os materiais, com trincas se iniciando na superfície do material de recobrimento e atravessando toda a secção do material. Somente em uma amostra, houve uma pequena área de destacamento dos materiais.
- 3. A resistência flexural biaxial das amostras variou de 338,59 ± 103,00 MPa e 301,83 ± 47,37 MPa para amostras monolíticas e variou de 255,79 ± 38,79 MPa a 238,88 ± 21,22 MPa para amostras laminadas. Estando estes resultados de resistência flexural biaxial confirmando os resultados obtidos na revisão bibliográfica neste quesito.
- 4. A diminuição da espessura e posterior recobrimento com porcelana de apatita não diminuíram significativamente a resistência flexural biaxial das amostras.
- A estocagem e realização dos ensaios em ambiente aquoso não reduziram significativamente a resistência flexural biaxial, tanto em amostras monolíticas como nas amostras laminadas.

## 6 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Efetuar a obtenção de amostras laminadas para ensaio flexural biaxial em prensa injetora a quente alternativa para comparação com as amostras laminadas obtidas pela prensa indicada pelo fabricante. O objetivo desta sugestão seria determinar se o material laminado apresenta o mesmo comportamento que as amostras monolíticas, no que tange a resistência flexural biaxial.
- b) Determinação de espessura mínima que possibilite que amostras laminadas obtenham resultados de resistência flexural biaxial próximos das amostras monolíticas. O objetivo desta sugestão decorre da necessidade de determinar uma espessura onde o laminado apresente resistência com valores próximos daqueles obtidos pela amostras monolíticas sem ônus para a estética do material.
- c) Estudar o comportamento de ciclagem em ambiente aquoso e determinação da possível diminuição dos valores de resistência flexural biaxial após este procedimento. O objetivo desta sugestão decorre da necessidade de verificar se a ciclagem mecânica de amostras tanto variando o meio, como a carga, gradiente de temperatura e natureza do meio de teste afetam a resistência do material.

## 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADDI S., HEDAYATI-KHAMS A., POYA A., SJÖGREN G. Interface gap size of manually and CAD/CAM-manufactured ceramic inlays/onlays in vitro. J Dent 30, 53-58; 2002

2. AKGUNGOR G., AKKAYAN B., GAUCHER H. Influence of ceramic thickness and polymerization mode of a resin luting agent on early bond strength and durability with a lithium dissilicate-based ceramic system. J Prosthet Dent 94:234-241;2005

3. ALBAKRY M., GUAZZATO M., SWAIN M.V. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. J Dent 31:181-188;2003

4. ALBAKARY M., GUAZZATO M., SWAIN M.V. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials J Prosthet Dent 89: 374-380;2003

5. ALBAKRY M., GUAZZATO M., SWAIN M.S. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. J Dent 32, 91-99; 2004

6. ANUSAVICE K.J. **DENTAL MATERIALS**, Cap 3.4 em Dental ceramics, pp 231-246

7. ATTIA A., KERN M. Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems J Prosthet Dent 92:551-556;2004

8. BALDISSEROTTO S.M., ET AL. Prótese fixa adesiva metal-free: uma solução estética e conservadora. Ver Ibero-Am Odont Est Dent 2(8):327-334;2003

9. BARATH V.S., FABER F.J., WESTLAND S., NIEDERMEIER W. Spectrophotometric Analysis of All-ceramic Materials and Their Interaction with Luting Agents and Different Backgrounds. Adv Dent Res 17:55-60, 2003

10. BARREIRO M.M., RIESGO O., VICENTE E.E., Phase identification in dental for ceramo-metallic restorations Dent Mater;5:51-57,January ,1989

11. BARRETT A.A., DE HOFF P.H., ANUSAVICE K.J. Bilayered ceramic sphere: useful test for thermal incompatibility? Dental Materials: III – Ceramics and Cements Program, IADR/AADR/CADR 80 th General Session (March 6-9,2002), San Diego, California

12. BAUER A., ZATORSKA K., LAUER H. Esthetics in and with All-ceramic Restorations. Int Poster J Dent Oral Med v.7,1,Poster 254

13. BORGES G. A., SOPHR A. M., GOES M. F., SOBRINHO L. C., CHAN D. C.N. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent 89:479-488;2003

14. BROCHU J., EL-MOWAFY O. Longevity and Clinical Performance of IPS-Empress Ceramic Restorations- A Literature Review. J of the Can Dent Assoc 68; n4:233-239;2002

15. CALLISTER W.D., Materials Science and Engineering: an introduction 4th ed. 385,411,423,387

16. CARTY W.M. Porcelain-Raw Materials, processing, Phase evolution, and Mechanical Behavior. J Am Ceram Soc 81 [1] 3-20 (1998)

17. CATTEL M.J., PALUMBO R.P., KNOWLES J.C., CLARKE R.L., SAMARAWICKIRAMA D.Y.D. The effect of veenering and heat treatment on the flexural strength of Empress 2<sup>®</sup> ceramics. J Dent 30:161-169;2002 18. CHEN H.Y. HICKEL R., SETCOS J. C., KUNZELMANN K. Effects of surface finish and fatigue testing on the fracture strength of CAD-CAM and pressed-ceramics crowns. J Prosthet Dent 82:468-475;1999

19. CURTIS A. R., WRIGHT A. J., FLEMING G. J. P. The influence of simulated masticatory regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. J Dent 34:317-325;2006

20. DEHOFF P. H., ANUSAVICE K. J., GÖTZEN N. Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture. J Biomechanics 39,1:40-48;2006.

21. DEHOFF P. H., BARRETT A. A., ANUSAVICE K. J., LEE R. B. A bilayered ceramic model for analysis of thermal incompatibility stress. Dental Materials: III – Ceramics and Cements Program, IADR/AADR/CADR 82 nd General Session (March 10-13,2004), Honolulu, Hawaii

22. DEHOFF P. H., ANUSAVICE H. J. Creep functions of dental ceramics measured in a beam-bending viscometer. Dent Mater 20: 297-304;2004

23. DELLABONA A., MECHOLSKY JR. J., ANUSAVICE K. J. Fracture behavior of lithium dissilicate and leucite-based ceramics. Dent Mat 20:956-962;2004

24. DELLABONA A., ANUSAVICE K. J., DEHOFF P. H. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veenered ceramic structures Dent Mat 19:662-669;2003

25. DENISEN H., DOZIC A., VAN DER ZEL., WAAS M. Marginal fit and shortterm clinical performance of porcelain-veenered CICERO, CEREC and Procera Onlays . J Prosthet Dent 57,5:506-513;2000

26. DENRY I. L., HOLLOWAY J. A. Elastic constants, Vickers hardness, and fracture toughness of fluorrichtite-base glass-ceramics. Dent Mater 20:213-219;2004

1

27. DOUGLAS R. D., PRZYBYLSKA M. Predicting porcelain thickness required for dental shades matches. J Prosthet Dent 82;2 :143-149;1999

28. DRUMMOND J. L., KING T. J., BAPNA M. S., KOPERSKI M. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. Dent Mat 16:226-233;2002

29. DRUMMOND J. L., THPMSON M., SUPER B. J. Fracture surface examination of ceramics using fractal analysis. Dent Mater 21:568-589; 2005

30. DUNDAR M., GUNGOR M. A., CAL E. Multidisciplinary approach to restoring anterior maxillary partial edentulous area using an IPS Empress 2 fixed partial denture: A clinical report. J Prosthet Dent 89;4: 327-330;2003

31. FLEMMING G. J. P., NOLAN L., HARRIS J. J. The in-vitro clinical failure of all-ceramic crowns and the connector area of fixed partial dentures: the influence of interfacial surface roughness. J Dent 33: 405-412; 2005

32. FISCHER H., MARX R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. Dent Mater 18:12-19;2002

33. FOLWACZNY M., MEHL A., HAFFNER C., HICKEL R. Polishing and coating of dental ceramic materials with 308 nm XeCl excimer laser radiation. Dent Mater 14:186-193, June, 1998

34. GORMAN C. M., HILL R.G. Heat-pressed ionomer glass-ceramics – Part II. Mechanical property evaluation. Dent Mater 20:252-261:2004

35. GUAZZATO M., PROOS K., QUACH L., SWAIN M. V. Strength, reliability and mode fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. Biomaterials 25:2054-5052;2004

36. GUAZZATO M., ALBAKARY M., RINGER S. P., SWAIN M. V. Strength fracture, toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I: Pressable and alumina glass infiltrated ceramics. Dent Mat 20:441-448;2004 37. HEFFERMAN M. J., AQUILINO S. A., DIAZ-ARNOLD A. M., HASELTON

D. R., STANFORD C. M., VARGAS M. A. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials. J Prosthet Dent 88,n.1:4-9;2002

38. HEFFERMAN M. J., AQUILINO S. A., DIAZ-ARNOLD A. M., HASELTON D. R., STANFORD C. M., VARGAS M. A. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: Core and veener materials. J Prosthet Dent 88,n.1:10-15;2002

39. HORN H. Porcelain laminate veeners bonded to etched enamel. Dent Clin North Am 27:671-684;1983

40. HSUEH C., LUTTRELL C. R., BECHER P. F. Analyses of multilayered dental ceramics subjected to biaxial flexure tests. Dent Mater 22,5:460-469;2006

41. ISGRÓ G., ET AL. Thermal dimension behavior of dental ceramics. Biomaterials 25 2447-2453 ;2004

42. ISGRÓ G., KLEVERLAAN C. J., WANG H., FULZER A. J. The influence on multiple firing on thermal contraction of ceramic materials used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations. Dent Mat 21,557-564;2005

43. ISGRÓ G., WANG H., KLEVERLAAN C. J., FEILZER A. J. The effects of thermal mismatch and fabrication procedures on the deflection of layered all-ceramic discs. Dent Mater 21:649-655;2005

44. KILIÇARSLAN M. A., KIEDICI P. S., KÜÇÜKESMEN H. C., VEERDAG B.C. In vitro fracture resistance of posterior metal-ceramic and all-ceramic inlay retained resin-bonded fixed partial dentures. J Prosthet Dent 92: 365-370;2004

45. KOURTIS S. G., TRIPODAKIS A., DOUKOUDAKIS A. A. Spectrophotometric evaluation of the optical influence of different metal alloys and porcelains in the metal-ceramic complex. J Prosthet Dent 92,n.5:477-485;2004

46. LAND C. H. Porcelain as an aid to dental art. Dental Cosmos. 45:615-620,1903

47. LAWN B. R., PAJARES A., ZHANG Y., DENG Y., POLACK M. A., LLOYD I. K., REKOW E. D., THOMPSON V. P. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. Biomaterials 25:2885-2892,2004

48. LAWN B. R., DENG Y., THOMPSON V. P. Use of contact characterization and design of all-ceramic crown-like layer structure: a review. J Prosthet Dent 1;86:495-510;2001

49. LEVIN E.M., **Phase Diagrams for Ceramists** 3° edition 1974. The American Ceramic Society Columbus Ohio 407-501

50. MACCULLOUGH W. T. Advances in dental ceramics. Br Dent J 124, 8 :361-365;1968

51. MCLEAN J. W., HUGHES T. H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. Br Dent J 119,6:251-267;1965

52. MESSER R. L. W., LOCKWOOD P. E., WATAHA J. C., LEWIS J. B., NORRIS S., BOUILLAGUET S. In vitro cytotoxicity of traditional versus contemporary dental ceramics. J Prosthet Dent 90,n.5:452-458;2003

53. OH W., SHEN C. Effect of surface topography on the bond strength of a composite to three different types of ceramic. J Prosthet Dent 90,n.3:241-246;2003

54. ONG J. L. Quantification of leucite concentration using X-Ray diffraction Dent Mater 16,20-25;2000

55. ÖSKAN M., VALLITTU P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater 19(8):725-732;2003

56. OZYESIL A. G., USUMEZ A., GUNDUZ B. The efficiency of different light sources to polymerize composite beneath a simulated ceramic restoration. J Prosthet Dent 91,2:151-157;2004

57. PAGANI C., MIRANDA C. B., BOTTINO M. C. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. J Appl Oral Sci 119,10:69-75;2003

58. PAGNIANO R. P., SEGHI R. R., ROSENTIEL S. F., EANG R., KATSUBE N. The effect of a layer of resin luting agent on the biaxial flexure strength of two allceramic systems. J Prosthet Dent 93,n.5:459-466;2005

59. PALIN W. M., FLEMING G. J. P., MARQUIS P. M. An evaluation of the mechanical properties of 'hydrothermal' dental glass after water immersion and surface polishing. Dent Mater 19:92-100;2003

60. PALIN W. M., FLEMING G. J. P., MARQUIS P. M., An evaluation of the technique sensitivity of a hydrothermal low-fusing dental ceramic. J Dent 20:443-449;2001

61. PALLIS K., GRIGG S. J. A., WOODY R. D., GUILLEN G. E., MILLER A. W. Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. J Prosthet Dent 91:561-569;2004

62. PINCUS C. Building mouth personality. Alpha Omega. 42: 163-166; 1948

63. QUIN J. B., SUNDAR V., LLOYD I. K. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. Dent Mater 19:603-611;2003

64. QUINTAS A. F., OLIVEIRA F., BOTTINO M. A. Vertical marginal discrepancy of ceramic copings with different ceramic materials, finish lines, and luting agents: An in vitro evaluation. J Prosthet Dent 92,n.3:250-258;2004

65. RASETTO F. H., DRISCOLL C. F., PRESTIPINO V., MASRI R., FRAUNHOFER J. A. V. Light transmission through all-ceramic dental materials: A pilot study. J Prosthet Dent 91,n.5:441-446;2004 66. REKOW E. D., HARSONO M., JANAL M., THOMPSON V. P., ZHANG G. Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns. Dent Mater 22:125-132;2006

67. ROSENTRITT M., BEHR M., GEBHARD R., HANDEL G. Influence of stress simulation parameters on the fracture strength of all-ceramic fixed-partial dentures. Dent Mater 22:176-182;2006

68. SCHERRER S. S., DENRY I. L., WISKOTT H. W. A., BELSER U. C. Effect of water exposure on the fracture toughness and flexure strength of a dental glass Dent Mater 17:367-371;2003

69. SCHERRER S. S., KELLY J. R., QUIN G. D., XU K. Fracture toughness (K<sub>IC</sub>) of dental porcelain determined by fractografic analysis. Dent Mater 15:342-348;1999

70. SCHUH C., KINAST E. J., MEZZOMO E., KAPCZINSKI M. P. Effect of glazed and polished surface finishes on the friction coefficient of two low-fusing ceramics. J Prosthet Dent 93,n.3:245-252;2005

71. SPAPPERT C. F. J., OZDEN U., GERDS T., STRUB J. R. Longevity and failure load of ceramic veeners with different preparation designs after exposure to masticatory simulation. J Prosthet Dent 94,n.2:132-139;2005

72. STUDART A. R., FILSER F., KOCHER P., LÜTHY H., GAUCKLER L. J. Mechanical and fracture behavior of veener-framework composites for all-ceramic dental bridges. Dent Mater 23:115-123;2007

73. STUDART A. R., FILSER F., KOCHER P., LÜTHY H., GAUCKLER L. J. Cyclic fatigue in water of veener-framework composites for all-ceramic dental bridges. Dent Mater 23:177-185;2007

74. SZABÓ I., NAGY B., VÖLKSCH G., HÖLAND W. Structure, chemical durability and micro hardness of glass-ceramics containing apatite and leucite crystals. J Non-Crist Sol 272:191-199;2000

75. SUN Y., WANG Z., TIAN J., CAO X. Coloration of mica glass-ceramic for use in dental CAD/CAM system. Mat Lett 57:425-428;2002

76. TAYLOR J.R., Ceramics Glaze technology Pegamon 6-8,5,75,93,111,118, 137-141,206-207,235 1986

77. TASKONAK B., MECHOLSKY J. J., ANUSAVICE K. J. Residual stresses in bilayer dental ceramics. Biomaterials 20:3235-3241;2005

78. TASKONAK B., ANUSAVICE K. J., MECHOLSKY JR. J. Role of investment interaction layer strength and toughness of ceramic laminates. Dent Mat 20:701-708;2004

79. TEIXEIRA H. M., NASCIMENTO A. B. L., EMERENCIANO M. Reabilitação da estética com facetas indiretas de porcelana. J Bras Dent Est 2,(7):219-223;2003

80. THOMPSON V. P., REKOW D. E. Dental ceramics and the molar crown testing ground. J Appl Oral Sci 12:26-36;2004

81. THOMPSON G. A. Influence of relative layer height and testing method on the failure modes and origin in a bilayered dental ceramic composite. Dent Mater 16:235-243;2000

82. TINSCHERT J., ZWEZ D., MARX R., ANUSAVICE K. J. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia –based ceramics. J Dent 28:529-535;2000

83. TUNG F. F., GOLDSTEIN G. R., JAMG S., HITTELMAN E. The repeatability of an intraoral dental colorimeter. J Prosthet Dent 88,n.6:585-590;2002

84. VAN VLACK L.H. Princípios e tecnologias dos materiais, 318p Rio de Janeiro – Campus – 1984.

85. WEE. A. G., CHEN W., JOHNSTON W. M. Color formulation and reproduction of opaque dental ceramic. Dent Mater 21:665-670;2005

86. WEE A. G., LINDSEY D. T., KUO S., JOHNSTON W. M. Color Accuracy of commercial digital cameras for use in dentistry. Dent Mater 22:553-559; 2006

87. YAMAMOTO T., NISHIURA R. Marginal toughness of bonded dental ceramics evaluated by determination of the crack length. Dent Mater 34:146-154;2006

88. YEO I., YANG J., LEE J. In vitro marginal fit of three all-ceramic crown systems. J Prosthet Dent 90,n.5:459-464;2003

89. ZHANG Y., GRIGGS J. A., BENHAM A. W. Influence of powder/liquid mixing ratio on porosity and translucency of dental porcelains. J Prosthet Dent 91,n.2:128-135;2004

90. ZANOTTO E. D., LEITE M. L. G. The nucleation mechanism of lithium dissilicate glass revisited. J Non-Crist Sol 202:145-152;1996

91. http://www.vitadur.com acessado 16 maio 2004

92. http://www.vident.com acessado 16 maio 2004

93. http://www.vita-zanhfabrik.de acessado 16 maio 2004

94. http://www.elephant-dental.com acessado 16 maio 2004

95. http://www.degudent.de acessado 16 maio 2004

96. http://www.dentsply.com acessado 16 maio 2004

97. http://www.ivoclarvivadent.com acessado 16 maio 2004

98. http://www.vivadent.com acessado 16 maio 2004

99. http://www.astm.org acessado 13 abril 2006