

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

Lucas Zago Naves

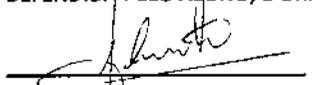
**COMPORTAMENTO MECÂNICO, PROPRIEDADES DE
TRANSMISSÃO DE LUZ E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL
DE CERÂMICA VÍTREA REFORÇADA POR LEUCITA APÓS
SUCESSIVAS TERMO-PRENSAGENS.**

TESE de DOUTORADO APRESENTADA A
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
DA UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
DOUTOR EM MATERIAIS DENTÁRIOS.

ORIENTADOR: Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho

CO-ORIENTADOR: Prof. Dr. Carlos José Soares

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE
DEFENDIDA PELO ALUNO, E ORIENTADA PELO PROF. DR.



Lourenço Correr Sobrinho

PIRACICABA, 2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

N229c Naves, Lucas Zago, 1981-
Comportamento mecânico, propriedades de transmissão de luz e caracterização microestrutural de cerâmica vítrea reforçada por leucita após sucessivas termo-prensagens / Lucas Zago Naves. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2011.

Orientador: Lourenço Correr-Sobrinho.
Coorientador: Carlos José Soares.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Propriedades de superfície. 2. Dureza. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Soares, Carlos José. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Microstructural characterization, mechanical and light transmitted properties of leucite-reinforced ceramic submitted to successive thermo-processings

Palavras-chave em Inglês:

Surface properties

Hardness

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Carlos José Soares

Alfredo Júlio Fernandes Neto

Flávio Domingues das Neves

Mario Alexandre Coelho Sinhoreti

Simonides Consani

Data da defesa: 21-06-2011

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 21 de Junho de 2011, considerou o candidato LUCAS ZAGO NAVES aprovado.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Carlos José Soares".

Prof. Dr. CARLOS JOSÉ SOARES

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Alfredo Júlio Fernandes Neto".

Prof. Dr. ALFREDO JÚLIO FERNANDES NETO

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Flávio Domingues das Neves".

Prof. Dr. FLÁVIO DOMINGUES DAS NEVES

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Mário Alexandre Coelho Sinhoretí".

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Simonides Consani".

Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

Dedico esse trabalho...

Aos meus Pais

Pelo exemplo, atitude e amor...

À Talita

Pela parceria, pelo amor e incentivo...

À Vida

Que continue sendo sempre sincera...

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador Prof. Dr. *Lourenço Correr Sobrinho*, antes de tudo pela amizade. Pela sabedoria que sempre soube passar nos menores detalhes e atitudes. Saiba que é uma grande honra poder trabalhar ao seu lado. Gratidão e admiração, sempre!

Ao meu co-orientador Prof. Dr. *Carlos José Soares*: Há pessoas que quando entram em nossas vidas, transmitem tal energia e vitalidade que se torna impossível continuar enxergando o mundo como antes enxergávamos. Obrigado pela inteligência compartilhada, pelo otimismo, força e solidez com que defende seus ideais. Sempre fiz disso um exemplo a ser seguido...

AGRADECIMENTOS

Ao Magnífico Reitor da Universidade Estadual de Campinas, Prof. Dr. *Fernando Ferreira Costa*.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, nas pessoas do Diretor, Prof. Dr. *José Jacks Junios* e Diretor Associado Prof. Dr. *Alexandre Augusto Zaia*.

À Coordenadoria de Pós-Graduação e à Coordenadoria do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários, pela oportunidade de expandir meus conhecimentos cursando Pós-Graduação em nível de Doutorado.

Ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP:

Prof. Dr. *Simonides Consani*, pela serenidade e sabedoria compartilhadas;

Prof. Dr. *Mario Fernando de Goes*, pela seriedade na transmissão dos conhecimentos;

Prof. Dr. *Mário Alexandre Coelho Sinhoreti*, pela disponibilidade em ajudar e compartilhar os conhecimentos;

Prof^ª. Dr^ª. *Regina Maria Puppim Rontani* pela alegria, disposição em ensinar;

Prof. Dr. *Marcelo Gianinni* pelo exemplo de pesquisador e professor;

Prof. Dr. *Américo Bortolazzo Correr*, por estar sempre disposto a ajudar;

Prof. Dr. *Rafael Xediek Consani* pela contribuição criteriosa durante as aulas do curso de mestrado e doutorado;

Prof. Dr. *Luis Roberto Marcondes Martins* pela experiência compartilhada.

Aos colegas e funcionários do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, com quem tive contato durante esse período de formação.

Ao Magnífico Reitor da Universidade Federal de Uberlândia, Prof. Dr. *Alfredo Júlio Fernandes Neto*, pelo exemplo constante de competência e liderança;

Ao Prof. Dr. *Adérito Soares Mota*, pelo exemplo de doação como docente, de perseverança e atitude positiva frente aos percalços da vida;

Ao Prof. Dr. *Flávio Domingues das Neves*, pela amizade e incontáveis oportunidades de aprendizado proporcionadas;

Aos professores, colegas e funcionários da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, pela oportunidade de convivência construtiva.

Ao órgão de fomento à pesquisa que financiou este estudo, CAPES.

A *todas* as demais pessoas que foram importantes para a execução do trabalho.

RESUMO

O objetivo neste estudo foi avaliar as propriedades mecânicas, ópticas e de superfície da cerâmica termo-prensada IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent, Schan, Liechestein). Discos cerâmicos (12 mm x 0,9 mm) foram termo-prensados em forno específico do sistema (EP 500, Ivoclar Vivadent) e serviram como controle (TP1). Remanescentes (*sprues* e botões cerâmicos) do grupo controle foram reaproveitados e utilizados para a confecção de espécimes dos grupos de re-prensados (processados 2 vezes - TP2 e processados 3 vezes - TP3). Todos os processos de termo-prensagem foram realizados de acordo com as instruções dos fabricantes. A dureza Vickers (VHN) foi mensurada em durômetro HMV 2 (Shimadzu), com carga de 0,5 kgf aplicada por 10 segundos. Cinco medidas foram feitas para cada amostra (n = 5). A resistência à flexão biaxial (BFS) (ISO 6872) foi realizada para determinar a resistência dos discos prensados e re-prensados (n = 10), com velocidade de aplicação de carga de 0,5 mm/min., em máquina de ensaios mecânicos (4411; Instron Inc., Canton, MA, USA). Irradiância e características do espectro luminoso transmitido através da cerâmica (em três espessuras para cada termo-prensagem: 0,7; 1,4 e 2 mm) foram mensurados por meio de potenciômetro e espectrômetro digitais. Características de superfície foram avaliadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV), em modo elétron secundário (SEI). Análise das micrografias foram realizadas no programa de pós-processamento de imagens ImageJ (NIH, Londres, Reino Unido), objetivando verificar a concentração cristalina da leucita e características de superfície em imagens 3D (plotagem de superfície). Os dados foram analisados estatisticamente (ANOVA + Tukey post hoc HSD, P <0,05). Os valores obtidos de dureza foram (em VHN) TP1: 589,1 ± 18,1; TP2: 551,8 ± 13,9; TP3: 552 ± 22,2 . Os grupos re-prensados (TP2, TP3) apresentaram média de dureza estatisticamente menor que o grupo controle (TP1). Os dados obtidos da resistência a flexão biaxial foram (em MPa) TP1: 219,70 ± 17,92; TP2: 180,66 ± 38,73; TP3: 171,85 ± 32,56. O grupo controle (TP1) apresentou média estatisticamente superior aos grupos re-prensados (TP2 e TP3). As micrografias mostraram aumento no tamanho e concentração de cristais de leucita, para os grupos experimentais. A análise das imagens mostrou diminuição da homogeneidade na distribuição dos cristais de leucita na fase vítrea e aumento na densidade cristalina após

repetidas termo-prensagens. Redução da irradiância através dos corpos-de-prova foi detectada com o aumento da espessura da cerâmica, e alteração do perfil de emissão foi observada após repetidas termo-prensagens. O reaproveitamento do material cerâmico IPS Empress Esthetic alterou propriedades mecânicas e propriedades ópticas interferindo na passagem de luz através do corpo cerâmico. Sucessivas termo-prensagens alteraram também a microestrutura da cerâmica vítrea reforçada por leucita IPS Empress Esthetic.

Palavras-chave: cerâmicas odontológicas, leucita, sinterização, resistência a flexão.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the mechanical, optical and surface properties of one heat-pressed glass-ceramic material after repeated heat-pressing. One commercially available heat-pressed glass-ceramic system IPS Empress Esthetic was selected. Disc samples (12 mm x 0.9 mm) of each tested material were heat-pressed and used as control (TP1). Sprue and button parts of the pressed groups were retrieved and used for repeated heat-pressing to construct specimens of re-pressed groups (TP2 and TP3). All the heat-pressed casting procedures were performed according to the manufacturers' instructions. The Vickers hardness number (VHN) was measured with HMV 2 microhardness tester (Shimadzu), with a load of 0.5 Kgf applied for 10 seconds. Five measurements were made for each specimen (n=5). A biaxial flexural strength (BFS) test (ISO 6872) was performed to determine the strength of pressed and re-pressed glass-ceramic disc specimens (n = 10) at a crosshead speed of 0.5 mm/min. Light irradiance and spectrum characteristics transmitted through ceramic were measured using a power meter and a light spectrometer. Surface characteristics were examined with secondary electron imaging (SEI) in SEM. Post-processing image analysis were made in ImageJ (NIH, London, UK) software to access leucite crystalline density and plot surface characteristics in 3D images. The data were analysed statistically (ANOVA + Tukey's HSD post hoc test, $P < 0.05$). The VHN values obtained was TP1: 589.1 ± 18.1 ; TP2: 551.8 ± 13.9 ; TP3: 552 ± 22.2 . The re-pressed groups (TP2, TP3) had a statistically significant lower VHN mean than the pressed control group (TP1). The BFS (MPa) values obtained was TP1: 219.70 ± 17.92 ; TP2: 180.66 ± 38.73 ; TP3: 171.85 ± 32.56 . The pressed group (TP1) group had a statistically significant higher BFS mean than the re-pressed groups (TP2 and TP3). The SEM micrographs of the leucite-reinforced glass-ceramic material showed an increase in size and concentration of leucite crystals after repeated heat-pressing, post-processing imaging analysis showed inhomogeneity of leucite crystals distribution and increase in crystal density after repeated heat-pressing. A decrease in irradiance was detected with increasing ceramic thickness, and alteration in the emission profile was observed after repeated heat-pressing. Repeated heat-pressing treatment produced a statistically significant

decrease in the mechanical properties and suggests alterations in optical properties in the evaluated IPS Empress Esthetic glass-ceramic material. Microstructural alterations was also detected.

Key-Words: Dental Ceramics, Leucite, Sintering, Flexural Strength.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	01
2 REVISÃO DA LITERATURA	04
3 PROPOSIÇÃO	31
4 MATERIAIS E MÉTODO	32
5 RESULTADOS	40
6 DISCUSSÃO	53
7 CONCLUSÃO	60
APÊNDICE – <i>Achados suplementares</i>	66

1 INTRODUÇÃO

Cerâmicas têm sido utilizadas na Odontologia desde 1774. Atualmente são utilizadas como material restaurador em diversos procedimentos odontológicos, incluindo restaurações de cerâmica pura, coroas metalo-cerâmicas, próteses parciais e totais removíveis, retentores intra-radiculares estéticos, sendo ainda utilizadas na confecção de *brackets* estéticos para correção ortodôntica (Anusavice, 2005). Essa gama de possibilidades para utilização dos materiais cerâmicos na Odontologia deve-se principalmente às suas características intrínsecas de biocompatibilidade, durabilidade, e estética capaz de mimetizar as estruturas dentais (Albakry *et al.*, 2003). Tais características tem propiciado crescente aceitação entre profissionais e pacientes, em relação a reabilitações em cerâmica pura (Conrad *et al.*, 2007).

Dentre os sistemas cerâmicos disponíveis na Odontologia encontra-se o IPS Empress, uma cerâmica vítrea reforçada por leucita, fabricada por processo de termo-prensagem (ou termo-injeção), sendo comercializada na forma de pastilhas pré-sinterizadas. O processo de confecção consiste no aquecimento e injeção sob pressão para o interior de um molde refratário, tendo como resultado restaurações formadas por corpo cerâmico denso, com reduzida incorporação de espaços vazios que podem enfraquecer o material (Holand *et al.*, 2000). Esses benefícios do processamento por termo-prensagem somados a precisão oclusal, adaptação marginal satisfatória e alta translucidez, fizeram do sistema IPS Empress referência como material restaurador cerâmico. Em 2004, buscando melhorar ainda mais o sistema, o fabricante introduziu no mercado a cerâmica IPS Empress Esthetic. A cerâmica sucessora da IPS Empress apresenta grãos menores de leucita, mais compactados e distribuídos de maneira homogênea pela fase vítrea, sendo essas modificações microestruturais responsáveis por acréscimo de até 10% nos valores de resistência à flexão (Ivoclar-Vivadent, 2004).

O procedimento de confecção das restaurações de cerâmica pura pelo método de prensagem sob calor, utiliza molde refratário obtido por meio da técnica da cera perdida. Esse método obrigatoriamente utiliza mais material cerâmico que o necessário, restando sempre algum material excedente preenchendo os espaços anteriormente ocupados pelo

sprue e pelo reservatório do canal de alimentação (Ivoclar-Vivadent, 2006). Considerando o elevado custo das pastilhas pré-sinterizadas, torna-se interessante, do ponto de vista econômico, o reaproveitamento das “sobras” do processo de termo-prensagem. Dessa forma, laboratórios de prótese e profissionais que utilizam o sistema IPS Empress têm em geral adotado como procedimento de rotina a reutilização dos excedentes cerâmicos, para confecção de novas pastilhas e/ou realização de novas prensagens, submetendo o material cerâmico a número de queimas maior do que o recomendado inicialmente pelo fabricante.

Em contrapartida, existem relatos na literatura mostrando que o aumento no número de queimas pode provocar aumento do conteúdo e/ou volume de leucita, em algumas cerâmicas (Anusavice, 2005). Leucita é um mineral alumino-silicato ($K_2O.AL_2O_3.SiO_2$) com alto coeficiente de expansão térmica e susceptível a transformação polimórfica acompanhada de alteração volumétrica (Mackert *et al.*, 1986). Por ser usada como cristal de reforço nas cerâmicas, o aumento na concentração de leucita poderia inicialmente levar à conclusão de que a cerâmica teria aumento na resistência mecânica (Cesar *et al.*, 2008). No entanto, Kon *et al.*, em 1994, relataram que cerâmicas com alto conteúdo de leucita (entre 30 e 50%) apresentaram significativa redução na resistência quando comparadas a cerâmicas com menor conteúdo de leucita (de 0 a 20%). Em concordância, Lee *et al.*, em 1997 mostraram que cerâmicas contendo 40% de leucita apresentaram resistência mecânica significativamente menor que cerâmicas contendo 20% de leucita. Assim, pode ser considerado que a leucita exerce efeito de reforço dentro de certa concentração (Cesar *et al.*, 2008).

A diferença dos coeficientes de expansão térmica (CET) entre a leucita (22 a $25 \times 10^{-6}/^{\circ}C$) e a matriz vítrea ($8 \times 10^{-6}/^{\circ}C$), pode gerar tensões residuais durante o esfriamento do material, resultando no surgimento de micro-trincas que agiriam como sítios iniciadores de falhas coesivas, fato esse que explicaria o decréscimo na resistência do material (Mackert & Williams, 1996). Dessa forma, quanto maior a quantidade de leucita, maior a probabilidade de ocorrência de interface com a matriz vítrea propensa ao início de falha. Por outro lado, a discrepância entre os CET associada ao aumento volumétrico da leucita na passagem da fase cúbica para tetragonal (Rasmussen *et al.*, 1998, Denry *et al.*, 2001) poderia resultar em tensões residuais compressivas que contribuiriam para reforçar a

cerâmica, por meio de mecanismos de deflexão de trincas, promovendo menor potencial de propagação dessas trincas (Lee *et al.*, 1997). Outro aspecto relevante que deve ser abordado a respeito de múltiplos ciclos de queima/aquecimento de cerâmicas contendo $K_2O.AL_2O_3.SiO_2$ é a formação de outra fase cristalina diferente da leucita. De acordo com o diagrama de fases para o sistema $K_2O.AL_2O_3.SiO_2$, a sanidina ($Na, KAlSi_3O_8$) é uma das fases que poderia se cristalizar após múltiplas queimas nas cerâmicas dentais reforçadas por leucita (Mackert *et al.*, 1986, Barreiro *et al.*, 1989). Denry *et al.*, 2001, relataram que a presença de sanidina estaria associada a ocorrência de extensivas micro-trincas, sendo isso atribuído à discrepância no CET entre sanidina e matriz vítrea, além de aumento na refletividade óptica.

Sendo assim, além da possível alteração no comportamento mecânico das cerâmicas reforçadas por leucita, queimas adicionais poderiam promover alterações nas propriedades estéticas do material, seja pelo aumento da reflexão (Denry *et al.*, 2001), ou pela variação no coeficiente de transmissão óptico decorrente do aumento da concentração de leucita, visto que a fase cristalina apresenta índice de refração e difração luminoso distintos da fase vítrea (Kontonasaki *et al.*, 2008). Além disso, essas possíveis alterações podem interferir na transmissão luminosa e alterar as características de fontes de luz utilizadas na fotoativação de polímeros utilizados para cimentação de peças protéticas confeccionadas em cerâmica pura, fato que poderia interferir na polimerização desses compósitos. Considerando esse contexto, as hipóteses testadas neste estudo foram: (1) sucessivas termo-prensagens promoveriam aumento da concentração de leucita e alterações negativas nas propriedades mecânicas avaliadas, e (2) sucessivas termo-prensagens promoveriam alteração nas propriedades ópticas de luz transmitida através da cerâmica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Na Odontologia, a utilização da porcelana foi sugerida por Fauchard (1728) em restaurações dentais, mas foi Aléxis Duchateau (1774) o primeiro a utilizar esse material em bases de próteses totais. Entretanto, como não conseguiu adaptação adequada das próteses, devido à alta contração da cerâmica durante a sinterização, a porcelana passou a ser utilizada principalmente na reconstrução e reposição de elementos perdidos, com potencial de mimetizar a cor e a translucidez dentária (citado por Kelly *et al.*, 1996).

Em 1932, Gill afirmou que a densidade, translucidez e a resistência das coroas de cerâmica dependem da técnica de condensação, definida como o método pela qual as partículas são aproximadas, sendo realizada pela remoção da água que é utilizada para unir as partículas em uma massa que permite modelagem. Analisando a densidade obtida por diferentes métodos de condensação, o autor relatou que quanto mais próximas as partículas da cerâmica estiverem uma das outras, mais completa será a reação química durante a sinterização. Embora a vibração da cerâmica no interior de matriz tenha obtido melhores resultados, houve questionamento de como esse método poderia ser utilizado na prática laboratorial (citado por Kelly *et al.*, 1996).

Um avanço aconteceu com as formulações desenvolvidas por Elias Wildman (1838) e a sinterização sob vácuo pela Dentist's Supply Company of New York (1949) que resultaram em dentes artificiais cerâmicos mais densos e mais translúcidos (citado por Kelly *et al.*, 1996).

A utilização da leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2$) por Brecker em 1956 proporcionou um aumento no coeficiente de expansão térmica da cerâmica, permitindo adesão às estruturas metálicas através da camada de oxidação. O composto químico que define a quantidade de leucita na cerâmica e o tipo de tratamento térmico é o K_2O . A cristalização da leucita é difícil de ser controlada, assim, deve-se evitar tratamentos térmicos repetidos que podem resultar na desvitrificação e aumento na opacidade (citado por McLean, 1995).

Mclean & Hughes, em 1965, relataram que as fraturas das cerâmicas odontológicas ocorrem devido à existência de descontinuidades na superfície e no corpo do material, muitas vezes em locais onde ocorre concentração de tensões de tração, fazendo com que a resistência medida seja sempre menor do que a coesão molecular ou a resistência teórica do material cerâmico. Com objetivo de aumentar a resistência da cerâmica, os autores mensuraram os efeitos do acréscimo da alumina na matriz vítrea sobre as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica. Diferentes concentrações de alumina foram utilizadas, sendo obtidos resultados mais satisfatórios com as amostras em que foi empregado um conteúdo de 40% em peso de alumina. Concluíram que o uso dos cristais de alumina como fase de reforço na matriz vítrea forneceu aumento significativo nas propriedades mecânicas da cerâmica, aumentando a resistência à fratura aproximadamente em duas vezes quando comparada a cerâmica convencional.

Southan & Jorgensen, em 1974, determinaram a fadiga estática de cerâmicas em meio aquoso e estabeleceram o limite de resistência baseado em seus achados. Trezentos discos com 2 mm de espessura por 10 mm de diâmetro foram confeccionados com cerâmica feldspática. Os corpos-de-prova foram submetidos à carga estática (17,5 Kgf) por uma semana. Nitrato de potássio foi aplicado na superfície da cerâmica para verificar se a mesma provocaria algum aumento de resistência. O referido tratamento químico na superfície da cerâmica promoveu um aumento na resistência imediata em torno de 60%. Cem por cento dos corpos-de-prova submetidos a uma carga de 17,75 kgf falharam em uma semana. A carga de 12,5 kgf aplicada por uma semana sobre corpos-de-prova foi limite de resistência a fadiga estática para o material. Os autores então concluem que a capacidade da cerâmica dental em suportar carga estática em água diminuiu com o aumento da aplicação da carga e que a fadiga estática sobre a cerâmica dental na presença de umidade, num determinado tempo, pode ser prejudicial para o material.

Lawn & Marshall, em 1979 afirmaram que a dureza é o parâmetro de deformação mais acessível na classificação dos materiais resistentes, podendo ser utilizado na mensuração da friabilidade dos materiais, pela razão com a tenacidade à fratura, que é a propriedade relacionada a habilidade de um material iniciar e propagar uma trinca.

Brodbelt, em 1980 comparou a translucência de cinco cerâmicas odontológicas. A transmitância direta e a transmitância total foi mensurada em comprimentos de onda no intervalo de 400 a 700 nm. Cerâmicas odontológicas com 1 mm de espessura diminuíram a transmitância em 26,8%. O espectro da luz transmitida também sofreu alterações significativas, e os autores concluem então que a dissipação da energia luminosa, seja por absorção, reflexão e refração é significativa com a interposição de material cerâmico.

Jones, em 1985, fez um relato do desenvolvimento das cerâmicas dentais. Algumas das mais importantes datas cronológicas do desenvolvimento das cerâmicas dentais foram mencionadas no trabalho, como o desenvolvimento de dentes artificiais de cerâmicas, coroas metalocerâmicas confeccionadas com ligas de ouro e folha de platina. A cerâmica dental começou a ser utilizada de uma forma mais freqüente entre os anos 50 e 60, devido ao desenvolvimento do preparo do dente usando instrumentos de alta rotação, combinado com a introdução de novos materiais de moldagem. Isso proporcionou um aumento no uso da cerâmica dental como material restaurador. O autor relatou que o desenvolvimento das cerâmicas continuaria nos anos oitenta com a introdução de novas cerâmicas de baixa fusão e de vidro. (citado por McLean, 1991)

Quase todas as cerâmicas dentais para serem fundidas a metal utilizam-se da fase cristalina leucita para alcançar valores de expansão térmica compatível. Sucessivas queimas e certos tratamentos térmicos são conhecidos como alterar o comportamento de expansão térmica das cerâmicas, e essas alterações podem induzir trincas, lascas, dentre outras falhas. Levando esses fatores em consideração, Mackert Jr. *et al.*, realizaram um estudo em 1986, objetivando investigar o papel da leucita, particularmente o da transformação de fase (martensítica) da leucita na expansão térmica de uma cerâmica experimental baseada na patente N°1 de Weinstein. Assim, a expansão térmica dessa cerâmica foi modulada com base no conteúdo de leucita e mensurada por difração de raios X, e a expansão da matriz vítrea calculada a partir de sua composição. Íntima relação foi encontrada entre a expansão calculada e a mensurada experimentalmente. E os autores

concluem explicando que a não-linearidade da curva de alpha é explicada pela alteração descontínua de volume durante a transformação da leucita.

Morena *et al.*, em 1986, realizaram um estudo sobre a fadiga de cerâmicas em ambiente bucal simulado. Segundo os autores, o processo de degradação das cerâmicas em meio aquoso é denominado fadiga e, acredita-se ser causado pelo processo de corrosão envolvendo o crescimento estável de pequenas falhas pré-existentes. Devido ao fato das restaurações em cerâmica estarem em contato constante com água presente na saliva, túbulos dentinários e agentes cimentantes, o expoente de crescimento de fratura η foi estudado para diferentes tipos de cerâmica-feldspática (Ceramco Gengival), alumínica (Vitadur N) e porcelana policristalina de grãos finos (Cerestone) em meio aquoso, através do teste de flexão biaxial. A cerâmica feldspática foi analisada em água e em saliva artificial; entretanto, as demais foram analisadas apenas em água. O material que apresenta o maior valor de η , apresenta maior probabilidade de sobreviver ao longo do tempo. Os resultados mostraram que as diferenças para o valor de η entre as cerâmicas foi significativa. O teste de Tukey não mostrou houve diferença entre os valores de η para a cerâmica feldspática analisada em água daquela analisada em saliva artificial. Os autores concluíram que o baixo valor de η encontrado para as cerâmicas feldspáticas indica que o material é afetado de forma adversa quando exposto à água, sendo o valor de η da cerâmica feldspática comparável aos vidros de silicato, conhecidos como os vidros mais susceptíveis à fadiga dentre todas as cerâmicas. O que demonstra que as propriedades mecânicas da cerâmica feldspática são controladas pela matriz vítrea e não pela(s) fase(s) cristalina. A cerâmica alumínica, devido ao seu conteúdo vítreo comparável ao da cerâmica feldspática (30-40% em vol.), apresentou um valor do expoente de fratura(η) maior que o do vidro de silicato. Por outro lado a porcelana de grãos finos apresentou-se estável em meio aquoso. A determinação das curvas de predição de vida útil demonstrou que em um período de 5 anos podem existir tensões suficientes no meio oral capaz de acarretar falha de próteses fixas em cerâmica.

Barreiro *et al.*, 1989 identificaram as fases cristalinas presentes em oito cerâmicas comerciais por meio de análise de difração de raios X, espectroscopia por

emissão, espectroscopia por reflectância óptica e MEV. Foram encontradas, além das já esperadas leucita tetragonal e vidro, uma segunda fase cristalina que não foi possível de ser identificada como sanidina, orthoclase ou microclima (todas presentes no diagrama de fases do sistema potássio-feldspato - $K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$).

Li *et al.*, em 1989, estimaram a tenacidade a fratura do carbetto de silício densamente sinterizado pelo método de endentação Vickers (regime de trinca Palmqvist). Em resumo, esse trabalho mostrou que a utilização dos ensaios de dureza em materiais cerâmicos friáveis, seja para associação com ensaios mais elaborados para se obter tenacidade a fratura, ou análise pura dos valores de dureza é altamente dependente da microestrutura do material e da carga aplicada, sendo um teste de complexa interpretação.

Em 1990, Blackman *et al.*, avaliaram o grau de conversão de dois cimentos resinosos após serem fotoativados através de materiais cerâmicos. Cinco espessuras foram avaliadas e tempos de exposição variando de 30 a 120 segundos. Os autores concluíram que os cimentos resinosos conseguem adequado grau de conversão quando fotoativados através de espessuras finas (até 2 mm) e quando fotoativados através de cerâmicas vítreas. Entretanto, nenhum cimento resinoso atingiu valores de conversão próximos aos do grupo controle (sem interposição de cerâmica).

Em contraste com as técnicas convencionais de sinterização e fundição, Wohlwend & Scharer, em 1990 introduziram um sistema cerâmico (IPS Empress) reforçado por leucita com agentes especiais para controle de nucleação, no qual a cerâmica sinterizada era pressionada por um pistão de alumina para dentro de um molde de revestimento obtido pela técnica de cera perdida. Esse sistema apesar de apresentar metade da resistência das bases alumínicas, não apresentava comprometimento na translucidez. (McLean, 1995)

Drummond *et al.*, em 1991, estudaram o efeito do envelhecimento fisiológico da cerâmica (Cereston - J&J) em ar e água no módulo de ruptura e susceptibilidade à tensão de corrosão. A diferença existente entre os valores teóricos de resistência das cerâmicas calculados a partir das forças atômicas de união (7000 - 70.000 MPa) e os

valores de resistência observados (7 - 700 MPa), deve-se à presença de descontinuidades no interior ou superfície do material. Para avaliar o envelhecimento fisiológico, barras de cerâmica de magnésio-alumina (Cereston) com 2,5 x 2,5 x 30 mm foram confeccionadas de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, foram armazenadas em água destilada ou ar a 37°C. A resistência à fratura foi avaliada em seu respectivo meio de armazenagem após períodos de 0, 6, e 12 meses por meio do teste de flexão de 4 pontos. Os resultados submetidos à análise estatística revelaram que houve diferença significativa entre as amostras armazenadas em água ($96,94 \pm 15,04$ MPa) e ar ($108,50 \pm 16,11$ MPa) não havendo diferença entre os diferentes períodos de armazenagem. Os autores concluíram que armazenagem em água resultou em efeito deletério significativo sobre a resistência à fratura devido à incompleta união entre as partículas de matriz da cerâmica spinel, que gerou espaços vazios por onde a água penetra e catalise reações por hidrólise que levam a decréscimo na resistência do corpo do material cerâmico.

McLean, em 1991, fez um relato sobre a ciência e a arte das cerâmicas dentais. As cerâmicas consistem em um grupo de materiais que apresentam resistência à corrosão, abrasão e ácidos fortes, propriedades já observadas no século 18. Entretanto, esses materiais ainda têm suas limitações, como precisão, baixas resistências à fratura por tração, dificuldade em se obter uma superfície livre de porosidade e fendas, podendo falhar em função das limitações de suas propriedades e dos esforços complexos a que são submetidas no meio oral. Além disso, as cerâmicas são mais duras do que o esmalte dental e podem causar um desgaste excessivo durante a mastigação, e também, elas são frágeis quando comparadas as ligas de ouro. A alta resistência à fratura do metal não é dependente da superfície como é a cerâmica. Diversas pesquisas foram realizadas verificando a integridade da superfície e mostraram que a resistência e a longevidade das restaurações eram dependentes da superfície da cerâmica. Uma cerâmica com alta resistência, porém com defeitos na superfície, podia ter seu desempenho diminuído em relação às cerâmicas livres de defeitos.

Anusavice, em 1992, publicou revisão sobre o desenvolvimento das cerâmicas, desde a introdução das coroas de jaqueta no início do século (1903) até os sistemas CAD-

CAM utilizados atualmente na confecção de inlays e onlays. Relatou que as coroas metalocerâmicas foram inicialmente desenvolvidas em 1962, por Weinstein, utilizando ouro. Em 1965, foi introduzida a cerâmica alumínica. No início dos anos setenta surgiram as cerâmicas de vidro, porém, as mesmas não apresentavam resistência satisfatória. Outro tipo de cerâmica foi lançada (Feldspática) apresentando uma resistência moderada. Em seguida um sistema de coroa alumínica infiltrada com vidro foi proposta apresentando alta resistência a flexão. Os sistemas atuais compreendem os dispositivos para a confecção de cerâmicas inlay e onlay (CAD-CAM). Segundo o autor, o sucesso das cerâmicas e restaurações metalocerâmicas dependia do tipo de material e da técnica de confecção. Desde que a primeira jaqueta de cerâmica foi introduzida em 1903, muitos materiais novos têm sido lançados com o objetivo de melhorar a estética e aumentar a resistência. Além disso, relatou que as cerâmicas são utilizadas rotineiramente para restaurar dentes cariados ou fraturados devido a sua excelente estética. A degradação das cerâmicas no ambiente oral geralmente ocorre pela ação de forças mecânicas e químicas ou, combinação de ambas. Relata que a durabilidade é a principal propriedade requerida para as cerâmicas de uso bucal, sendo durabilidade a resistência dos vidros ao ataque da água ou soluções aquosas. O primeiro estágio da corrosão do vidro é por troca de íons, ou seja, troca dos íons alcalinos do vidro pelos íons de hidrogênio da água. Este mecanismo é controlado pela difusão dos íons hidrogênio. Ainda pode haver uma difusão de moléculas de água que reagem com oxigênios que não estejam formando ponte, gerando assim, íons de hidroxila que por difusão são removidas da cerâmica juntamente com os íons alcalinos mantendo a neutralidade elétrica da cerâmica. Além disso, a corrosão de uma cerâmica ocorre mais facilmente na sua fase vítrea do que na sua fase cristalina. Ainda, segundo o autor, a diminuição da durabilidade das cerâmicas pela presença de íons alcalinos pode ser compensada pela adição de modificadores bivalentes de rede como Cálcio, magnésio, estrôncio, zinco e bário. A zircônia e a alumina também são acrescentadas, pois são consideradas agentes efetivos na redução da degradação química dos vidros. O autor ainda comentou que existe uma grande preocupação com a degradação das cerâmicas que contem lítio. O lítio é utilizado no tratamento de maníacos depressivos onde doses baixas de 1.0 mmol/L são utilizadas como tratamento. Segundo o autor nos estágios iniciais de corrosão

de uma cerâmica de vidro de $\text{Li}_2\text{O}-2\text{SiO}_2$ em um ambiente aquoso neutro o lítio pode ser lixiviado seletivamente de uma matriz vítrea pela ação de íons hidrogênio ou moléculas de água.

Dong *et al.*, em 1992, descreveram uma técnica inovadora de confecção de restaurações cerâmicas, o sistema IPS Empress. Esta técnica começou a ser desenvolvida em 1983 na Universidade de Zurich (Suíça), sendo a cerâmica composta por base feldspática e cristais de leucita. Então, realizaram um estudo para determinar se o tratamento de queima afetava a resistência flexural da cerâmica IPS-Empress (Ivoclar-Vivadent). Foram confeccionadas coroas totais (anteriores e posteriores) e inlays. Após a confecção, os corpos-de-prova foram divididos em cinco grupos e comparados com o lingote da cerâmica enviado pelo fabricante, da seguinte forma: grupo 1 - lingote puro; 2 - lingote com pressão e queima; 3 - lingote com pressão e queima “veneer”; 4 - pressão normal de queima; 5 - simulando uma queima “veneer”; 6 - queima glaze e “veneer”; 7 - queima cor e glaze; 8 - simulando queima “veneer”, cor e glaze. Em seguida, foram submetidos ao teste de resistência flexural. O teste de três pontos foi executado numa máquina de ensaio universal RM 50 (Schenck - trebel, Germany) a uma velocidade de 0,5 mm/min., obtendo os seguintes resultados: grupo 1 - 74 MPa; 2 - 91 MPa; 3 - 82 MPa; 4 - 126 MPa; 5 - 182 MPa; 6 - 175 MPa; 7 - 159 MPa; 8 - 171 MPa. Os autores emitiram as seguintes conclusões: a pressão de aquecimento sobre o lingote recebido do fabricante melhorou a resistência do material de 74 para 126 MPa; os tratamentos nas superfícies dos corpos-de-prova simulando queima (“veneer”, cor e glaze) aumentaram a resistência de 160 para 182 MPa; e o aquecimento na ausência de pressão não teve nenhum efeito sobre a resistência da cerâmica.

Hondrum, em 1992, fez uma revisão da literatura sobre a resistência das cerâmicas odontológicas e os mecanismos responsáveis pelo aumento das propriedades relacionadas ao comportamento mecânico. Eles relatam que as pesquisas têm enfatizado o desenvolvimento de cerâmicas com maior resistência, sendo que o principal dilema tem sido o aumento da resistência sem o prejuízo estético. Um dos principais mecanismos para o aumento da resistência das cerâmicas odontológicas tem sido a dispersão cristalina na

matriz vítrea. Durante a sinterização, o vidro fundido escoar ao redor dos cristais, formando uma união iônica entre a matriz vítrea e os cristais. Devido à alta rigidez dos cristais, estes têm a capacidade de bloquear a propagação das fendas quando a cerâmica é submetida a uma carga de tração, sendo que quanto maior a quantidade da fase cristalina, maior a resistência do material. Caso o coeficiente de expansão térmica da fase cristalina for ligeiramente maior do que o da matriz vítrea, o vidro será colocado tensão compressiva durante o resfriamento, resultando em aumento da resistência da cerâmica. Porém, a umidade presente na cavidade oral enfraquece a união entre sílica-oxigênio em cerca de 20 a 30%. Exemplos de materiais que usam essa técnica são HiCeram e InCeram com 50 e 90% em volume de alumina respectivamente. O autor menciona ainda alguns meios de se aumentar a resistência das cerâmicas. Além da troca iônica, têmpera térmica, dispersão de dióxido de zircônia e leucita. Os autores ainda comentam a respeito dos cimentos resinosos, que ajudam a transferir as tensões incidentes na restauração para a estrutura dentária, aumentando assim a resistência do sistema sem necessariamente aumentar a resistência do próprio material.

Probster, em 1992, avaliou resistência à compressão das cerâmicas In Ceram, IPS-Empress Paint-on e Empress Layering Technique. As coroas metalocerâmicas de níquel-cromo (Wiron 88, Germany) e Vita VMK 68 (Vita) foram usadas como grupo controle. Após a confecção, os corpos-de-prova foram fixados sobre o troquel metálico de cobalto-cromo usando cimento de fosfato de zinco (Harvard Cement, Germany). Trinta minutos após a cimentação, as coroas de cerâmica foram submetidas ao ensaio de resistência à compressão numa máquina de ensaio de universal Instron (Modelo 1554, Germany) equipada com uma ponta esférica de aço com 5 mm de diâmetro posicionada no centro do corpo-de-prova, a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. O autor concluiu que: a resistência média de fratura da cerâmica In Ceram foi de 964 N; a Empress com a técnica paint-on apresentou uma resistência média de 814 N e a IPS Empress Venner 750 N; as metalocerâmicas tiveram uma fratura média de 1494 N; e as coroas totais de ambos os sistemas apresentaram suficientes valores de resistência para serem usadas clinicamente. A força máxima de mordida entre os dentes antagonistas pode variar entre 245 a 540 N.

White, em 1993, ressaltou o fato de que as cerâmicas sofrem fadiga estática-química na presença de umidade em temperatura ambiente, entretanto pouco é sabido do comportamento das cerâmicas sob fadiga mecânica. Recentemente, demonstrou-se a existência de fadiga cíclica induzida mecanicamente na cerâmica feldspática, sob condições ambiente. A taxa de crescimento (dc/dN) foi consistente com o Paris Law, o qual era baixo em função da taxa de tensão aplicada intensivamente (σ_K) controlando o fenômeno de fadiga mecânica. Um expoente Paris (m) de ordem 4, e constante C de ordem 2×10^{-6} foi calculado. Segundo o autor, a susceptibilidade da cerâmica dental para fadiga mecânica e a possibilidade de interação entre a fadiga estática química e mecânica deviam ser estudadas.

Normalmente atribui-se um aumento na dureza à presença de cristais de leucita na composição das cerâmicas. A diferença de coeficiente de expansão térmica entre esses cristais e a matriz vítrea também pode comprometer as propriedades mecânicas dos materiais. O aumento da expansão térmica dos cristais de leucita a 400°C se deve pela gradual transformação da estrutura cristalina tetragonal em uma forma cúbica com maiores dimensões. Essa fase se torna predominante à 600°C . Entretanto, de acordo com a quantidade de leucita e o tipo de matriz presente após a sinterização, durante o esfriamento, a diferença de contração térmica entre os cristais de leucita (22 a $25 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) e a matriz vítrea ($8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) causa tensões residuais internas que podem gerar microtrincas. Dessa forma, Kon *et al.*, em 1994 realizaram um estudo para avaliar a influência de diferentes quantidades de leucita nas propriedades mecânicas de cerâmicas produzidas com 3 tipos de matriz de vidro (vidro boro-silicato, vidro de soda cal e vidro de feldspato). Em relação à dureza Vickers, os autores relataram que as diversas matrizes vítreas utilizadas possuíam valor médio de 450 HV. Entretanto, com o aumento da dispersão da leucita, os valores de dureza tenderam a diminuir, podendo indicar que os cristais de leucita presentes possuíam menor dureza Vickers que as matrizes utilizadas.

Uctasli *et al.*, em 1994, avaliaram a dureza de dois cimentos resinosos duais (um microparticulado e outro híbrido) e um fotoativado (híbrido) após serem fotoativados através de materiais cerâmicos com diferentes espessuras e opacidades. Os resultados mostraram que o aumento na opacidade e na espessura dos discos cerâmicos provocou

decréscimo significativo na dureza do material para cimentação. O efeito de atenuação mostrou-se maior nos cimentos microparticulados quando comparados aos híbridos, e os fotoativados obtiveram maiores valores de dureza que os de presa dual.

Segundo Van Noort, em 1994, a condutibilidade térmica e o coeficiente de expansão térmica das cerâmicas eram muito similares aos da estrutura dentária, com isso, ocorria o favorecimento do prognóstico clínico das restaurações. A condutibilidade térmica em cal/cm/seg/°K da sílica era de aproximadamente 0,003, enquanto que da dentina e do esmalte de 0,0015 e 0,0022. A prata apresentava 0,98 e a água 0,0014. Com relação ao coeficiente de expansão térmica (CET), a cerâmica apresentava um valor em ppm/°C ou 10-6 /°C e a cerâmica à base de Mg 14,5, enquanto o esmalte apresenta um valor de 12 e a dentina 14. As restaurações de ionômero de vidro 8, resina composta 20-55, selante oclusal 80 e amálgama de prata aproximadamente ± 25 . Apesar da alta resistência à compressão (350-550 MPa), as cerâmicas apresentavam baixa resistência às tensões de tração (21-40 MPa) e eram desprovidas de qualquer resistência à fratura, nesse regime de tensão.

Segundo Göpferich, em 1996, a degradação de qualquer estrutura ou material ocorre devido o desarranjo químico e físico, proporcionado pela separação parcial ou completa de átomos ou moléculas que constituem esta estrutura, acarretando alteração significativa nas propriedades, e quando em função, fracasso catastrófico.

Mackert & Williams, em 1996, publicaram estudo objetivando determinar se a exposição a longo prazo da porcelana dental a saliva poderia aumentar a cristalização de leucita quando eventualmente fosse necessário um novo ciclo de queima. A cristalização de leucita catalisada pela presença de água em porcelanas odontológicas poderia acarretar problemas de incompatibilidade térmica com a infra-estrutura metálica. Seis porcelanas de uso comercial de corpo e a formulação original da patente nº1 de Weinstein (contendo leucita) foram analisadas. Para cada porcelana, 30 espécimes foram aleatoriamente designados para cada grupo experimental. Dez amostras foram colocadas em artificial saliva, 10 em água destilada, e 10 em um dessecador por seis meses. Ao final dos seis meses, um adicional de 10 espécimes de cada porcelana foram preparadas para servir como

controle. Todos os 40 espécimes de cada porcelana foram randomizados e submetidos a uma queima adicional. Fração de peso da Leucita foi determinada pela análise quantitativa de difração de raios-X do pó cerâmico. As comparações entre os tratamentos o grupo imerso em saliva apresentou fração em massa leucita significativamente maior que dos outros grupos. Mudança no coeficiente de expansão térmica foi encontrada com o aumento da concentração de leucita. Os resultados do estudo constituíram a primeira demonstração de que a umidade absorvida por uma porcelana poderia agir como um modificador de vidro e melhorar a cristalização do vidro durante a queima posteriores. As modificações detectadas foram suficientemente grandes para gerar mudanças de expansão térmica excedem o limite de segurança que rege a compatibilidades entre porcelana e metal.

Zeng *et al.*, em 1996, avaliaram a resistência flexural usando o teste de três pontos, anel-anel, das cerâmicas In Ceram, IPS Empress e Procera All Ceram (alta quantidade de alumina). Vinte corpos-de-prova com 16,32 mm de diâmetro por 2,1 mm de espessura foram confeccionados para a cerâmica Procera All Ceram para os testes de flexão de 3 pontos e para o teste flexural biaxial anel-anel. Dez corpos-de-prova com 15,63 mm de diâmetro por 2 mm de espessura e dez com 1,97 mm de espessura foram confeccionados com a In Ceram; dez com 16,18 mm de diâmetro por 2 mm de espessura e dez com 1,6 mm de espessura foram confeccionados para a IPS Empress. Após a confecção, todos os corpos-de-prova foram submetidos ao acabamento com lixas d'água e polidas na politriz com pasta de diamante de 2 μ m. Os testes foram efetuados em uma máquina de ensaio universal (Instron) à temperatura ambiente com umidade relativa de 40%. O teste de 3 pontos foi efetuado com uma carga de 0,5 N/Seg. como recomendado pela ISO (6872, 1984). O teste flexural biaxial com anel-anel foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min. de acordo com a ISO (ISO/DIS 6872, 1984). Os valores da fratura foram calculados em MPa. Os resultados obtidos para o teste de anel-anel disco foram de 699,4 MPa para Procera All Ceram; 450 Mpa para In Ceram e 184,8 MPa para IPS Empress. Para o teste de 3 pontos Procera All Ceram 639,5 Mpa; In Ceram 439,2 e IPS Empress 104 MPa. De acordo com os resultados, ficou evidente que, sob as mesmas condições de testes, a cerâmica Procera All Ceram foi mais resistente do que IPS Empress e In Ceram. Segundo

os autores, corpos-de-prova com alta quantidade de alumina sinterizada promoviam maior resistência. Corpos com alta resistência ofereciam muitas vantagens, incluindo a reduzida probabilidade de fracassos por sobrecarga, bem como reduzida probabilidade de danos nas coroas durante a cimentação.

DeHoff *et al.*, em 1996, relatam que alguns vidros e cerâmicas podem ser reforçados por um processo que é conhecido como “têmpera”, onde o tratamento térmico induz tensões residuais compressivas no corpo e superfície da cerâmica que podem aumentar a resistência a fratura que pode ocorrer quando falhas se propagam sob ação de tensões de tração. Dessa forma publicaram um estudo onde desenvolveram um modelo analítico para calcular tensões transitórias e residuais (têmpera), em discos de porcelana dental submetidos ao resfriamento em taxas comumente utilizadas pelos laboratórios comerciais. O modelo incorpora viscoelasticidade linear e efeitos do relaxamento estrutural. As viscosidades de três porcelanas de corpo experimentais e três porcelanas opacas foram calculadas função da temperatura a partir de taxa de fluência medida em um viscosímetro. Os dados de expansão térmica medidos em um dilatômetro diferencial foram fornecidos pelo fabricante. Distribuição de temperatura nos discos em função do coeficiente de expansão térmica, temperatura inicial, e espessura foram obtidos por meio de cálculos numéricos. Os cálculos de tensão transitória e residual foram obtidos para duas espessuras de disco, e por três taxas variáveis de esfriamento. Calculado a superfície de tensões residuais foram fortemente dependentes da espessura do disco, taxa de esfriamento e temperatura inicial. No estudo, a tensão de compressão residual máxima na superfície foi de 26,4 MPa.

Lee *et al.*, em 1997, investigaram as propriedades térmicas desejáveis para aumento da resistência da porcelana feldspática contendo cristais de leucita. Cinco vidros feldspáticos, com diferentes concentrações de Na_2O , foram utilizados como matriz vítrea de cerâmicas contendo cristais de leucita. Adições de leucita foram feitas com cristais de leucita de alta pureza em concentrações de 0, 20 e 40%, e na sequência foram sinterizadas. Como metodologia, avaliações foram feitas sobre as propriedades térmicas do vidro e temperatura de transformação de fase da leucita. Para avaliar propriedades mecânicas foi

realizado ensaio de resistência a flexão por três pontos. A temperatura de transição vítrea e a temperatura de deformação vítrea sofreram decréscimo com aumento do conteúdo de Na_2O , nos vidros puros (sem leucita). Todos os vidros modificados por adição de Na_2O foram substancialmente reforçados pelo acréscimo de leucita. Entretanto, esse aumento de resistência foi afetado pela relação entre a temperatura de transformação da leucita e as propriedades térmicas da matriz vítrea. Os autores então concluíram que tensões residuais em compósitos cerâmicos são um importante fator para se obter cerâmicas de alta resistência contendo leucita.

Prösbster *et al.*, em 1997 realizaram um trabalho com o objetivo de avaliar diversas propriedades do material de base e de cobertura da cerâmica feldspática prensada IPS Empress. O ensaio de dureza Vickers foi realizado com carga de 9,8 N por um período de 15 segundos e os valores calculados utilizando-se a expressão: $H=0,47 \times F/a^2$; onde H = dureza Vickers (GPa), F = carga aplicada (N) e a = metade da diagonal da penetração. Assim como no teste de tenacidade à fratura, a dureza Vickers do material de base (504 ± 11) foi menor que a de cobertura (508 ± 10).

Quinn & Quinn, em 1997, verificaram que a quantidade de carga aplicada tem influência na dureza de materiais friáveis até certo limite. Quando uma cerâmica recebe baixa carga de penetração, a energia é dissipada em deformação volumétrica e processos de energia de superfície. Entretanto, quando cargas maiores são aplicadas, a dureza passa a não depender da carga, pois a energia passa a ser utilizada na formação e propagação de trincas, aliviando a deformação.

A transformação fase de induzida por tensão em cerâmicas contendo leucita estabilizada por Césio foi investigada por Rasmussen *et al.*, em 1998. A dopagem de cerâmicas visando estabilização de fase tem sido uma estratégia comumente usada para controlar a tenacidade e propriedades térmicas de cerâmicas odontológicas e dessa forma os autores se propuseram a determinar o efeito do conteúdo do dopante (Cs_2O) na expansão térmica, tenacidade, dureza e conteúdo de leucita tetragonal e cúbica. Uma das ferramentas investigativas utilizadas foi a difração de raios-X que possibilitou a identificação das fases da leucita e detalhes do processo de transformação cristalina. Os espécimes foram

preparados utilizando diferentes concentrações molares de Cs₂O (0,0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 mol%). As análises quantitativas das amostras demonstraram que a transformação de fase induzida por tensão encontrada pode ser revertida por tratamento térmico. O acréscimo do dopante diminuiu o conteúdo de leucita cúbica (em peso) de aproximadamente 63% para 0%, e o conteúdo de leucita tetragonal aumentou de 0% para aproximadamente 62%. Análise da variância mostrou que o acréscimo do dopante teve influência significativa na dureza, tenacidade a fratura e no coeficiente de expansão térmica, provocando decréscimo nos valores absolutos dos três parâmetros analisados. Em resumo, o estudo mostrou que a transformação de fase induzida por tensão acontece, e que como consequência, existe um aumento na resistência do material cerâmico. O coeficiente de expansão térmica pode ser controlado pela estabilização da leucita cúbica em temperatura ambiente, sendo dependente da quantidade de dopante. Um método válido foi reportado para identificação e quantificação da fase cristalina da leucita em cerâmicas odontológicas.

Sobrinho *et al.*, em 1998, avaliaram a resistência à fratura e fadiga em meio seco e úmido das cerâmicas In Ceram (Vita), OPC (Jeneric / Pentron) e IPS Empress (Ivoclar-Vivadent). Foram confeccionadas 26 coroas com 8,0 mm de diâmetro e 8,5 mm de altura para cada tipo de cerâmica. Em seguida, as coroas cerâmicas foram fixadas num troquel metálico simulando um pré-molar com cimento de fosfato de zinco e armazenadas em água destilada a 37° C numa estufa por 24 horas. Para cada sistema cerâmico, 10 amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à fratura sem fadiga. Um segundo grupo de 8 amostras foram submetidas a 10.000 ciclos de fadiga em meio seco seguido de fratura e um terceiro grupo de 8 amostras foram submetidos a 10.000 ciclos de fadiga em meio úmido seguido de fratura. Em seguida, as amostras foram submetidas ao teste de resistência à fratura na máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1 mm/min. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Mann-Whitney e mostraram que a resistência do In Ceram foi significativamente maior que o IPS Empress. Nenhuma diferença foi observada entre In Ceram e OPC e OPC e IPS Empress. A resistência dos três sistemas cerâmicos diminuiu significativamente após a fadiga em meio seco e úmido quando comparado com as amostras fraturadas sem fadiga. Nenhuma diferença foi encontrada entre o meio seco e úmido. Em meio seco a resistência a fadiga do

In Ceram e OPC foram superiores ao IPS Empress, porém nenhuma diferença ocorreu em meio úmido. Concluindo significantes diferenças na resistência à fratura para os sistemas cerâmicos investigados resultaram da natureza do sistema cerâmico empregado e do meio seco em que as amostras foram submetidas à fadiga.

Cattel *et al.*, em 1999, analisaram a resistência à flexão biaxial das cerâmicas prensadas OPC glazeada e não glazeada e IPS Empress glazeada e não glazeada comparando também as microestruturas e composições. Foram confeccionadas 21 amostras com formato de disco de dimensões de 14 mm de diâmetro por 2 mm de altura, conforme as recomendações dos fabricantes. Os discos foram transferidos para a máquina de ensaio universal para a realização do teste de flexão de 3 pontos com velocidade de 0,15 mm/min até ocorrer a fratura do material. Em seguida, as amostras foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura e por difração de raios-X para determinar as fases presentes. As médias de resistência obtidos foram IPS Empress glazeada 120,1 MPa, não glazeada 135,8 MPa, OPC glazeada 139,1 MPa e não glazeada 138 MPa. Nenhuma diferença estatística foi observada entre OPC glazeada e não glazeada e IPS Empress não glazeada. IPS Empress glazeada foi significativamente menor do que os outros sistemas. As imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram densa dispersão de cristais de leucita na matriz de vidro de tamanho médio $5,5 \pm 9,7 \mu\text{m}^2$ no OPC glazeado e $6,6 \pm 9,7 \mu\text{m}^2$. No IPS Empress houve distribuição uniforme dos cristais de leucita $1,9 \pm 1,8 \mu\text{m}^2$. A análise de difração de raios-X revelou a presença de leucita tetragonal e pequena quantidade de leucita cúbica. Defeitos inerentes no material foram caracterizados e as microfraturas de leucita cúbica foram identificados.

Drummond *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência à flexão sob carga cíclica e estática, e a resistência à fratura sob carga estática de seis cerâmicas. Especificamente, a intenção foi comparar a resistência de quatro cerâmicas reforçadas por leucita com uma cerâmica feldspática de baixa fusão e uma experimental contendo di-silicato de lítio. Amostras medindo (2,5 x 5 x 20 mm) foram confeccionadas para as três cerâmicas e submetidas ao ensaio de resistência à flexão de três pontos, resistência à fratura imediatamente e após a armazenagem em água destilada e ao ar por três meses. Análises de

microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foram realizadas sobre as superfícies fraturadas e polidas. Os resultados mostraram que a resistência à flexão para os grupos controle em ar ou água (sem envelhecimento ou carga cíclica) variaram entre 67 a 99 MPa, exceto para a cerâmica experimental, a qual foi duas vezes mais resistente (191 a 205 MPa). O efeito do teste em água e armazenado por três meses causou diminuição na resistência à flexão (6-17%) e de moderada a severa redução na resistência à fratura (5-39%). A maior diminuição na resistência à flexão foi observada quando as amostras foram submetidas às cargas cíclicas. As melhores propriedades mecânicas observadas para a cerâmica experimental de di-silicato de lítio são atribuídas ao tamanho da partícula e sua distribuição uniforme na cerâmica e não necessariamente na diferença em composição.

Höland *et al.*, em 2000, compararam a micro-estrutura e as propriedades entre as cerâmicas IPS Empress e IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent). As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura e as fases cristalinas determinadas pela análise de difração de raios-X. As propriedades mecânicas, ópticas, térmicas e químicas foram determinadas seguindo as especificações da ISO. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou que o condicionamento dissolveu a matriz vítrea a partir da superfície em poucos micrometros, expondo os cristais. Foi possível observar os cristais de leucita precipitados na matriz vítrea da cerâmica IPS Empress, assim como os cristais alongados de di-silicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) medindo 0,5 a 4 μm de comprimento na cerâmica IPS Empress 2. O di-silicato de lítio correspondeu à principal fase cristalina, sendo os cristais de ortofosfato de lítio (Li_3PO_4) a segunda fase, os quais não são visualizados devido ao condicionamento ácido. Esta fase cristalina é caracterizada como uma pequena fase com cristais de aproximadamente 0,1 a 0,3 μm de diâmetro, e está localizada na matriz vítrea e na superfície dos cristais de di-silicato de lítio, que corresponde aos pequenos orifícios na superfície destes cristais. O conteúdo de di-silicato de lítio foi de $70 \pm 5 \%$ em volume, em comparação com $35 \pm 5 \%$ em volume de leucita para a cerâmica IPS Empress. A cerâmica para estratificação do IPS Empress 2 evidenciou cristais de apatita muito finos dispersos e precipitados na matriz vítrea. Estes cristais foram determinados como sendo de fluorapatita

pela análise de difração de raios-X, medindo 300 nm a 3 μ m de comprimento. A resistência à flexão da cerâmica IPS Empress 2 foi 400 ± 40 MPa comparado com 112 ± 10 MPa para a cerâmica IPS Empress. A cerâmica IPS Empress 2 foi menos abrasiva ao esmalte dental (1,3 mm²) em comparação com a IPS Empress (6,1 mm²). A estrutura de di-silicato de lítio mostrou translucidez comparável com o IPS Empress e a dentição natural. O coeficiente de expansão térmico linear do IPS Empress 2 foi de $10,6 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (100 – 400 °C), e do IPS Empress foi de $15,0 \pm 0,25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (25 – 500 °C). A durabilidade química do IPS Empress 2 foi maior. Os autores concluíram que, em comparação com a cerâmica IPS Empress, a cerâmica para estrutura IPS Empress 2 consiste de uma nova microestrutura de cristais de di-silicato de lítio envolvidos em uma matriz vítrea. O grau de cristalização do IPS Empress 2 é maior do que o IPS Empress, portanto, suas propriedades mecânicas são maiores.

Mackert *et al.*, em 2000, investigaram a exposição em longo-prazo de cerâmica odontológica para metalo-cerâmica a saliva e o comportamento desse material após eventual possibilidade de novo processamento térmico. Os autores hipotetizaram que a cristalização induzida pela presença de água poderia alterar o coeficiente de expansão térmica da cerâmica levando a incompatibilidade térmica com o metal. Amostras foram armazenadas em água destilada, saliva artificial e dissecador por 6 meses, o grupo controle foi testado logo após a sinterização. Difração de raios-X foi utilizada para determinar o conteúdo de leucita em peso. O grupo armazenado em saliva artificial apresentou conteúdo de leucita aumentado em comparação aos demais grupos e a coeficiente de expansão térmica alterado o suficiente para ultrapassar o limiar de segurança que torna a cerâmica compatível com a liga de infra-estrutura.

Denry *et al.*, em 2001, analisaram as condições de formação da sanidina em uma cerâmica prensada sob calor (OPC; Jeneric/Pentron). Utilizando discos de 16 mm de diâmetro por 1,3 mm de espessura os autores definiram o grupo controle como aquele onde houve apenas a termo-prensagem seguindo as instruções do fabricante e o grupo experimental como aquele que recebeu tratamento térmico adicional variando de 700 a 1100 °C, por tempos de 10 min. a 24h. Análises de difração de raios X e caracterização

microestrutural em MEV foram feitas nas amostras. A difração de raios X mostrou que apenas a sanidina foi identificada como fase cristalina nas queimas a 900 °C por 24h, uma mistura de leucita (tetragonal) e sanidina para 900 °C por 12h e para 800 °C por 24hs. Leucita tetragonal foi a única fase presente nas amostras do grupo controle após o tratamento por 950 °C e temperaturas mais elevadas e nos espécimes tratados em tempos de até uma hora a 850 °C e 900 °C. Leucita tetragonal e cúbica foi encontrada nos espécimes tratados a 750 ou 800 °C por 30, 60 e 180 min e a 700 °C por 24h. As análises em MEV confirmaram a presença de sanidina nos espécimes tratados termicamente. A significância clínica do estudo está ligada ao fato que a sanidina, que é uma fase prejudicial a cerâmica, não ocorre nos tempos e temperaturas utilizados normalmente utilizados para estratificação, ou pigmentação.

Segundo Albakry *et al.*, em 2003, a dureza é uma propriedade importante de comparação entre materiais restauradores, pois permite delinear a abrasividade que a dentição natural será submetida. De acordo com os autores, as cerâmicas IPS-Empress e IPS Empress 2 são os materiais mais representativos dentre as cerâmicas prensadas, devido a facilidade de uso, estética, resistência e tenacidade à fratura adequados. Assim, realizaram um estudo comparativo entre os materiais e uma cerâmica experimental envolvendo diferentes ensaios mecânicos. O ensaio de dureza Vickers foi realizado como recomendado pela ASTM C 1327-99 (1999), com carga de 1,5 N para prevenir a formação de trincas radiais. De acordo com os resultados, a cerâmica IPS Empress ($6,6 \pm 0,4$ GPa) apresentou valores de dureza estatisticamente superiores em relação a cerâmica IPS Empress 2 ($5,3 \pm 0,2$ GPa) e a experimental ($5,5 \pm 0,2$ GPa).

Albakry *et al.*, em 2004, avaliaram a resistência a flexão biaxial e identificaram as características microestruturais e fases cristalinas de materiais cerâmicos termo-prensados e re-termo-prensados, no caso específico IPS Empress 1 e 2. Os autores utilizaram 20 discos para cada condição experimental, medindo 14 mm x 1 mm. O dispositivo utilizado para o teste de flexão biaxial foi o pistão sobre 3 esferas. Difração de raios X foi realizada buscando identificar as fases cristalinas presentes e MEV para caracterização microestrutural. Os autores não encontraram diferenças estatísticas entre

amostras termoprensadas por uma ou mais vezes nos valores de resistência de ambos os materiais, entretanto, foram achados cristais com dimensões maiores na cerâmica IPS Empress 2. Os autores terminam o estudo concluindo que desvio padrão mais alto encontrado para as cerâmicas submetidas a mais de um ciclo de termo-prensagem pode indicar menor confiabilidade no material.

Em 2004, Jin *et al.*, compararam três testes de resistência a flexão: flexão de 3 pontos, flexão de 4 pontos e flexão biaxial. Três porcelanas de cobertura, duas termoprensadas e uma para metalo-cerâmica foram avaliadas. Os testes foram conduzidos a partir de amostras em forma de barra e disco. Os resultados foram comparados usando análise de variância e teste de Tukey, e também através do pós-processamento estatístico, de Weibull. O ensaio de resistência a flexão de 3 pontos gerou os maiores valores, exceto para uma das cerâmicas termo-prensadas (OPC-3G) e uma para metalocerâmica (Crys-Cera). A análise de Weibull não detectou diferença estatisticamente significativa na comparação dos testes.

Em 2004, Zhang *et al.*, afirmaram que a translucidez das cerâmicas pode ser afetada por vários fatores, como espessura, microestrutura e número de ciclos de queima. Preocupados com a variabilidade da técnica de manipulação, que normalmente é influenciada pela experiência dos técnicos em prótese dentária, investigaram a influência do proporcionamento pó/líquido na porosidade total e translucidez das cerâmicas de dentina e incisal Duceram (LFC) e IPS Eris (Ivoclar). A densidade real, a aparente e a translucidez foram maior para a IPS Eris. Para ambas cerâmicas, as maiores densidades aparentes foram obtidas com um baixo proporcionamento pó/líquido para a dentina e médio proporcionamento pó/líquido para o esmalte. Não houve efeito significativo do proporcionamento pó/líquido na translucidez.

Anusavice, em 2005, relatou que as cerâmicas apresentavam propriedades satisfatórias como baixa condutibilidade térmica (próxima da estrutura do dente), difusibilidade térmica e baixa condutibilidade elétrica. As falhas que ocorriam normalmente nas cerâmicas eram em função das ranhuras presentes nas superfícies do material. Essas falhas comportavam-se como valas profundas, cujas extremidades eram tão

estreitas quanto os espaços entre os átomos do material. Um fenômeno conhecido como concentração de tensões, e que ocorria nas extremidades dessas valas provocava o acúmulo localizado de tensões de tração, fazendo com que aquela tensão teórica que o material deveria apresentar fosse atingida quando o material era carregado com valores muito baixos de tensões de tração médias. Quando a resistência teórica do material era superada na extremidade da vala, as uniões entre os átomos naquele ponto eram quebradas. Como as fendas se propagavam através do material, a concentração de tensões era mantida, na extremidade da fenda, até que ela se propaguem através da totalidade do material. Este fenômeno de concentração de tensões de tração explicava como os materiais podiam falhar quando solicitados por tensões muito abaixo daquelas que correspondiam a sua resistência esperada. Como as cerâmicas tendiam a não apresentar, como os metais, um mecanismo de escoar sem fraturar-se, as trincas podiam propagar-se no corpo da cerâmica, mesmo que a média de indução de tensões de tração fosse de baixa magnitude. Como resultado, as cerâmicas e os vidros tinham uma resistência à tração que era muito mais baixa que sua resistência à compressão quando submetidos a esforços no meio bucal. As cerâmicas sofreram evolução com o passar das décadas: as coroas metalocerâmicas, “*coping*” confeccionados com folha de platina, coroa de cerâmica de vidro, cerâmica reforçada com leucita, cerâmica vítrea injetada no molde (confeccionada utilizando a técnica da cera perdida), sistema CAD-CAM, cerâmica veneers, inlays, onlays, dentes de cerâmica e as cerâmicas de alto conteúdo cristalino.

Twiggs *et al.*, em 2005, realizaram um estudo para determinar se alterações na quantidade de leucita durante um tratamento isotérmico pode ser estimada por um método que associou deformação e viscosimetria. Discos foram confeccionados a partir de cerâmicas de corpo comercialmente disponíveis - 50 discos para análise de difração de raios X (DRX) quantitativos e 100 discos para análise por viscosimetria. Os espécimes para DRX foram sinterizados em temperaturas entre 650 e 1000 °C e fração de peso da leucita mensurada por meio da utilização de um padrão de alumina. Os espécimes foram sinterizados no dispositivo de mensuração da viscosidade com relações tempo/temperatura objetivando elucidar o comportamento de cristalização de leucita

entre 700 e 1000 °C. Mudanças na fração de peso leucita foram determinados a partir dessas mudanças de expansão térmica. As médias e desvios-padrão foram comparados aos valores obtidos por DRX quantitativa. Boa concordância foi obtida entre os valores da fração de peso da leucita e os autores concluíram que a técnica de análise por viscosimetria produz resultados comparáveis, de forma não destrutiva, aos de DRX quantitativos sobre tratamentos térmicos sucessivos. Esta técnica pode ser útil para viabilizar testes de queima que visem estabilizar o conteúdo leucita em porcelana dental.

A relação entre a quantidade de luz absorvida pelos fotoiniciadores e a eficiência de polimerização de compósitos odontológicos tem sido alvo de interesse de pesquisadores. Neumann *et al.*, em 2006, se propuseram a investigar os parâmetros que identificam o melhor desempenho fotoquímico dos fotoiniciadores específicos. Para tanto, a eficiência de unidades fotoativadoras LED e halógena foram testadas comparando desempenho com quatro fotoiniciadores: Canforoquinona (CQ), Fenilpropanodiona (PPD), óxido monoacilfosfínico (Lucirin TPO) e óxido bisacrilfosfínico (Irgacure 819). A eficiência de polimerização por fóton absorvido foi determinada por métodos analíticos. Como resultados a CQ mostrou-se altamente eficiente para a luz LED e o Lucirin para a luz halógena. Os autores então concluem que o entendimento do mecanismo de fotoiniciação e absorção é essencial para a correta formulação de iniciação dos compósitos odontológicos.

Soares *et al.*, em 2006, realizaram estudo investigando a relação entre cor e espessura de cerâmicas odontológicas (EX 3, Noritake) na dureza Vickers de cimentos resinosos de dupla presa (RelyX ARC, 3M ESPE). Cavidades padronizadas (4 mm de diâmetro e 1 espessura) foram confeccionadas para receber o cimento resinoso, e discos cerâmicos (4 mm de diâmetro e 1; 2 e 4 mm de espessura) foram sinterizados em cinco cores: A1, A2, A3, A3,5 e A4. O cimento resinoso foi polimerizado com interposição dos discos cerâmicos, e no grupo controle sem interposição dos discos, mas respeitando as mesmas distâncias (1, 2 e 4 mm) da superfície do compósito protegido por uma tira de poliéster. O valores do ensaio de dureza Vickers (50 g aplicadas durante 30 segundos) mostraram que a presa química não foi suficiente para compensar a atenuação da luz promovida pela interposição dos discos nas cores A3,5 e A4 para a espessura de 4 mm. A

espessura mostrou ter maior influência na atenuação da luz quando comparada a cor da cerâmica.

Conrad *et al.*, em 2007, publicaram uma revisão sistemática relacionada aos materiais cerâmicos disponíveis na atualidade: sobrevivência das restaurações cerâmicas, propriedades dos materiais, adaptação marginal e interna, cimentação e adesão, cor e estética foram temas abordados. Uma busca em bancos de dados indexados, MEDLINE e PubMed, foi realizada visando estudos baseados em evidências publicados entre 1996 e 2006. Uma busca manual nos periódicos mais relevantes da área odontológica complementou a busca. Os autores demonstraram que vários sistemas cerâmicos livres de metal estão comercialmente disponíveis na atualidade e que não existe um único sistema ou material que atenda a todas as situações clínicas. Os autores discutiram a respeito de como os materiais cerâmicos utilizados em infra-estrutura de restaurações, como o disilicato de lítio, o óxido de alumínio e óxido de zircônia permitiram melhor e mais ampla utilização desse tipo de restauração. O sucesso da aplicação é diretamente dependente de como o clínico combina materiais, técnicas de processamento e de cimentação, dentro de cada situação clínica individual. Os autores sugerem que mais estudos são necessários para que o avanço dos materiais cerâmicos continue a ocorrer.

Koch *et al.*, em 2007, avaliaram a influência da translucência e espessura de cerâmicas odontológicas na taxa de polimerização de cimentos resinosos de dupla presa, por meio de ensaios que mensuraram a profundidade de polimerização (PP) e a dureza Vickers (DV). Os materiais utilizados foram: Cento e sessenta discos Empress 2, Ivoclar Vivadent, e cento e sessenta discos ProCAD, Ivoclar Vivadent; medindo 4mm de diâmetro e 1 ou 2mm de espessura; Cimento Variolink II (Ivoclar Vivadent), sendo somente a pasta fotoativável utilizada ou ambas; unidade fotoativadora halógena (Elipar TriLight, 3M ESPE, 40 s de exposição); e unidade fotoativadora LED (Bluephase 16i, Ivoclar-Vivadent, 20 s de exposição). Os resultados mostraram que maiores valores de translucência resultaram em maiores valores de PP e DV, para ambas as unidades fotoativadoras e que uso da pasta de presa química aumentou os valores de PP e DV. Os autores concluem que a

pasta que induz a presa química não é necessária para cerâmicas translúcidas de espessuras de até 2 mm.

Tezvergil-Mutluay *et al.*, em 2007, realizaram uma investigação a respeito do grau de conversão de quatro cimentos resinosos após serem fotoativados através de materiais cerâmicos e discos de dentina. RelyX ARC (3M-ESPE), RelyX Unicem (3M-ESPE), Variolink 2 (Ivoclar,Vivadent), e Panavia F 2.0 (Kuraray) foram utilizados para simular cimentação de discos de compósito indireto (Sinfony D A3 – 1,5 mm), compósito indireto reforçado por fibra (EverStick 0,5 mm + 1,0 mm Sinfony D A3), sob discos de dentina (para simular fotoativação trans-dental). No grupo controle os cimentos foram fotoativados sem interposição de disco. O grau de conversão foi mensurado utilizando espectroscopia por infra-vermelho transformada de Fourier (FTIR). Rely-X ARC mostrou o maior grau de conversão e o Panavia F 2.0 o menor. Os autores concluíram que a opacidade relativa dos materiais de interposição influenciou na queda do grau de conversão dos cimentos duais.

César *et al.*, em 2008, determinaram o coeficiente de susceptibilidade a corrosão de sete cerâmicas odontológicas (A: Ceramco I; B: Ceramco-II; C: Ceramco-III; D: d.Sign; E: Cerabien; F: Vitadur-Alpha; e G: Ultropoline), após envelhecimento em ar ou saliva artificial e correlacionaram os resultados com o conteúdo de leucita (CL). Para a análise os autores confeccionaram barras seguindo recomendações dos fabricantes e na sequência induziram trincas por meio de endentação Vickers. O propagação da trinca foi medida nos períodos de : 0, 1, 3, 10, 30, 100, 300, 1000 e 3000 horas e o coeficiente de corrosão calculado a partir de dados obtidos na mensuração. Os CL das cerâmicas avaliadas foram 22% (A e B); 6% (C); 15% (D); 0% (E e F); e 13% (G). Houve um decréscimo no CL, exceto para A e D, quando armazenados em saliva artificial, sendo mais evidente para as porcelanas B, F e G. Nenhuma correlação foi encontrada entre os valores de CL e o coeficiente de corrosão/propagação em ar ou em saliva. Mas o meio de armazenagem pode influenciar o coeficiente de corrosão/propagação.

Kontonasaki *et al.*, em 2008, investigaram modificações microestruturais em três cerâmicas odontológicas (Cerâmica feldspática de baixa-fusão contendo leucita; Cerâmica de baixa fusão baseada em vidro de fluorapatita; Cerâmica feldspática de alta-fusão contendo leucita) após sua utilização seguindo as recomendações do fabricante, e também compararam propriedades físicas, mecânicas e biológicas. Foram realizadas análises das fases presentes utilizando MEV, Espectroscopia por infra-vermelho transformada de Fourier (FTIR) e Difração de raios-x (XRD). As propriedades térmicas foram avaliadas por análise diferencial e termogravimétrica (TG-DTA). Relacionado as propriedades mecânicas, os autores realizaram ensaios de tenacidade a fratura, módulo de Young e dureza (Vickers). Ensaio de proliferação celular também foi realizado. Os resultados mostraram uma notável variação entre as três composições do conteúdo de leucita. Cerâmicas contendo vidros de baixa-fusão e as cerâmicas de alta-fusão contendo leucita apresentaram tenacidade a fratura e microdureza significativamente mais altas e menor módulo de elasticidade quando comparado a feldspáticas de baixa fusão. Finalizando o estudo, eles concluem que as três cerâmicas avaliadas apresentaram comportamento equivalente no que tange ao ensaio biológico de compatibilidade celular.

O fator de intensidade de tensão (K_{I0}) é relacionado ao nível de tensão a que trincas estáveis começam a crescer, fato que leva a redução da resistência de restaurações cerâmicas a longo prazo. Yoshimura *et al.*, em 2008, mensurou o valor do K_{I0} de sete porcelanas odontológicas (com e sem reforço de cristal leucita) armazenados (22° C, 60% de umidade relativa) e saliva artificial (37° C). O cálculo do K_{I0} foi determinado por meio da medição da velocidade de propagação de trincas radiais geradas nas diagonais de indentações Vickers. Os resultados da K_{I0} foram correlacionados com o conteúdo leucita, tenacidade à fratura (K_{Ic}), e a composição química das porcelanas. Os autores observaram que K_{I0} aumentou com o aumento do conteúdo de leucita (somente para as porcelanas baseadas em leucita) e com o aumento da CCI. O aumento do teor de Al_2O_3 ou a diminuição do óxido de álcalis (K_2O e Na_2O) na matriz vítrea tendeu a aumentar os valores K_{I0} . O meio de armazenamento (ar e saliva) não afetou significativamente o K_{I0} das

porcelanas testadas, indicando que o controle parâmetro de valor K_{I0} não foi o conteúdo de água do meio de armazenamento.

Chung *et al.*, em 2009, avaliaram as propriedades de 4 cerâmicas vítreas após repetidas termo-prensagens. Foram avaliadas as cerâmicas IPS Empress, IPS Empress 2, OPC e OPC 3G. Discos de 14 mm de diâmetro por 1,4 mm de espessura foram utilizados processados por uma vez e utilizados como controle. Os remanescentes (*sprues* e botões) foram utilizados para novos processamentos. Resistência a flexão biaxial (RFB), MEV, espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração de raios X foram as análises conduzidas para verificação de alterações. E ainda, os íons lixiviados após o condicionamento ácido foram analisados por espectrometria de massa. Após a análise estatística a cerâmica re-processada IPS Empress 2 apresentou valores superiores de RFB, e análise em MEV mostrou um aumento da densidade cristalina, do entrelaçamento dos cristais de dissilicato de lítio. Entretanto, para as demais cerâmicas avaliadas, apesar de não ter sido encontrada nenhuma alteração significativa, o desvio-padrão elevado após a sucessivos processamento pode ser indicio de menor homogeneidade e confiabilidade do material.

Chen *et al.*, em 2010 afirma que o processamento de cerâmicas vítreas reforçadas por cristais de leucita geralmente resultam em materiais com microestruturas não-homogêneas. Alegam que a diferença entre os coeficientes de expansão térmica do cristal e da matriz vítrea podem gerar microfalhas em torno do aglomerados cristalinos e dessa forma reduzir as propriedades mecânicas. E dessa forma realizaram um estudo no qual a hipótese do avaliada foi que cerâmicas com tamanho de partícula fino (menor que 1 micra), microestrutura uniforme e matriz vítrea com CET compatível poderia aumentar os valores de resistência a flexão biaxial (RFB). Diferentes vidros experimentais foram sintetizados, refinados em moedor por atrito e então tratados termicamente. Os vidros e a cerâmicas vítreas foram caracterizados por meio de análise em difração de raios-X, MEV e Dilatometria e também submetidos a análise do comportamento mecânico - RFB. As cerâmicas experimentais mostraram um aumento na quantidade e diminuição do tamanho médio dos cristais com a redução do tamanho da partícula vítrea. Cerâmicas vítreas

reforçadas por leucita (tamanho de partícula menor que 1 micrometro) apresentaram poucas falhas na interface cristal-matriz. Com relação ao comportamento mecânico, os autores encontraram maiores valores de RFB para os vidros experimentais sintetizados.

3 PROPOSIÇÃO

A proposição neste estudo foi avaliar a influência de sucessivas sinterizações da cerâmica vítrea reforçada por leucita - IPS Empress Esthetic nas:

- Características microestruturais;
- Propriedades mecânicas: dureza, resistência à flexão biaxial;
- Propriedades ópticas de transmissão de luz através do corpo cerâmico em diferentes espessuras.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 Confeção das amostras

4.1.1 Primeira termo-prensagem

Considerando que o sistema IPS Empress Esthetic utiliza a técnica da cera perdida, foi utilizado material de moldagem a base de silicone por adição (Express, 3M-ESPE, Saint-Paul, MN, EUA) para confecção do molde e posterior obtenção dos padrões de cera. Sessenta e três padrões de cera foram confeccionados com cera orgânica (Thowax; Yeti Dentalprodukte, Engen, Alemanha) aquecida em lamparina a álcool e vertida nos moldes previamente confeccionados. Os padrões apresentaram dimensões de: 12 mm de diâmetro x 0,9 de espessura – Ensaio de resistência a flexão biaxial (n=10 por termo-prensagem - TP), Dureza (n=5 por TP) e MEV (n=3 por TP); 12 mm de diâmetro por 0,7; 1,4 e 2,0 mm de espessura para a análise das características da luz transmitida (n=3 por TP). Após o completo esfriamento da cera, os excessos foram removidos e as dimensões dos padrões aferidas com paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão). Os discos devidamente finalizados foram então conectados em ângulo de 45° a canais de alimentação de cera (*sprues*). Os discos conectados aos *sprues* foram afixados ao cilindro do anel fornecido pelo fabricante (Figura 1A), que consiste em uma base plástica e um cilindro formador do conduto de alimentação padronizado para acomodação das pastilhas, além do êmbolo. Uma lâmina de papel especial (IPS Empress Paper Ring, Ivoclar Vivadent) foi adaptada à base do anel e à parte superior do anel de inclusão adaptada ao topo da lâmina de papel (Figura 1 – B).

O revestimento aglutinado por fosfato Esthetic Speed (Ivoclar Vivadent) foi proporcionado com relação pó/líquido 200 g para 35 mL de líquido de revestimento e 23 mL de água destilada. O revestimento foi espatulado mecanicamente a vácuo (Multivac 4, Degussa Huls, Alemanha) por 60 s, e vertido dentro do anel (Figura 1 – B) com auxílio de vibrador mecânico. Após a presa do revestimento, o anel de papel, o formador do conduto e as bases foram removidos. Em seguida, a confecção dos corpos-de-prova foi procedida da seguinte forma:

Os blocos de revestimento juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio (12 mm de diâmetro x 37 mm de altura) foram levados ao forno elétrico (Austromat M; Dekema Dental-Keramiköfen, Freilassing, Alemanha) pré-aquecido, elevando a temperatura do forno em 3 °C/min até 850 °C e mantendo por 90 min. para eliminação da cera e expansão do revestimento; 2 – o bloco de revestimento foi removido do forno e duas pastilhas (Figura 1D) da cerâmica IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent) foram posicionados no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio (Figura 1E), levados ao forno EP 600 (Ivoclar Vivadent) (Figura 1F), e mantidos por 20 min a 920°C. Decorrido esse tempo, foi aplicada pressão de 5 bar por 15 min; Após o bloco de revestimento atingir a temperatura ambiente (Figura 1G) , o êmbolo de óxido de alumínio foi removido e, com auxílio de um disco de carbureto de silício, o bloco de revestimento foi cortado ao meio (Figura 1H). Os corpos-de-prova foram desincluídos utilizando o aparelho Oxyker Dry (Manfredi, Roma, Itália) com partículas óxido de alumínio com 50 µm de diâmetro utilizando pressão de 4 bar (Figura 1I) para remoção bruta do revestimento e 2 bar para remoção do revestimento próximo das amostras (Figura 1J), seguido da remoção do conduto de alimentação com disco com corte diamantado (KG Sorenesen, Barueri, SP).

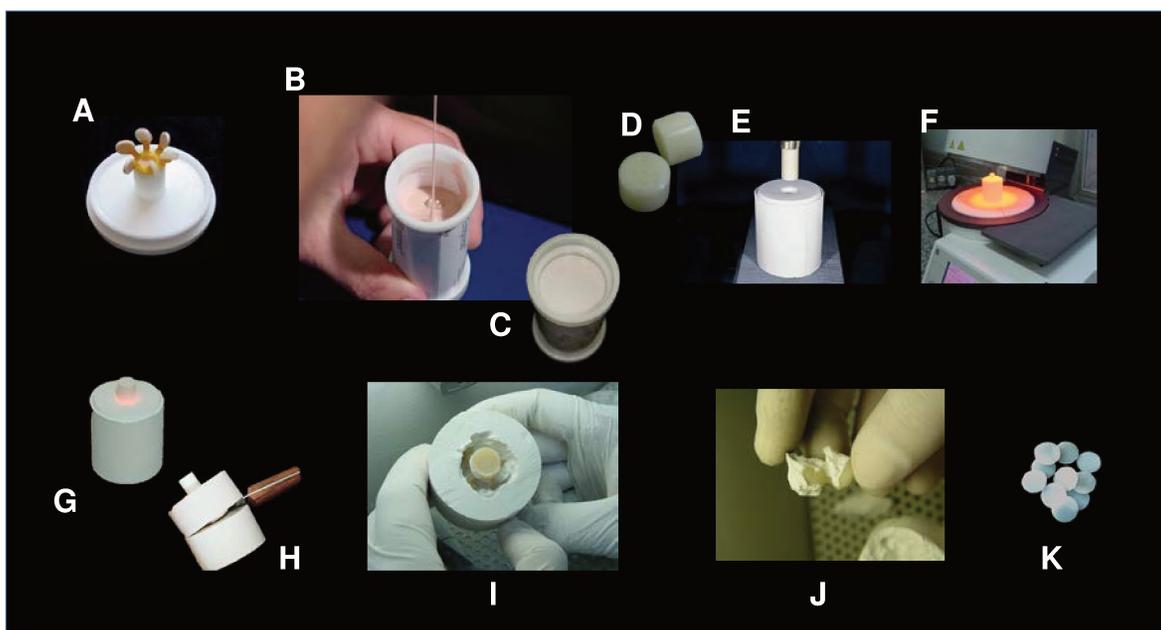


Figura 1A - Discos em cera; *B* – Cilindro de papel sendo preenchido pelo revestimento.; *C* – Cilindro após a presa inicial do revestimento; *D* – Pastilhas IPS Empress Esthetic (cor ETC2); *E* –

Êmbolo de Alumina sendo posicionado no orifício do cilindro refratário após a evaporação da cera e após inserção das pastilhas; F – Cilindro no interior do forno EP600 após a termo-prensagem; G – Cilindro durante o esfriamento; H – Desinclusão do cilindro e remoção da área que envolve o êmbolo; I – Remoção dos remanescentes de revestimento ao redor dos discos e remanescentes da termo-prensagem usando jato de óxido de alumínio (4 bar); J – Remoção fina dos remanescentes de revestimento ao redor dos discos e remanescentes da termo-prensagem usando jato de Óxido de Alumínio (2bar); K - Discos desincludidos, acabados e polidos.

4.1.2 Segunda e terceira prensagens

Após a obtenção das amostras cerâmicas referentes à primeira prensagem, os remanescentes cerâmicos (Figura 1J) foram seccionados com disco de corte diamantado (KG Sorenesen, Barueri, SP) em pedaços com dimensões não maiores que 2 mm de diâmetro. Sendo então imersas em etanol 50% e limpas em ultra-som por 10 min. Após a secagem em estufa a 37°C por 20 min, foram repetidos todos os passos descritos no item anterior, sendo que ao invés de serem utilizadas para o processo de injeção as pastilhas específicas do sistemas fornecidas pelo fabricante, foram utilizadas remanescentes (em peso equivalente ao da pastilha) que já haviam passado pelo processo de termo-prensagem, uma ou duas vezes, resultando em amostras dos grupos experimentais, termo-prensadas duas (TP2) ou três vezes (TP3).

4.2 Caracterização microestrutural em MEV

Três amostras de cada grupo analisado (TP1, TP2 e TP3) foram submetidas a protocolo de condicionamento ácido objetivando expor a microestrutura (ácido hidrofúorídrico 2% durante 15 s). Na sequência, as amostras foram limpas em ultra-som com água destilada por 10 min, secas com papel absorvente e em estufa a 37°C por 10 min e então fixados com fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Hatfield, PA, EUA) em bases metálicas numeradas (*stubs*). A superfície das amostras foi coberta com liga de ouro-paládio sob alto vácuo (Balzers – SCD 050 sputt coater, Alemanha) por 100 s e levadas ao microscópio eletrônico (LEO 435 VP, Carl Zeiss, Jena, Germany) (Figura 2) ajustado a 25 kV (aceleração de voltagem) e distância de trabalho (WD) mantida constante em 15mm. A topografia de superfície foi analisada em aumentos de 5.000,

10.000 e 20.000 X. Foram obtidas cinco imagens para cada amostra analisada, totalizando 15 imagens por grupo

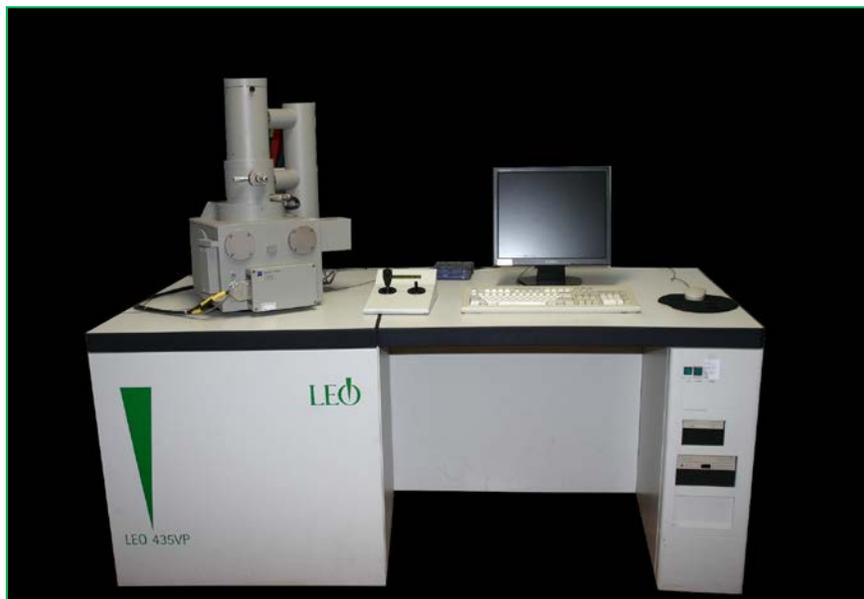


Figura 2 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (LEO 435 VP, Carl Zeiss, Jena, Germany)

4.2.1 Densidade cristalina

A densidade cristalina da área ocupada pelos cristais de leucita foi calculada usando um processador digital de imagens (ImageJ – NIH, UK). ImageJ (Figura 3) é um processador digital de imagens de domínio público, desenvolvido pelo *National Institutes of Health* (NIH), no Reino Unido. Os valores de densidade cristalina foram obtidos a partir do cálculo da área relativa ocupada pelos cristais de leucita na área total da cerâmica vítrea, em porcentagem (%). Foram selecionadas 5 imagens aleatórias por grupo (com mesma magnificação), onde a contagem foi realizada em 5 áreas também aleatoriamente selecionadas, totalizando 25 cálculos por grupo. Uma média foi obtida como valor final de densidade cristalina. Uma plotagem da área de superfície foi obtida de uma imagem representativa de cada grupo objetivando ilustrar, caso ocorressem, as diferenças de conteúdo cristalino.

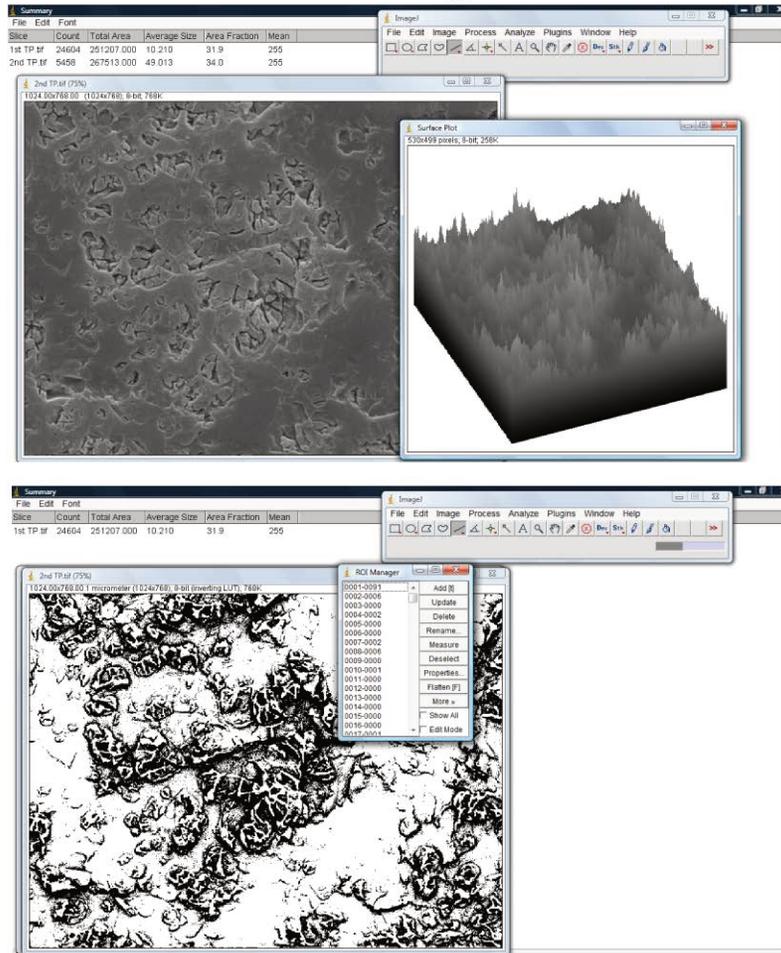


Figura 3 – Imagens ilustrativas do software ImageJ (NIH - UK), mostrando as funções de processamento de imagens e recursos de cálculo disponíveis.

4.3 Análise das propriedades mecânicas

4.3.1 Teste de resistência à flexão biaxial

A Figura 4 - A, B, C, D e E ilustra o processo de confecção dos discos e o ensaio de resistência a flexão biaxial. A espessura dos discos (12 mm de diâmetro x 0,9 mm espessura; n=10) foi mensurada na parte central e periférica de cada espécime e o valores médios registrado para precisão de 0,01 mm utilizando paquímetro digital (Mitutoyo, Tokyo, Japan). O diâmetro também foi medido em três posições equidistantes e registrado

com a mesma precisão. Os discos foram posicionados sobre o dispositivo formado por um anel de 10 mm de diâmetro. Uma extremidade esférica de 4 mm de diâmetro, acoplada à célula de carga da máquina de ensaios (Instron), foi posicionada no centro do disco cerâmico e utilizada para aplicação de carga compressiva até a fratura do corpo-de-prova (Figura 4E). A carga de fratura em Newtons foi utilizada na equação que se segue para obtenção da resistência a flexão:

$$S = -0,2387 \cdot P(X - Y) = d^2$$

onde S é a resistência a Flexão em (MPa); P é a carga total em que foi registrada a fratura (N); $X = (1+\nu)\ln(B/C)^2 + [(1-\nu)/2](B/C)^2$, $Y = (1+\nu)[1+\ln(A/C)^2] + (1-\nu)(A/C)^2$; ν é coeficiente de Poisson, A é o raio do anel de suporte (mm), B é o raio da área carregada (mm), C é o raio do disco (mm) e D é a espessura do disco (mm). Assumiu-se o coeficiente de Poisson como sendo 0,25, seguindo especificação da *International Organization for Standardization* (ISO 6872). Após comprovada normalidade na distribuição dos dados (teste de Kolmogorov-Smirnov) e igualdade das variâncias, os resultados foram submetidos à Análise de Variância e teste post-hoc de Tukey, em nível de significância de 5%.

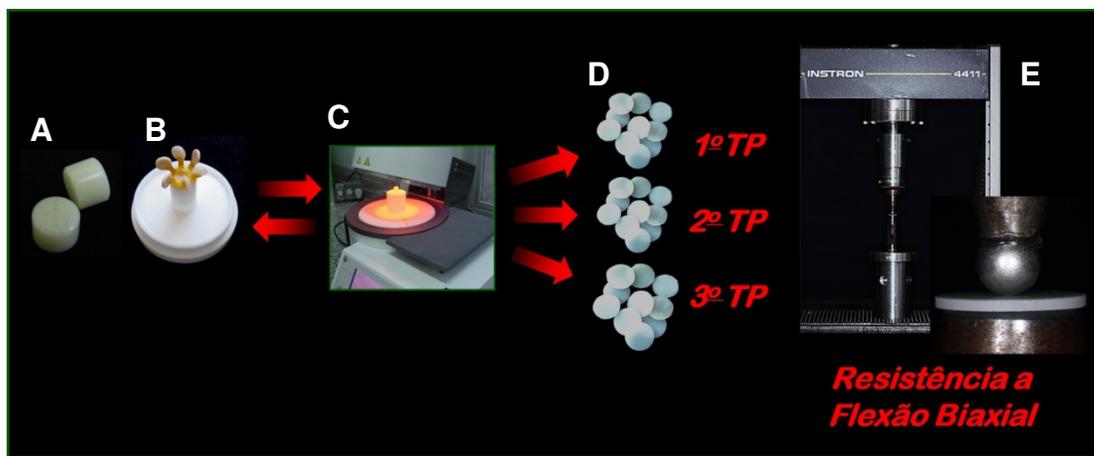


Figura 4 – A - Pastilhas da cerâmica IPS Empress Esthetic; B - Discos em cera pronto para serem processados; C - Imagem do cilindro de revestimento logo após a termoprensagem no forno EP600; D - Discos pós-processamento; E - Dispositivo aplicador de carga para o ensaio de resistência a flexão biaxial.

4.3.2 Ensaio de Dureza Vickers

A Figura 5 - A, B, C, D e E ilustra o processo de confecção dos discos e o ensaio de Dureza. Os corpos-de-prova referentes a TP1, TP2 e TP3 foram incluídos em resina epóxi (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) (n=5) e levados individualmente ao microdurômetro HMV-2 (Shimadzu, Tóquio, Japão) (Figura 5D e 5E). Com auxílio de um microscópio mensurador acoplado ao aparelho, áreas com maior homogeneidade próximas ao centro geométrico das superfícies dos discos foram selecionadas para realização do ensaio. O aparelho foi calibrado para carga de 0,5 Kgf atuando por 10 s. As dimensões das amostras foram as mesmas do ensaio de resistência a flexão biaxial.

Com auxílio do microscópio mensurador acoplado ao aparelho, a dimensão da diagonal (d) das penetrações foram medidas e a dureza Vickers determinada de acordo com a fórmula: $DV = 0,1891 F/d^2$ (Referência JIS Z2244 e ISO 6507), onde F = carga aplicada. As médias de dureza foram calculadas após realização de 5 penetrações em cada corpo-de-prova. Após comprovada normalidade na distribuição dos dados (teste de Kolmogorov-Smirnov) e igualdade das variâncias, os resultados de dureza foram submetidos à Análise de Variância e teste post-hoc de Tukey, em nível de significância de 5%.

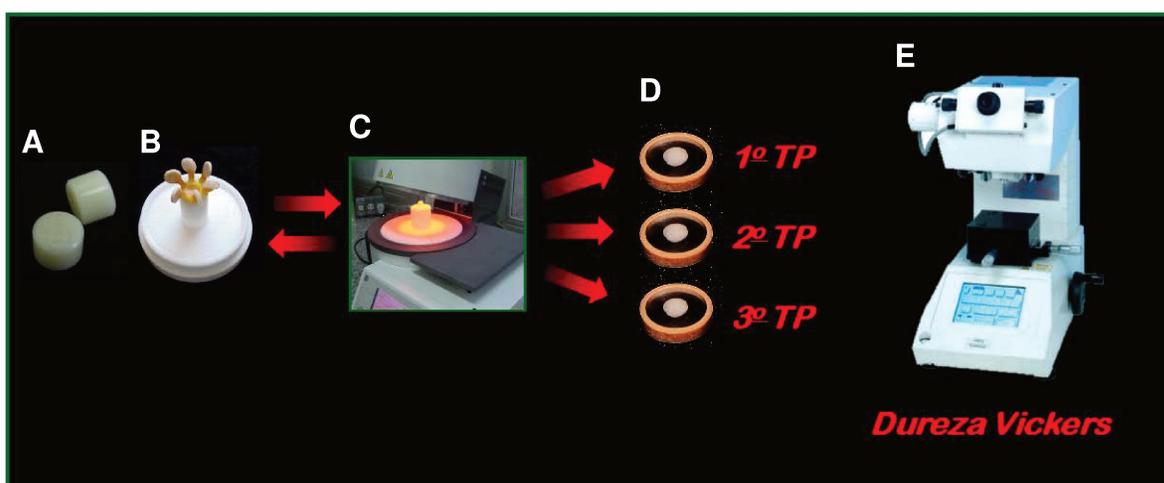


Figura 5 – A - Pastilhas da cerâmica IPS Empress Esthetic; B - Discos em cera prontos para serem processados; C - Imagem do cilindro de revestimento logo após a termoprensagem no forno EP600; D - Discos incluídos em resina epóxi (Buehler) prontos para o ensaio de dureza; E - Microdurômetro HMV-2 (Shimadzu, Tóquio, Japão).

4.4 Análise das propriedades ópticas

4.4.1 Características da luz transmitida através da cerâmica

A unidade foto-ativadora de lâmpada halógena de quartzo de tungstênio XL2500 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) (Figura 6 A) foi conectada a um estabilizador de voltagem e a irradiância foi aferida com potenciômetro digital (Ophir Optronics, Danvers, MA, EUA) (Figura 6B). O valor de irradiância transmitido através das três espessuras (0,7; 1,4 e 2 mm) de cerâmica submetida a uma, duas ou três prensagens foi mensurado. Adicionalmente, a distribuição espectral da luz transmitida através de cada espécime foi obtida usando espectrômetro digital (USB2000; Ocean Optics, Dunedin, FL, EUA) (Figura 6C) e comparado com o controle (sem o material de interposição). A Figura 6D ilustra um espectro luminoso, com os diferentes comprimentos de onda.

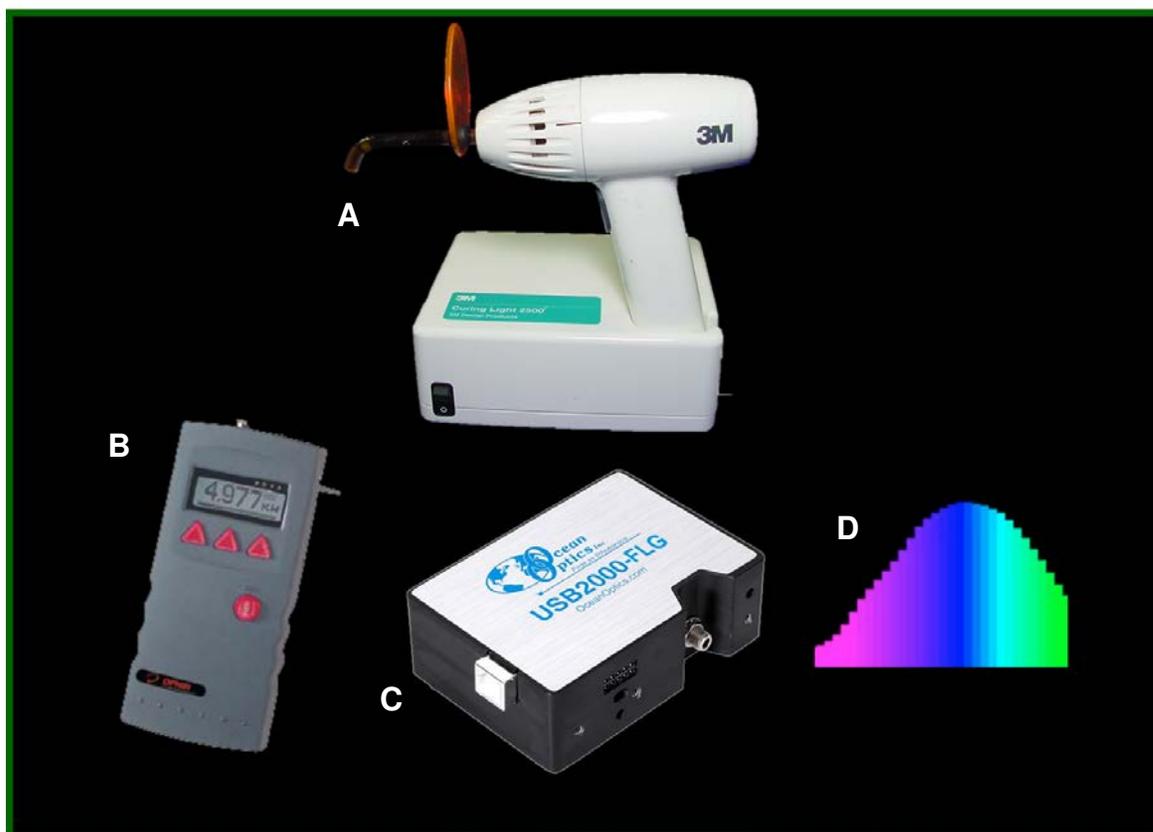


Figura 6 – A - Unidade foto-ativadora de lâmpa halógena de quartzo de tungstênio XL2500 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA); B - Potenciômetro digital (Ophir Optronics, Danvers, MA, EUA); C - Espectrômetro digital (USB2000; Ocean Optics, Dunedin, FL, EUA); D - imagem representativa do espectro luminoso.

5 RESULTADOS

5.1 Caracterização microestrutural em MEV

Nas micrografias referentes a superfície cerâmica submetidas a um ciclo de termo-prensagem (Figura 7), utilizada como referência ou imagem controle, nota-se distribuição relativamente homogênea da fase cristalina. O tamanho médio dos cristais de leucita foi de $2,4\ \mu\text{m}$ (mensuração realizada no software do LEO 435 VP).

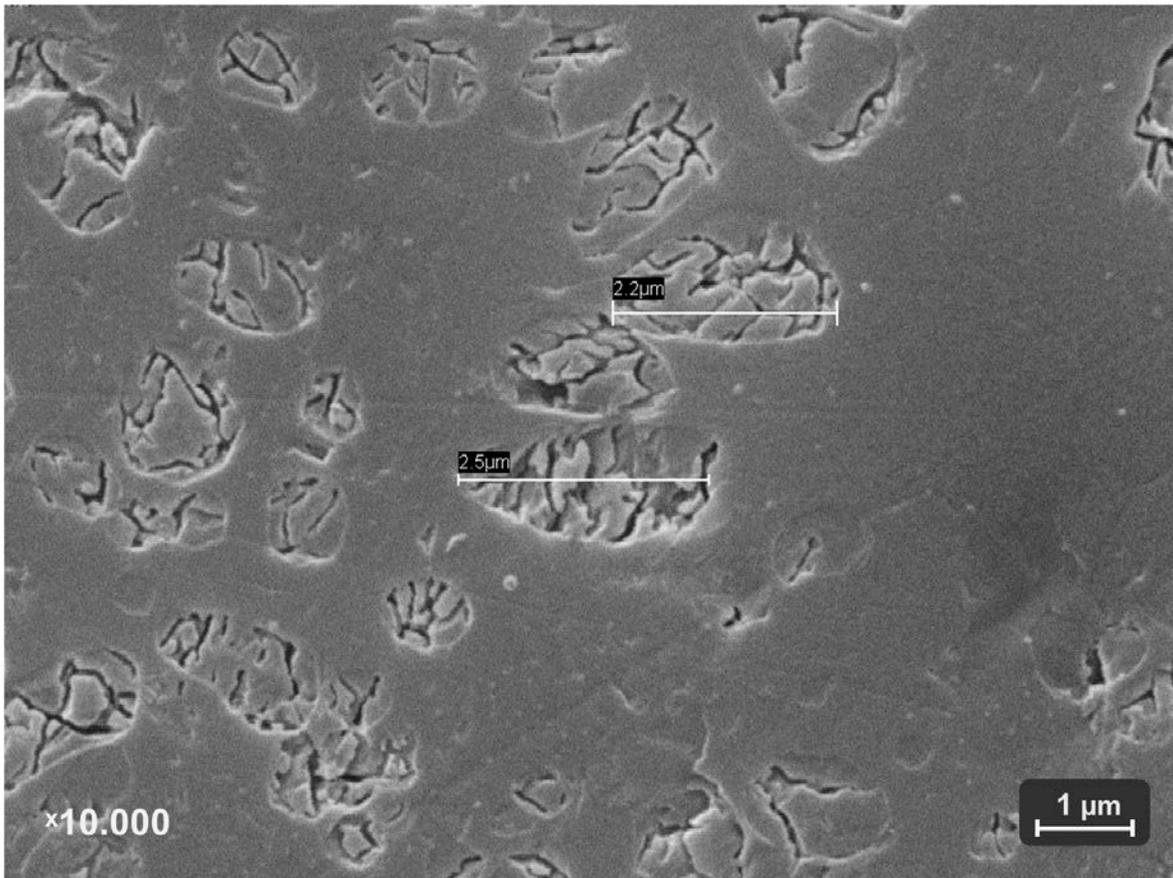


Figura 7 - *Primeira Termo-Prensagem*: Micrografia ilustrando o tamanho médio dos cristais de leucitas e a relação de quantidade entre fase vítrea e fase cristalina.

Os cristais de leucita apresentam tendência a serem simétricos, com lamelas bem definidas (Figura 8A e 8B).

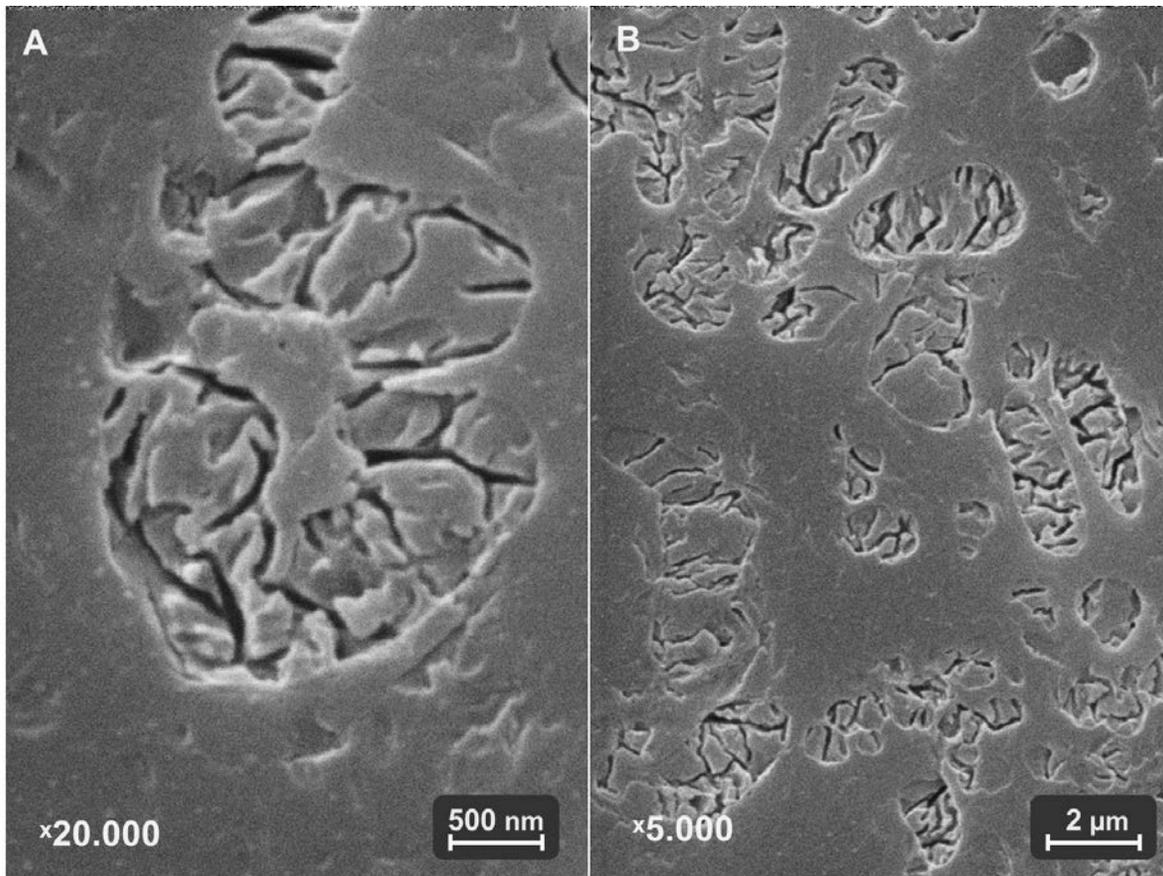


Figura 8: A - cristal de leucita apresentando grão de forma lamelar com aparência bem definida; B - grãos com geometria uniforme, distribuídos na fase vítrea.

Avaliando-se as micrografias referentes a cerâmicas submetidas a dois ciclos de termo-prensagens (Figura 9), fica evidente o aumento da densidade cristalina, ou seja, aumento do número de cristais por área, além da maior associação entre os cristais, caracterizando maior quantidade de clusters. Parece não haver a homogeneidade notada nas micrografias do grupo controle, tanto na distribuição dos cristais pela fase vítrea, quanto na simetria dos cristais. O tamanho médio dos cristais de leucita foi de 4,1 μm.

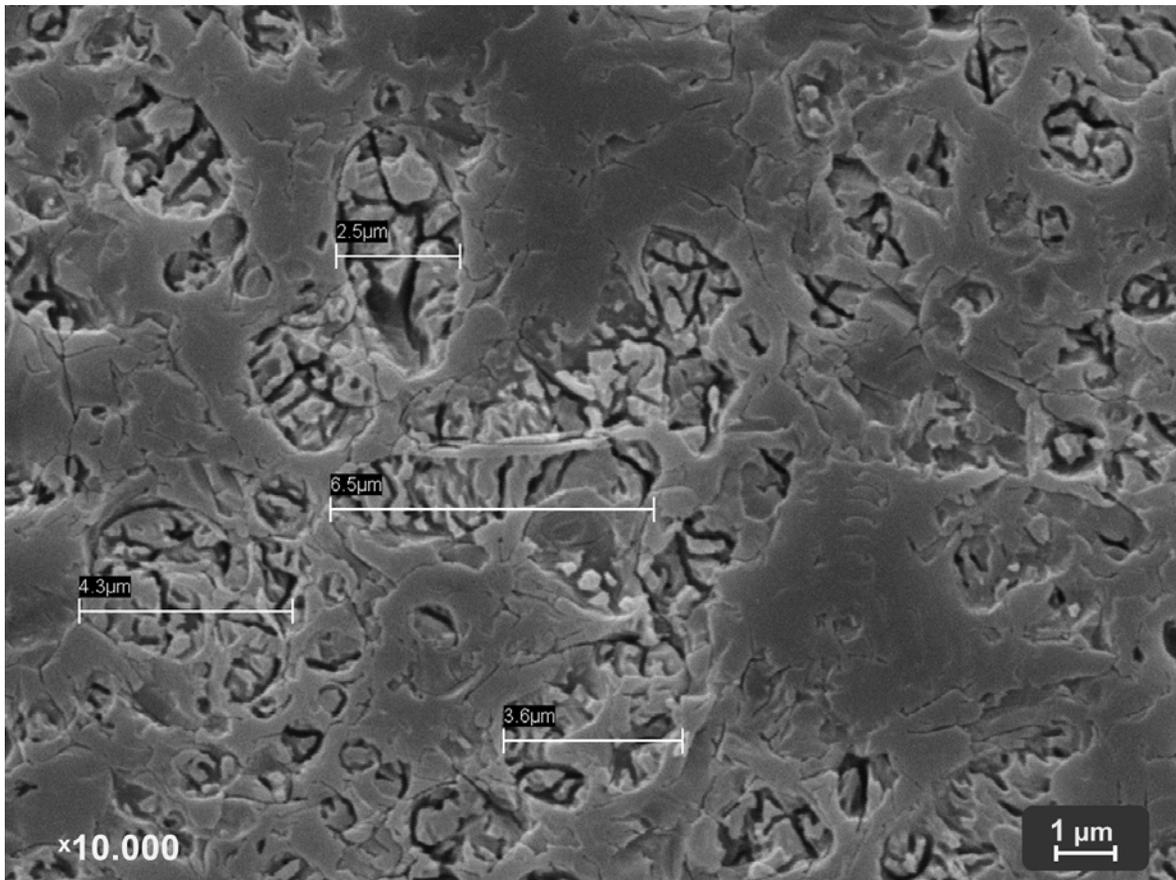


Figura 9: *Segunda Termo-Prensagem*: Micrografias ilustrando cristais de leucita com tamanho médio de 4,1 µm. Nota-se aumento da concentração cristalina; é possível perceber a menor quantidade de matriz vítrea adjacente aos cristais, assim como maior tendência a formação de *clusters* (ou aglomerados cristalinos) .

Na terceira-termo prensagem (Figura 10), todas as alterações verificadas no grupo submetido a duas termo-prensagens puderam também ser observadas, porém em escala ainda maior, sendo o tamanho médio das partículas de 6,3 µm. Presença de clusters (Figura 11) e formações cristalinas atípicas podem ser notadas (Figura 12).

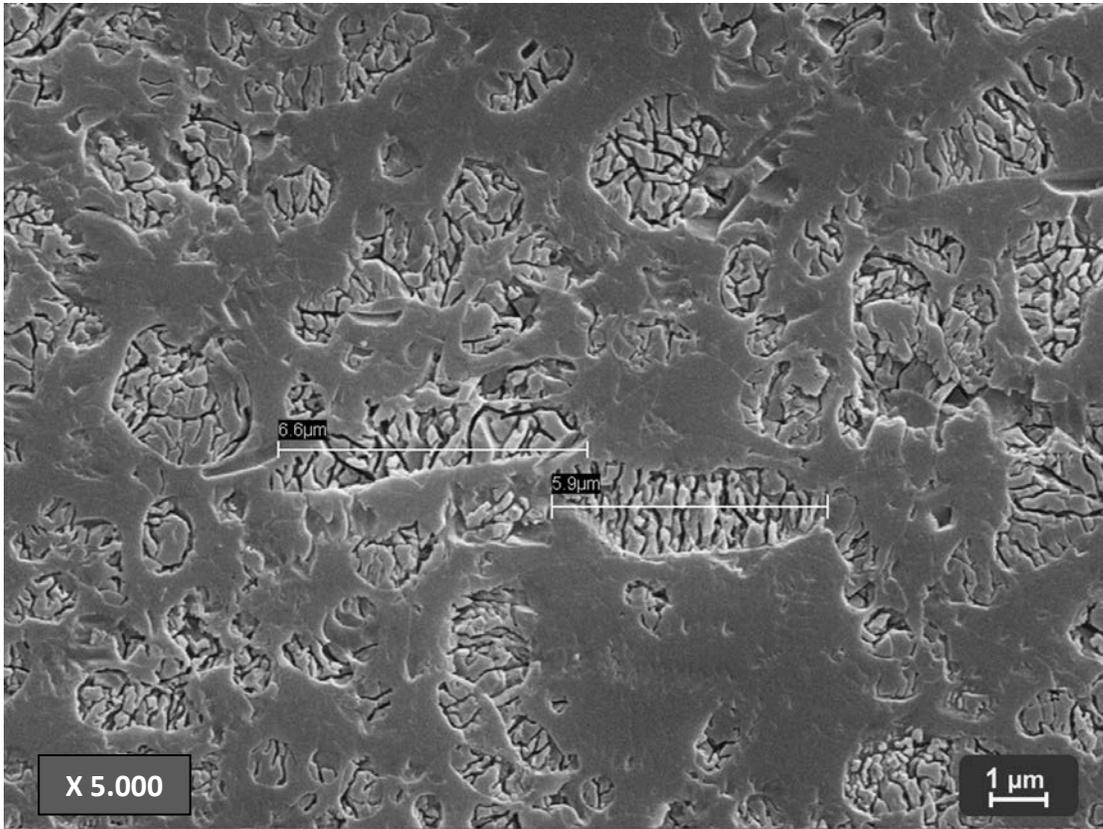
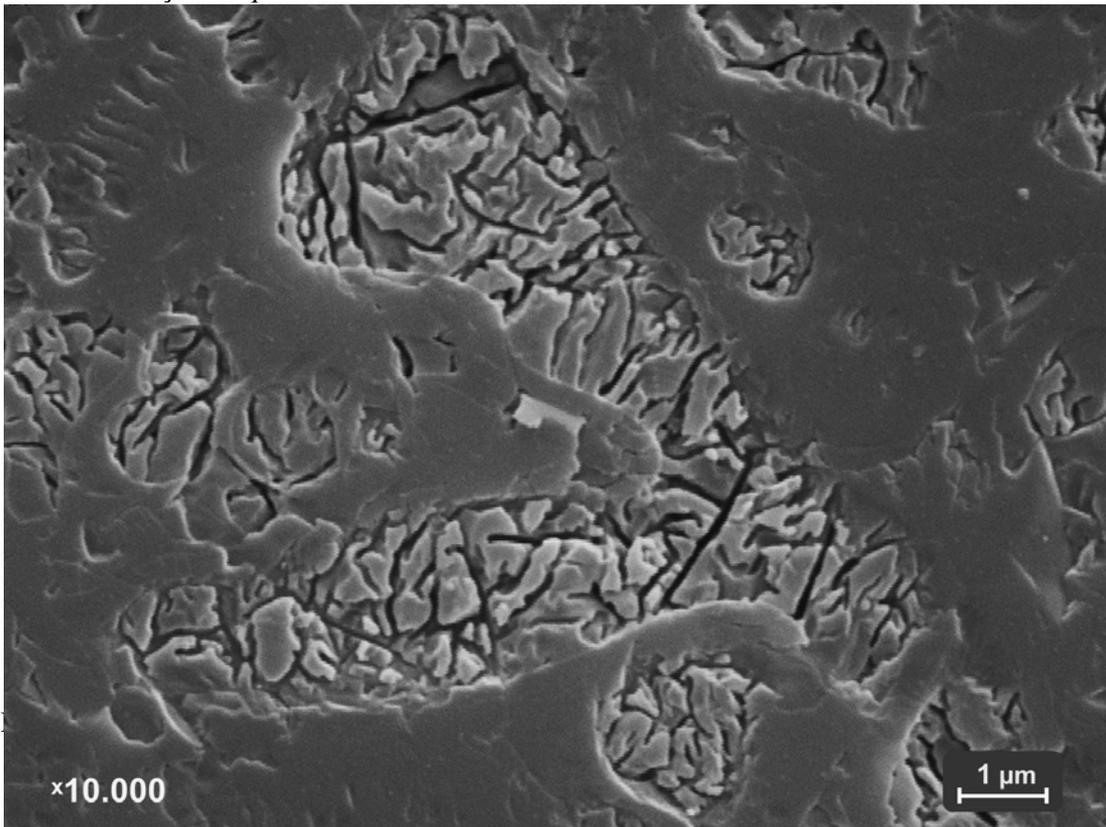


Figura 10: *Terceira Termo-Prensagem*: Micrografia ilustrando o tamanho médio dos cristais de leucitas e relação de quantidade entre fase vítrea e fase cristalina.



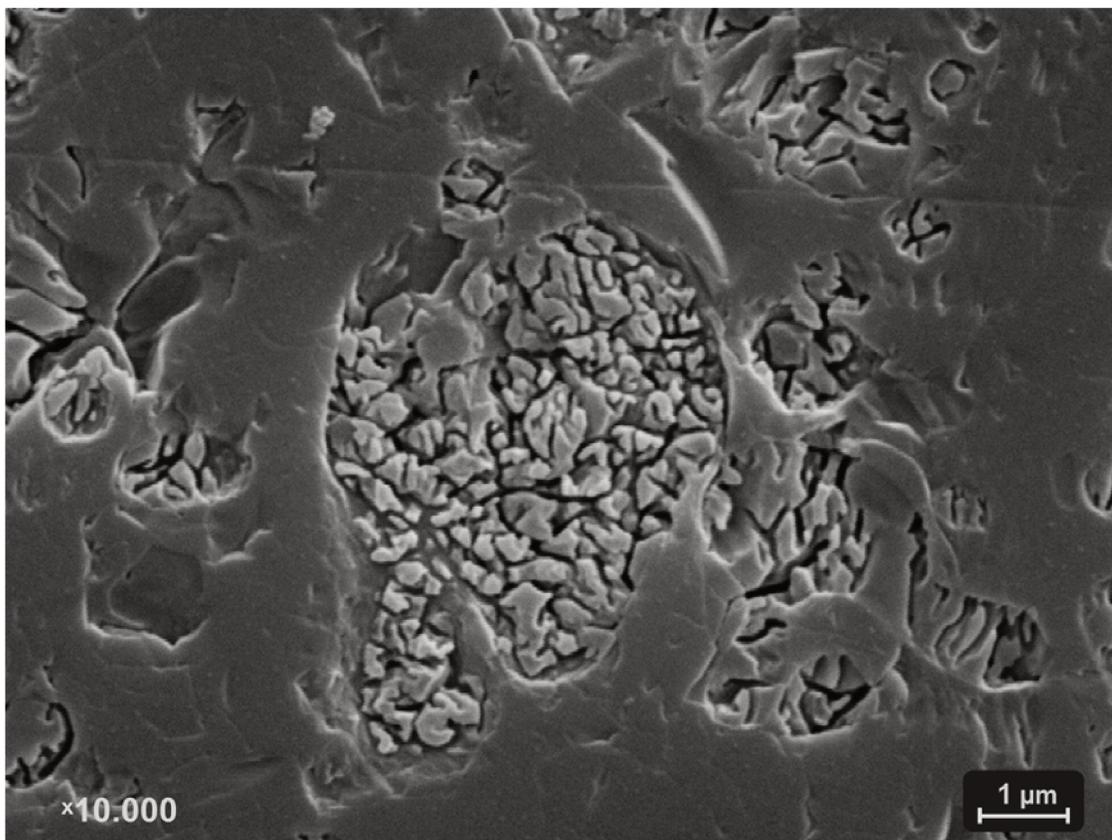


Figura 12: *Terceira Termo-Prensagem*: Formação granular atípica sobre as lamelas cristalinas.

5.1.1 Densidade Cristalina

Os valores de densidade cristalina são exibidos na Tabela 1. Os dados são valores descritivos para as mensurações realizadas por aproximação no software ImageJ.

Tabela 1 . Dados descritivos da caracterização microestrutural e densidade cristalina.

<i>Grupo</i>	<i>Densidade cristalina</i> (% de área total)	<i>Tamanho médio da partícula</i> (μm)	<i>Faixa de tamanho da partícula</i> (μm)	<i>Componente Cristalino*</i>
TP1	31,9	2,4	0,5 – 14,5	Leucita tetragonal e cúbica
TP2	34,0	4,1	1,3 – 22,7	
TP3	35,2	6,3	2,2 – 24,5	

A plotagem das áreas superficiais das imagens referentes a um valor médio aproximado de cada termo-prensagem estão ilustradas na Figura 13 - A, B e C. Os picos gráficos elevados referem-se as áreas ocupadas pelos cristais de leucita. As imagens 13 - B e 13 - C apresentam maior área preenchida pela leucita comparada a imagem 13 - A. Os resultados gráficos mostram também uma menor quantidade de áreas planas nas imagens obtidas dos grupos TP2 e TP3.

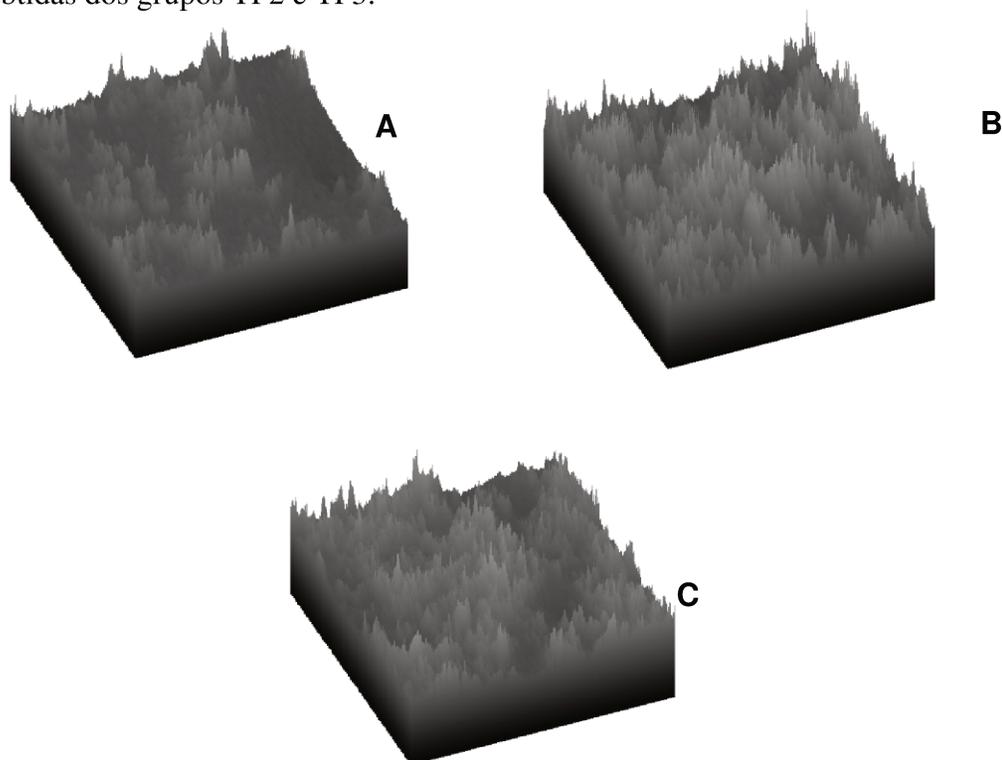


Figura 13: Ilustração representativa da plotagem superficial das imagens referentes a **A** - TP1; **B**- TP2 e **C** - TP3.

5.2 Análise das propriedades mecânicas

5.2.1 Teste de resistência à flexão biaxial

Os resultados do teste de resistência à flexão biaxial estão apresentados na Tabela 2. Os resultados da análise estatística indicam que a resistência dos espécimes submetidos apenas à primeira termo-prensagem foi significativamente maior que a dos grupos submetidos a duas ($p = 0,0064$) e três prensagens ($p = 0,0020$). Por outro lado, não houve

diferença significativa na comparação entre os espécimes submetidos à segunda e terceira termo-prensagens ($p > 0,05$).

Tabela 2: Média e Desvio-padrão dos valores de resistência a flexão biaxial (MPa).

<i>Grupo</i>	<i>Resistência a Flexão Biaxial</i> (MPa)
TP1	219,70 ± 17,92 ^a
TP2	180,66 ± 38,73 ^b
TP3	171,85 ± 32,56 ^b

Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente ao nível de significância de 5% pelo teste de Tukey.

5.2.2 Ensaio de Dureza Vickers

Os resultados do teste de dureza estão apresentados na Tabela 3. A análise estatística detectou diferenças significativas entre os grupos, indicando que a dureza dos espécimes submetidos apenas à primeira termo-prensagem foi significativamente maior que a dos grupos submetidos a duas e três prensagens ($p < 0,001$). Por outro lado, não houve diferença significativa na comparação entre os espécimes submetidos à segunda e terceira termo-prensagens ($p = 0,973$).

Tabela 3: Média e Desvio-padrão dos valores do ensaio de dureza Vickers (VHN).

<i>Grupo</i>	<i>Valores de Dureza (VHN)</i>
TP1	589,1 ± 18,1 ^a
TP2	551,8 ± 13,9 ^b
TP3	552 ± 22,2 ^b

Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente ao nível de significância de 5% pelo teste de Tukey.

5.3 Características da luz transmitida através da cerâmica

5.3.1 Influência do número de queimas na irradiância e espectro de luz

A figura 14A mostra os espectros de luz transmitidos através das 3 espessuras de cerâmica após a primeira termo-prensagem. Houve diminuição na irradiância quando os discos foram interpostos entre a fonte de luz e o potenciômetro digital: quanto maior a espessura da cerâmica, menor a irradiância, fato que também foi observado após a segunda (Figura 14B) e terceira (Figura 14C) termo-prensagens. (controle: sem interposição de disco)

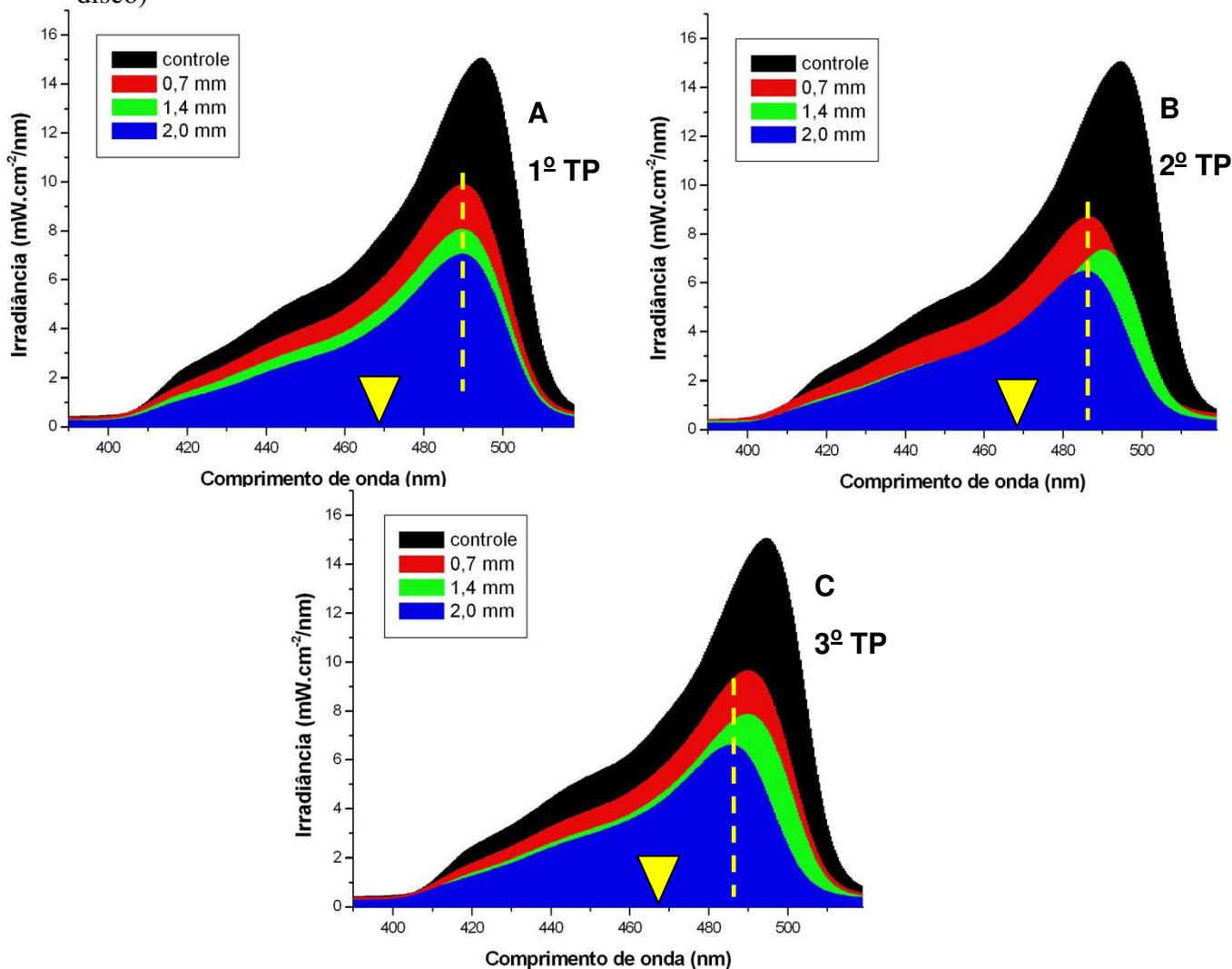


Figura 14 – **A** - Espectros de luz emitidos através de disco com diferentes espessuras de cerâmicas após serem submetidas a *primeira* termo-prensagem; **B** - Espectros de luz emitidos através de disco com diferentes espessuras de cerâmicas após serem submetidas a *segunda* termo-prensagem; **C** - Espectros de luz emitidos através de disco com diferentes espessuras de cerâmicas após serem

submetidas a *terceira* termo-prensagem. (A seta amarela identifica o comprimento de onda de máxima absorbância da canforoquinona.)

A Figura 15 mostra os espectros transmitidos através das cerâmicas submetidas à primeira, segunda e terceira termo-prensagens para espessura de 0,7 mm. Com o aumento do número de termo-prensagens houve diminuição na irradiância; o grupo controle (grupo TP1) apresentou o maior valor de irradiância (729 mW/cm^2), seguido do grupo TP3 (711 mW/cm^2) e por último o grupo TP2 (709 mW/cm^2).

A

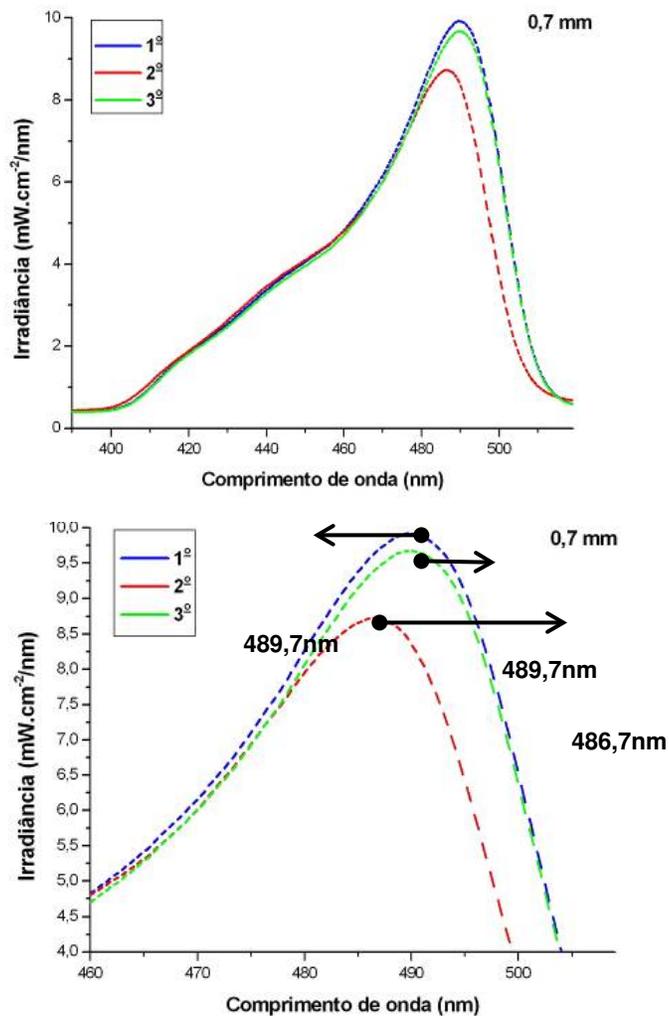


Figura 15 – Comparação entre os espectros de luz através de discos de 0,7 mm de espessura após primeira, segunda e terceira termo-prensagens. A - Gráfico representativo do espectro amplo; B - Destaque para região de picos de emissão de luz informados em nanômetros (nm).

A Figura 16 mostra os espectros da primeira, segunda e terceira termo-prensagens para espessura de 1,4 mm. Da mesma forma, houve diminuição na irradiância com o aumento do número de termo-prensagens; o grupo controle TP1 apresentou o maior valor de intensidade de luz (573 mW/cm^2), seguido do grupo TP3 (569 mW/cm^2) e por último o grupo TP2 (563 mW/cm^2).

A

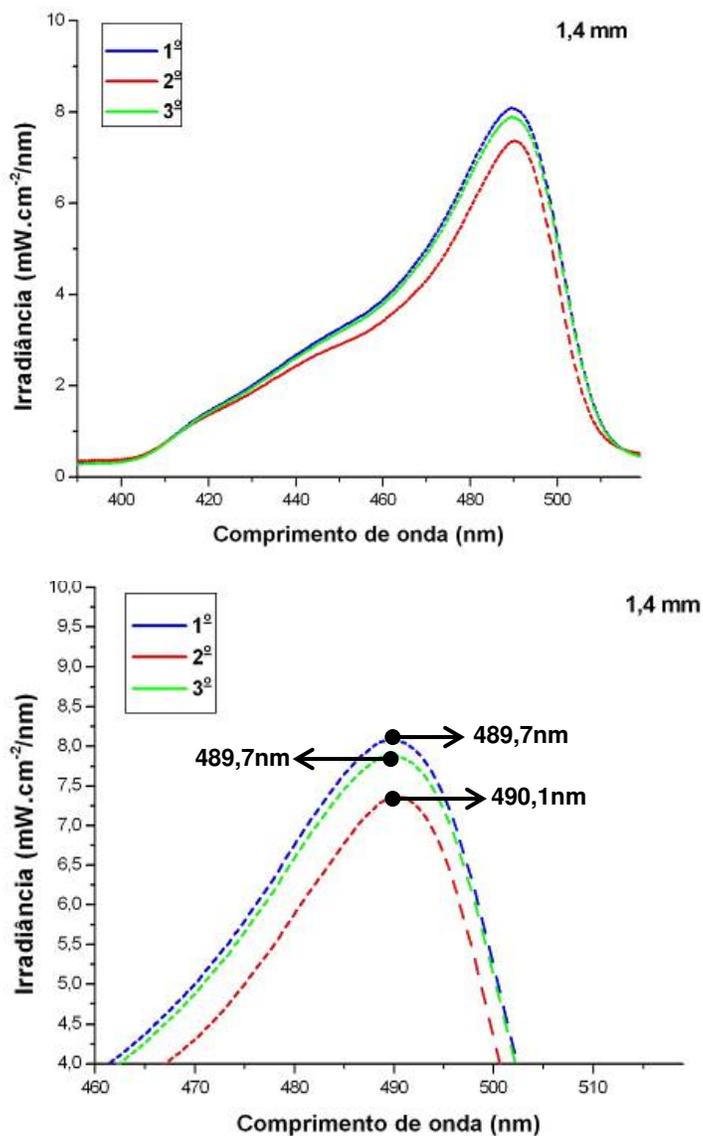


Figura 16 – Comparação entre os espectros de luz através de discos de 1,4 mm de espessura após primeira, segunda e terceira termo-prensagens. A. Gráfico representativo do espectro amplo; B. Destaque para região de picos de emissão de luz informados em nanômetros (nm).

A Figura 17 mostra os espectros da primeira, segunda e terceira termoprensagens para espessura de 2 mm. Novamente foi observada diminuição da irradiância com aumento do número de termoprensagens; o grupo controle TP1 apresentou o maior valor (505 mW/cm^2), seguido do grupo TP3 (501 mW/cm^2) e por último o grupo TP2 (492 mW/cm^2). Observou-se que os valores de irradiância para a 3ª queima foram consistentemente mais elevados quando comparados à 2ª termoprensagem, independente da espessura do disco cerâmico.

A

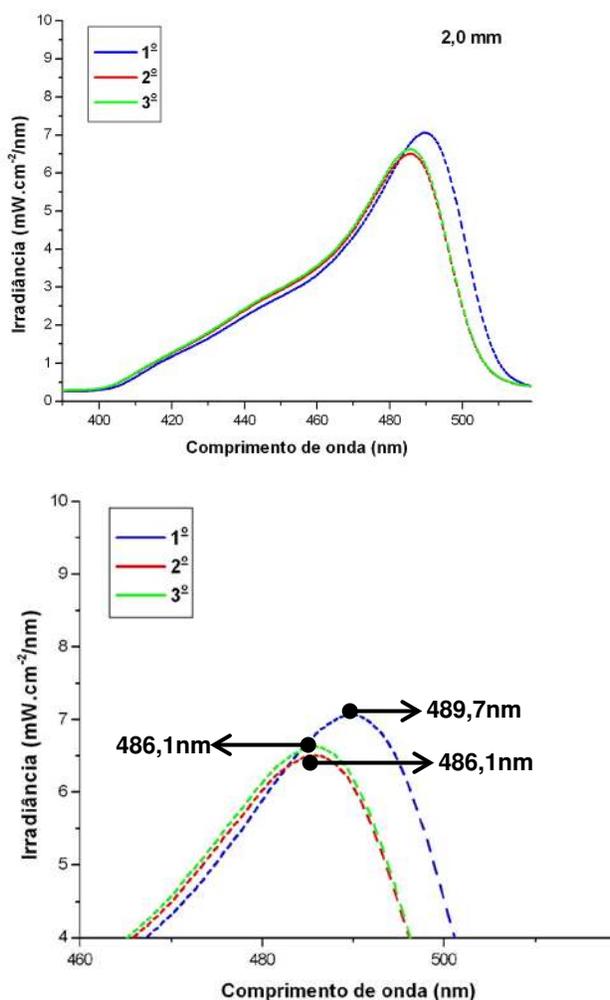


Figura 17 – Comparação entre os espectros de luz através de discos de 1,4 mm de espessura após primeira, segunda e terceira termoprensagens. A. Gráfico representativo do espectro amplo; B. Destaque para região de picos de emissão de luz informados em nanômetros (nm).

5.3.2 *Influência do número de queimas na amplitude do espectro e pico de emissão*

Voltando ao Gráfico 14A pode ser notada diferença no pico de emissão de luz quando os discos foram interpostos entre a fonte luminosa e o potenciômetro digital (todos os valores podem ser analisados de forma comparativa na Tabela 4). A variação do comprimento de onda do pico de emissão foi idêntica para todas espessuras de discos cerâmicos submetidos a 1ª termo-prensagem. O Gráfico 14B, pode ser notado que todos os picos de emissão da luz transmitida através dos espécimes submetidos a duas termo-prensagens apresentaram valores distintos daqueles apresentados pelo espectro mensurado sem a interposição da cerâmica. Em outras palavras, cada espessura modificou de maneira distinta os valores do pico de emissão do espectro luminoso. No Gráfico 14C, pode ser notado que, exceto para o disco de 2 mm de espessura, os demais discos cerâmicos voltaram a apresentar variação uniforme do comprimento de onda do pico de emissão apresentado no grupo submetido a apenas uma termo-prensagem.

Quando avaliado o fator número de termo-prensagens dentro de cada espessura, os discos das diferentes termo-prensagens apresentaram picos de emissão de luz diferentes dos valores do pico controle. Analisando a espessura de 0,7mm, somente o disco submetido a duas termo-prensagens apresentou valor do pico de emissão diferente (486,4 nm) comparado à TP1 e TP3 prensagens (489,7 nm). A mesma avaliação feita dentro da espessura 1,4 mm mostra que, novamente, somente o disco submetido a duas termo-prensagens apresentou valor do pico de emissão diferente (490,1 nm) contra os 489,7 nm da TP1 e TP3. Por último, na espessura de 2 mm, o disco submetido a uma prensagem apresentou valor distinto (489,7 nm) dos discos submetidos a duas e três queimas (486,1 nm). Já, com relação à amplitude do espectro de luz, não foi verificada diferença entre os grupos, independente da espessura da cerâmica ou do número de termo-prensagens a que os espécimes foram submetidos (Tabela 4).

TABELA 4: Características da luz para todos os grupos avaliados.

Grupo	Irradiância *			Intervalo de emissão**			Pico de emissão **		
	(mW/cm ²)			(nm)			(nm)		
	<i>Termo – Prensagem</i>								
	1 ^o	2 ^o	3 ^o	1 ^o	2 ^o	3 ^o	1 ^o	2 ^o	3 ^o
Controle	794						494,5		
0,7 mm	729	709	711	400-510			489,7	486,4	489,7
1,4 mm	573	563	569				489,7	490,1	489,7
2,0 mm	505	492	501				489,7	486,1	486,1

*Valores confirmados com potenciômetro digital. **Dados obtidos com espectrômetro digital.

6 DISCUSSÃO

Cerâmicas odontológicas apresentam vantagens evidentes como materiais restauradores, quando corretamente indicadas e processadas. Dada a possibilidade do reaproveitamento dos excedentes cerâmicos resultantes do processo de termo-prensagem, torna-se necessária a análise das propriedades que envolvem comportamento clínico satisfatório do material, no caso específico, as propriedades ópticas e mecânicas da cerâmica a base de leucita.

De acordo com a literatura, alguns vidros e cerâmicas podem ser reforçados por um processo que é conhecido como “têmpera”, onde o tratamento térmico induz tensões residuais compressivas no corpo e superfície da cerâmica que podem aumentar a resistência a falha que pode ocorrer quando falhas se propagam sob ação de tensões de tração (DeHoff *et al.*, 1996). De qualquer forma, no presente estudo quando a cerâmica foi submetida a mais de uma termo-prensagem a microestrutura foi alterada e as propriedades ópticas e mecânicas diminuídas, portanto, as hipóteses testada foram aceitas.

Vários fatores tem sido relacionados a mudanças no conteúdo e na forma como a leucita se apresenta nas cerâmicas vítreas baseadas nesse cristal, dentre eles: sucessivas sinterizações (Albakry *et al.*, 2004, Chung *et al.*, 2009), solda pós-sinterização (Mackert *et al.*, 1995), esfriamento rápido (Barreiro *et al.*, 1989, Mackert & Evans, 1991) e outros tratamentos durante o processamento térmico (Denry *et al.*, 1996). A grande maioria desses estudos estabeleceu algum tipo de relação entre propriedades mecânicas e características microestruturais, seja por abordagens quantitativas, por exemplo, análise por difração de raios X, como por abordagens qualitativas, como análise em microscopia eletrônica de varredura (Mackert & Williams, 1996, Rasmussen *et al.*, 1998, Albakry *et al.*, 2004, Kontonasaki *et al.*, 2008, Chung *et al.*, 2009). Em concordância, no presente estudo, todos os achados parecem ter algum tipo de relação com os achados da análise que caracterizou a microestrutura. O aumento das dimensões e quantidade dos cristais de leucita mostrou relação com o aumento do número de ciclos de TP. A maior desorganização na forma como os cristais estão distribuídos espacialmente na matriz vítrea também pode ter implicações negativas no comportamento mecânico da microestrutura. Cattell *et al.*, em 1999, afirma

que os métodos de produção comumente utilizados para a confecção de cerâmicas comerciais resultaria em cerâmicas vítreas com conteúdos de até 45%, em volume, e microestruturas com pouca homogeneidade, e Cesar *et al.*, em 2008, afirma que o existe um conteúdo ótimo de leucita para atingir resistência máxima. Apesar do conteúdo encontrado na análise estar próximo as faixas acima descritas, e a outras mensurações de densidade cristalina em cerâmicas prensadas (Cattell *et al.*, 1999), a desorganização da estrutura foi um achado marcante, ficando evidente na análise das imagens que houve aumento do tamanho do cristal, da quantidade de cristais e da formação de *clusters*. O desvio-padrão mais elevado nos grupos processados por mais de uma vez também são podem ser indicativos de alterações na homogeneidade da estrutura.

Outro aspecto relevante que deve ser abordado a respeito de múltiplos ciclos de queima/aquecimento de cerâmicas contendo $K_2O.AL_2O_3.SiO_2$ é a formação de outra fase cristalina diferente da leucita. De acordo com o diagrama de fases para o sistema $K_2O.AL_2O_3.SiO_2$, sanidina ($Na, KAlSi_3O_8$) é uma das fases que poderia se cristalizar após múltiplas queimas nas cerâmicas dentais reforçadas por leucita (Mackert *et al.*, 1986, Barreiro *et al.*, 1989). Denry *et al.*, em 2001, relataram que a presença de sanidina estaria associada a ocorrência de extensivas micro-trincas, sendo isso atribuído à discrepância no coeficiente de expansão térmica CET entre sanidina e matriz vítrea, além de notável aumento na refletividade óptica. Embora nenhuma das análises realizadas no estudo seja capaz de comprovar acertadamente a presença de sanidina, na Figura 12 é possível ver um precipitado cristalino que poderia ser alguma outra fase cristalina, que não a leucita.

Outra possível explicação seria o papel da água na concentração de leucita, esse mecanismo envolveria o tanto o aumento na nucleação, que resulta no aumento da quantidade de cristais, quanto o das dimensões de cada cristal. O sistema $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ é reconhecidamente higroscópico e a presença de água dissolvida e incorporada no material cerâmico na forma de hidroxila tem sido mostrada como capaz de aumentar as taxas de cristalização (Mackert *et al.*, 2000). Se durante o processamento e o manuseio, em algum momento, os remanescentes entrarem em contato com água (no caso do presente estudo, por exemplo, os remanescentes foram limpos em cuba ultrasônica com água destilada), esse

fator poderia interferir nas características da cerâmica e talvez ser responsável pela diferença encontrada nas microestruturas das amostras submetidas a 2 e 3 TPs. De qualquer forma, reafirmando, no presente estudo, todos os achados referentes a propriedades mecânicas e ópticas, parecem ter algum tipo de relação com os dados da análise de caracterização da microestrutura.

Do ponto de vista físico, o ensaio de dureza pode ser visto como um mecanismo predominante de deformação, principalmente em sólidos plásticos, relatando diretamente o escoamento entre as moléculas. Entretanto, em sólidos covalentes e friáveis como as cerâmicas, essa correspondência torna-se duvidosa, pois o limite de resistência ao cisalhamento é atingido antes que o escoamento ocorra. Segundo Li *et al.* 1989, a análise da distribuição das tensões produzidas pelas penetrações é extremamente complexa, provavelmente devido à anisotropia individual dos grãos dos sólidos cristalinos, principalmente das cerâmicas multifásicas. Apesar dessas complicações, Lawn & Marshall, em 1989, afirmaram que a dureza (H) é o parâmetro de deformação mais acessível na classificação dos materiais resistentes, podendo ser utilizado na mensuração da friabilidade dos materiais, pela razão com a tenacidade à fratura, que é a propriedade relacionada a habilidade de um material de resistir ao início e propagação de uma trinca. Dessa forma, considerando que sucessivas queimas alteram a microestrutura e a densidade cristalina e que essas características tem relação direta com as propriedades acima descritas, a mensuração dos valores de dureza é de significativo valor científico para o estudo.

Entretanto, com o aumento da concentração da leucita, os valores de dureza tendem a diminuir, podendo indicar que os cristais de leucita presentes talvez possuam menor dureza Vickers que a matriz vítrea circundante, ou que de alguma forma ou aumento da dimensão dos cristais ou de sua concentração colabore com o decréscimo da dureza do conjunto. Li *et al.*, em 1989, observaram influência da intensidade de carga aplicada na dureza Vickers, exceto quando cargas maiores que 3 N foram aplicadas. Em 1997, Quinn & Quinn confirmaram essas informações, explicando que a energia aplicada após 3 N, passa a ser utilizada na formação e propagação de trincas, aliviando a deformação. Fazendo-se uma relação não-direta, esse dado poderia explicar o decréscimo encontrado nos valores de

dureza e sua relação com o crescimento do tamanho do cristal e o aumento da densidade cristalina. Esses resultados corroboram com (Kon *et al.*, 1994) que encontraram que o maior conteúdo de leucita proporcionaria menor dureza. Além disso, é provável que homogeneidade da microestrutura original, tenham promovido o endurecimento da superfície, fato que confirma o achado que comparou a dureza em materiais cerâmicos relativa a organização microestrutural da superfície (Palin *et al.*, 2001).

Além do ensaio de resistência que mensura a dureza, vários outros métodos são utilizados para avaliar as propriedades mecânicas de cerâmicas odontológicas, como testes de tração, tração diametral, microtração, compressão, resistência a flexão e tenacidade a fratura (Jin *et al.*, 2004). Materiais frágeis como as cerâmicas são consideravelmente mais frágeis sob tração que quando sob compressão, fazendo com que metodologias que testem o material em condições de tração tenham aplicação mais condizente com a realidade funcional do material restaurador (Cattell *et al.*, 1999, Anusavice, 2005, Conrad *et al.*, 2007). Os testes de resistência a flexão apresentam vantagens relativas devido as facilidades de confecção dos corpos-de-prova e simplicidade dos equipamentos de teste. Dentre os testes, os mais comuns são os de flexão sobre três e quatro pontos, que apresentam limitação: as amostras com geometria paralelepípedica concentram tensão em suas arestas de 90°, podendo subestimar os valores reais de resistência do material (Zeng *et al.*, 1996). Dessa maneira, o teste de resistência a flexão biaxial tem sido frequentemente utilizado para analisar as propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas, inclusive tendo sido adotado como teste padrão internacional pela *American Society for Testing Materials* (ASTM).

Os resultados encontrados no teste de resistência a flexão biaxial, também apresentaram decréscimo na resistência com o aumento do número de TP. Porém, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos submetidos a duas e três TPs. Esses resultados podem encontrar uma possível relação com o aumento da densidade cristalina verificada na análise por meio de MEV. Embora o cálculo da densidade cristalina por meio do software ImageJ seja uma aproximação não exata, fica evidente na análise das imagens que houve aumento do tamanho do cristal, da quantidade de cristais e da formação

de *clusters*. A relação entre resistência e concentração de leucita na cerâmica não é diretamente proporcional, parece existir uma concentração ótima do cristal para atingir-se resistência máxima (Cesar *et al.*, 2008) e embora os valores encontrados para todos os grupos estejam próximos a essa faixa estabelecida na literatura, o desvio-padrão aumentado pode significar menor confiabilidade do material (Albakry *et al.*, 2004).

Outra possibilidade que poderia explicar o decréscimo dos valores de resistência a flexão biaxial seria a diferença entre os coeficientes de expansão térmica (CET) da leucita (22 a $25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) e da matriz vítrea ($8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), que poderia gerar tensões residuais durante o resfriamento do material, resultando no surgimento de micro-trincas que agiriam como sítios iniciadores de falhas, fato esse que explicaria o decréscimo na resistência do material (Mackert & Williams, 1996). Em outras palavras, quanto maior a quantidade de cristais, maior a probabilidade de ocorrência de interface com a matriz vítrea propensa ao início de falha.

Com base nessa informação, o fabricante modulou para o IPS Empress Esthetic, o tamanho médio de partícula, e a forma como cristais de leucita são distribuídos de maneira mais homogênea comparada ao sistema que o antecedeu, IPS Empress. Essa melhoria aumentou a resistência a flexão do novo sistema em aproximadamente 10% (Ivoclar-Vivadent, 2004). Então, a alteração na microestrutura encontrada nas fotomicrografias provavelmente pode ser responsável pelo decréscimo nos valores de resistência a flexão biaxial para os grupos TP2 e TP3, e dessa forma um contrassenso, o reaproveitamento estaria indo no sentido contrário ao avanço obtido pelo fabricante com a reformulação do material

A literatura mostra que diferença existente entre os valores teóricos de resistência das cerâmicas calculados a partir das forças atômicas de união (7000 - 70.000 MPa) e os valores de resistência observados na literatura (7 - 1100 MPa), deve-se à presença de descontinuidades, falhas no interior ou fendas superfície do material (Drummond *et al.*, 2000). Qualquer estratégia que possibilite a diminuição da incorporação de variáveis que tornem o material menos homogêneo deve ser levada em consideração. A observância desses fatores podem não somente interferir resistência mecânica como alterar outras propriedades físicas, como as propriedades ópticas do material.

O decréscimo da irradiância através das diferentes espessuras avaliadas confirma diversos estudos presente na literatura (Brodbelt *et al.*, 1980; Blackman *et al.*, 1990; Soares *et al.*, 2006; Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2007). Esse efeito de atenuação é atribuído a absorção, reflexão e refração da energia luminosa quando passa por corpos sólidos (Uctasli *et al.*, 1994). Além do efeito da atenuação, os resultados do presente estudo mostraram que a interposição dos discos cerâmicos alterou o comprimento de onda dos espectros transmitidos através deles. Koch *et al.*, em 2007 descreveu como o perfil dos espectros de algumas unidades fotoativadoras mantiveram a simetria após a transmissão através da cerâmica, enquanto outras unidades altas taxas de absorbância foram relatadas em baixos comprimentos de onda. A cerâmica vítrea reforçada por leucita, IPS Empress Esthetic, apresenta alta translucidez, menor tamanho médio de partícula, e cristais de leucita distribuídos de maneira mais homogênea quando comparado ao sistema que o antecedeu, IPS Empress. Essa melhoria pode ser observada nos resultados dos corpos-de-prova submetidos a apenas uma TP, onde não houve alteração no espectro de luz transmitida. Por outro lado, após a segunda e terceira TP houve variação no comprimento de onda e no pico de luz emitida. Dessa forma, esses achados sugerem alteração nas propriedades de transmissão de luz, que poderiam alterar de alguma forma a característica estética do material. Os achados concordam com o estudo de Zhang *et al.*, de 2004, onde os autores mostraram que a translucidez das cerâmicas pode ser afetada por vários fatores, como espessura, microestrutura e número de ciclos de queima.

Uma possível extrapolação dos achados a respeito da alteração do pico de emissão da luz transmitida através da cerâmica também poderia ser prejudicial ao grau de conversão de um polímero que subjacente a uma restauração cerâmica obtida a partir de cerâmica submetida a sucessivas TPs. Considerando que a maioria dos compósitos utilizados para cimentação possui a canforoquinona como foto iniciador, variação no pico de emissão para valores distantes do espectro de absorção ótima da canforoquinona (aproximadamente 468nm), poderia resultar em polimerização menos eficiente (Neumann *et al.*, 2006). Independente do reaproveitamento dos remanescentes cerâmicos, o uso de unidades de fontes luz com irradiância suficiente para compensar a atenuação da luz através

da cerâmica é recomendado para se obter satisfatória conversão dos compósitos usados para cimentação, quando houver aumento da espessura da cerâmica. Embora os resultados do presente estudo não tenham levado em consideração outros efeitos que podem interferir na ativação.

Segundo as recomendações do fabricante (Ivoclar-Vivadent, 2006), a cerâmica IPS Empress Esthetic está indicada para restaurações anteriores. McLean, em 1995, recomenda para regiões anteriores resistências de no mínimo 90 MPa para obter ótima desempenho e longevidade das restaurações cerâmicas. Dessa forma analisando isoladamente os dados referentes as propriedades mecânicas, o material ainda permaneceria dentro da faixa de resistência necessária para manter-se a indicação. Entretanto, os achados referentes as propriedades ópticas contra-indicam o reaproveitamento do material para mais de uma TP. Além desse fato, análises adicionais como o comportamento dessas cerâmicas sob fadiga tornam-se extremamente necessárias, visto que a fadiga tem papel fundamental nas falhas de restaurações cerâmicas em uso funcional (Morena *et al.*, 1986, White, 1993, Sobrinho *et al.*, 1998).

7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados do presente estudo:

- Sucessivas termo-prensagens alteraram a microestrutura da cerâmica vítrea reforçada por leucita avaliada no presente estudo;
- O reaproveitamento do material cerâmico termo-prensado IPS Empress Esthetic alterou propriedades mecânicas e propriedade ópticas interferindo na passagem de luz através do corpo cerâmico.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength and microstructure of two recycled pressable glass ceramics. *J Prosthodont*. 2004; 13(3): 141-9.
- Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent*. 2003; 31(3): 181-8.
- Anusavice KJ. Degradability of dental ceramics. *Adv Dent Res*. 1992; 6:82-9.
- Anusavice KJ. *Philips - Materiais Dentários*. 2005
- Barreiro MM, Riesgo O, Vicente EE. Phase identification in dental porcelains for ceramo-metallic restorations. *Dent Mater*. 1989; 5(1): 51-7.
- Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent*. 1990; 63(3): 295-300.
- Brodbelt RH, O'Brien WJ, Fan PL. Translucency of dental porcelains. *J Dent Res*. 1980; 59(1): 70-5.
- Cattell MJ, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. The biaxial flexural strength of two pressable ceramic systems. *J Dent*. 1999; 27(3): 183-96.
- Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater*. 2008; 24(8): 1114-22.
- Chen X, Chadwick TC, Wilson RM, Hill R, Cattell MJ. Crystallization of high-strength fine-sized leucite glass-ceramics. *J Dent Res*. 2010; 89(12): 1510-6.
- Chung KH, Liao JH, Duh JG, Chan DC. The effects of repeated heat-pressing on properties of pressable glass-ceramics. *J Oral Rehabil*. 2009; 36(2): 132-41.
- Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007; 98(5): 389-404.
- DeHoff PH, Anusavice KJ, Vontivillu SB. Analysis of tempering stresses in metal-ceramic disks. *J Dent Res*. 1996; 75(2): 743-51.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Denry IL, Holloway JA, Colijn HO. Phase transformations in a leucite-reinforced pressable dental ceramic. *J Biomed Mater Res.* 2001; 54(3): 351-9.

Denry IL, Mackert JR, Jr., Holloway JA, Rosenstiel SF. Effect of cubic leucite stabilization on the flexural strength of feldspathic dental porcelain. *J Dent Res.* 1996; 75(12): 1928-35.

Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. *Int J Prosthodont.* 1992; 5(1): 9-16.

Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mater.* 2000; 16(3): 226-33.

Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007; 131(2): 253-62.

Gopferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials.* 1996; 17(2): 103-14.

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

Hondrum SO. A review of the strength properties of dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 1992; 67(6): 859-65.

Ivoclar-Vivadent. Instructions for Use for Dental technicians IPS Empress Esthetic. 2006;

Ivoclar-Vivadent. Scientific Documentation IPS Empress Esthetic. 2004;

Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J.* 2004; 23(4): 490-6.

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

Koch A, Kroeger M, Hartung M, Manetsberger I, Hiller KA, Schmalz G, Friedl KH. Influence of ceramic translucency on curing efficacy of different light-curing units. *J Adhes Dent.* 2007;9(5):449-62.

Kon M, Kawano F, Asaoka K, Matsumoto N. Effect of leucite crystals on the strength of glassy porcelain. *Dent Mater J.* 1994; 13(2): 138-47.

Kontonasaki E, Kantiranis N, Papadopoulou L, Chatzistavrou X, Kavouras P, Zorba T *et al.* Microstructural characterization and comparative evaluation of physical, mechanical and biological properties of three ceramics for metal-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2008;

Lawn BR, Marshal DB. Hardness, Toughness, and Brittleness: An Indentation Analysis. *J Am Ceram Soc* 1979; 62(7-8): 347-50.

Lee HH, Kon M, Asaoka K. Influence of modification of Na₂O in a glass matrix on the strength of leucite-containing porcelains. *Dent Mater J.* 1997; 16(2): 134-43.

Li Z, Ghsh A, Kobayashi AS, Bradt RC. Indentation fracture toughness of sintered silicon carbide in the Palmqvist regime. *J Am Ceram Soc* 1989; 72(6): 904-11.

Mackert JR, Jr., Butts MB, Fairhurst CW. The effect of the leucite transformation on dental porcelain expansion. *Dent Mater.* 1986; 2(1): 32-6.

Mackert JR, Jr., Evans AL. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *J Dent Res.* 1991; 70(2): 137-9.

Mackert JR, Jr., Twiggs SW, Evans-Williams AL. Isothermal anneal effect on leucite content in dental porcelains. *J Dent Res.* 1995; 74(6): 1259-65.

Mackert JR, Jr., Williams AL. Microcracks in dental porcelain and their behavior during multiple firing. *J Dent Res.* 1996; 75(7): 1484-90.

Mackert JR, Jr., Williams AL, Ergle JW, Russell CM. Water-enhanced crystallization of leucite in dental porcelain. *Dent Mater.* 2000; 16(6): 426-31.

McLean JW. New dental ceramics and esthetics. *J Esthet Dent.* 1995; 7(4): 141-9.

McLean JW. The science and art of dental ceramics. *Oper Dent.* 1991; 16(4): 149-56.

McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J.* 1965; 119(6): 251-67.

Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res.* 1986; 65(7): 993-7.

Neumann MG, Schmitt CC, Ferreira GC, Correa IC. The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. *Dent Mater.* 2006; 22(6): 576-84.

Palin WM, Fleming GJ, Marquis PM. An evaluation of the technique sensitivity of a hydrothermal low-fusing dental ceramic. *J Dent.* 2001; 29(6): 443-9.

Probster L. Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont.* 1992; 5(5): 409-14.

Probster L, Geis-Gerstorfer J, Kirchner E, Kanjantra P. In vitro evaluation of a glass-ceramic restorative material. *J Oral Rehabil.* 1997; 24(9): 636-45.

Quin JB, Quinn GD. Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. *J Mater Sci* 1997; 32: 4331-46.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(6): 557-62.

Rasmussen ST, Groh CL, O'Brien WJ. Stress induced phase transformation of a cesium stabilized leucite porcelain and associated properties. *Dent Mater.* 1998; 14(3): 202-11.

Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent.* 2006;31(3):384-9.

Sobrinho LC, Cattell MJ, Glover RH, Knowles JC. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont.* 1998; 11(3): 255-62.

Southan DE, Jorgensen KD. The endurance limit of dental porcelain. *Aust Dent J.* 1974; 19(1): 7-11.

Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallittu PK. Degree of conversion of dual-cure luting resins light-polymerized through various materials. *Acta Odontol Scand.* 2007; 65(4): 201-5.

Twiggs SW, Mackert JR, Jr., Oxford AL, Ergle JW, Lockwood PE. Isothermal phase transformations of a dental porcelain. *Dent Mater.* 2005; 21(6): 580-5.

Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil.* 1994; 21(5): 565-75.

Van Noort R. Clinical relevance of laboratory studies on dental materials: strength determination--a personal view. *J Dent.* 1994;22 Suppl 1:S4-8. Review.

White SN. Mechanical fatigue of a feldspathic dental procelain. *Dent Mater.* 1993; 9(4): 260-4.

Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *J Mater Sci Mater Med.* 2008; 19(5): 1945-51.

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

Zhang Y, Griggs JA, Benham AW. Influence of powder/liquid mixing ratio on porosity and translucency of dental porcelains. *J Prosthet Dent.* 2004; 91(2): 128-35.

APÊNDICE - Achados suplementares

Durante a confecção dos testes piloto, onde foi analisada a viabilidade do reaproveitamento das amostras cerâmicas foram encontrados discos com coloração esverdeada (Figura 18 - A). Essa característica encontrada chamou a atenção, pois a cor, tonalidade e translucidez desses discos piloto foram completamente diferentes das características esperadas, ou seja, da cerâmica original antes ou mesmo depois de processo de termo-prensagem. Certamente, houve contaminação com algum corpo estranho em uma ou mais etapas da manipulação dos fragmentos cerâmicos, seja durante a desinclusão, a fragmentação ou durante a nova termo-prensagem. A natureza do contaminante poderia ser muito distinta, mas os autores consideraram duas possibilidades basicamente: remanescentes do revestimento que permaneceram aderidos a cerâmica e partículas metálicas da prensa mecânica que havia sido inicialmente considerada para realizar a fragmentação.

Objetivando identificar a composição do contaminante, o corpo-de-prova foi submetido a análise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e foram identificados elementos químicos Cr, Fe, Zn e Ni (Figura 18 - C, D e E). Estes elementos normalmente não estão presentes em cerâmicas odontológicas, levando a conclusão que o contaminante é de origem metálica, provavelmente oriundo do instrumento metálico utilizado para fragmentação dos remanescentes.

Com base nos achados da investigação piloto, modificações foram feitas na metodologia para fragmentar os discos e remanescentes cerâmicos, sendo então utilizado disco com corte diamantado (KG Sorensen, Barueri, SP) para reduzir os fragmentos a dimensões não maiores que 2 mm de espessura. Também foi realizada limpeza criteriosa dos fragmentos em cuba ultrasônica durante 10 minutos, em solução de etanol 50%. Apenas os fragmentos com dimensões entre 1 e 2mm de espessura foram utilizados para nova termo-prensagem.

Embora o presente estudo não tenha avaliado especificamente os achados suplementares acima descritos, os autores acreditam que essas informações adicionais tenham grande validade científica, embora necessitem de investigações mais precisas e

específicas. Certamente, quando da re-utilização do material cerâmico no ambiente do laboratório técnico-protético essas contaminações poderão ocorrer e além do prejuízo estético que pode ser percebido de maneira clara na Figura 16.A, sabe-se que incorporação de qualquer corpo estranho, principalmente de origem não-cerâmica, traz redução significativa as demais propriedades do material cerâmico. De qualquer forma, esses achados solidificam as conclusões do presente estudo, dando ênfase a recomendação do não reaproveitamento do material avaliado.

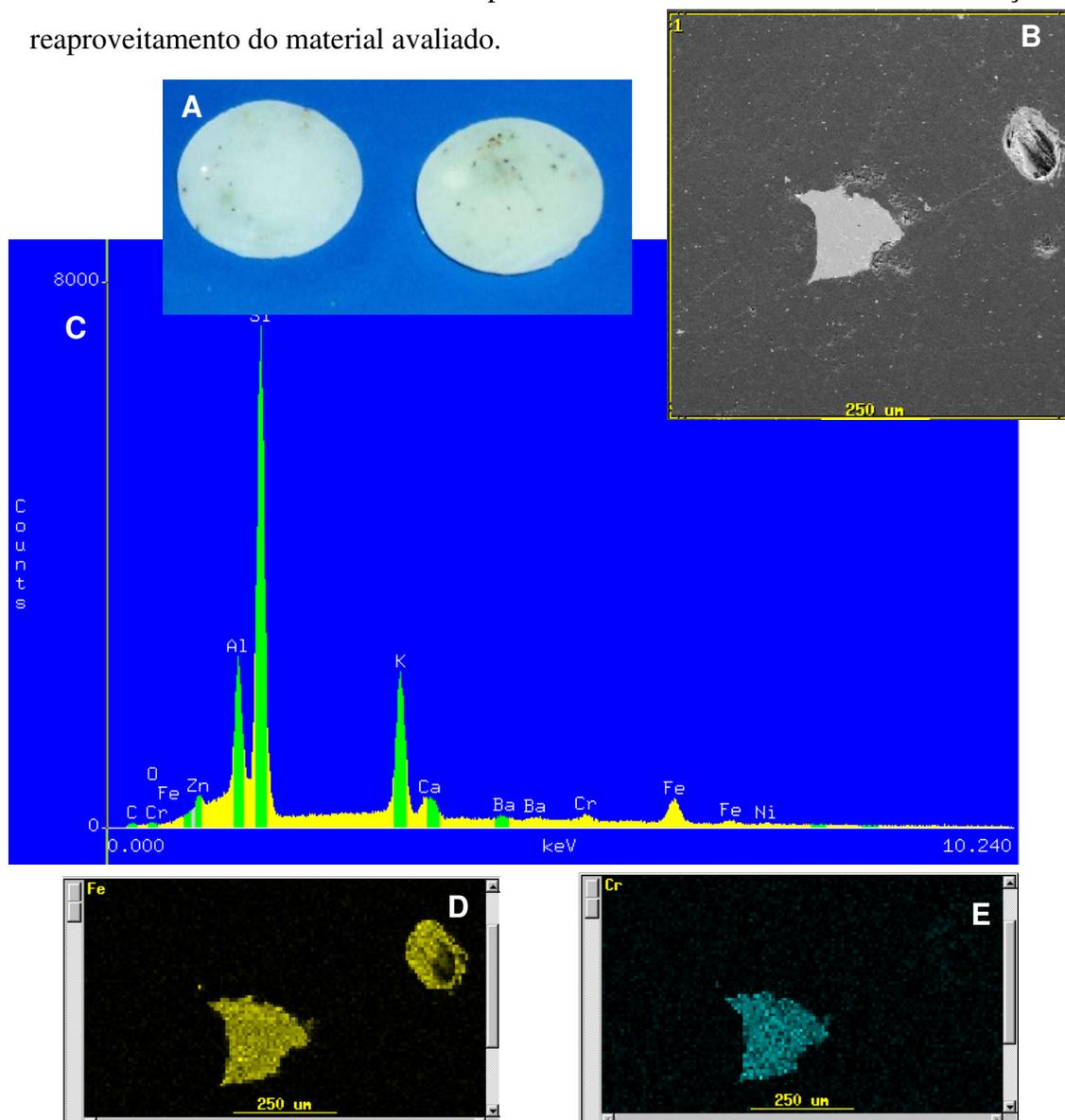


Figura 18 – A. Discos com presença de contaminantes; B. micrografia mostrando o contaminante; C. Picos evidenciando a presença de elementos químicos metálicos Fe, Cr e Zn; D. e E. Análise por espectroscopia de energia dispersiva evidenciando elementos Fe e Cr.