

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

EVERTON COCATI ANDRADE

**EFEITO DO NÚMERO DE QUEIMAS E DA PIGMENTAÇÃO
EXTRÍNSECA NAS PROPRIEDADES DE UMA CERÂMICA A BASE
DE SILICATO DE LÍTIO REFORÇADA POR ZIRCÔNIA**

Juiz de Fora

2020

Andrade, Everton Cocati.

Efeito do número de queimas e da pigmentação extrínseca nas propriedades de uma cerâmica a base de silicato de lítio reforçada por zircônia / Everton Cocati Andrade. -- 2020.

54 p. : il.

Orientadora: Fabíola Pessoa Pereira Leite

Coorientador: Jean Soares Miranda

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2020.

1. Cerâmica. 2. Cor. 3. Silicato de lítio reforçado por zircônia. I. Leite, Fabíola Pessoa Pereira, orient. II. Miranda, Jean Soares, coorient. III. Título.

EVERTON COCATI ANDRADE

**EFEITO DO NÚMERO DE QUEIMAS E DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA NAS
PROPRIEDADES DE UMA CERÂMICA A BASE DE SILICATO DE LÍTIO
REFORÇADA POR ZIRCÔNIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - Graduação em odontologia, do curso Mestrado em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador(a): Prof^a Dr^a. Fabíola Pessoa Pereira Leite

Co-orientador: Prof. Dr. Jean Soares Miranda

Juiz de Fora

2020

EVERTON COCATI ANDRADE

EFEITO DO NÚMERO DE QUEIMAS E DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA DE
UMA CERÂMICA A BASE DE SILICATO DE LÍTIO REFORÇADA POR ZIRCÔNIA

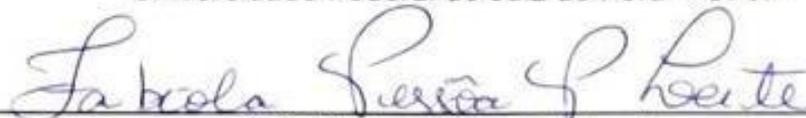
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia do curso de Mestrado em Clínica Odontológica da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Aprovada em 06 de novembro de 2020

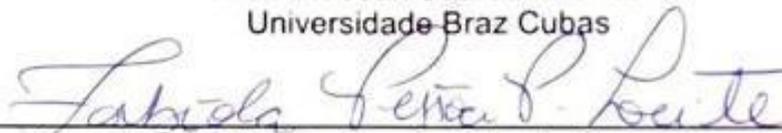
BANCA EXAMINADORA



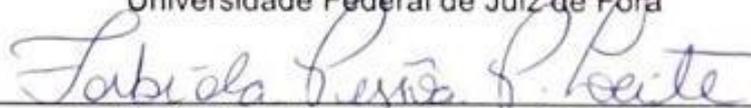
Prof.^a. Dr.^a. Fabíola Pessoa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF



Prof. Dr. Jean Soares Miranda
Universidade Braz Cubas



Prof. Dr. Rodrigo Furtado de Carvalho
Universidade Federal de Juiz de Fora



Prof.^a. Dr.^a. Liliane Pacheco de Carvalho
Centro Universitário Governador Ozanam Coelho

Dedico esse trabalho à **Deus**, que inspirou esse sonho em meu coração e por toda força que me concede na luta pelos meus objetivos. Dedico também aos meus pais, irmãos e avós que sempre me incentivaram e me cercaram de todo apoio. E por último, e não menos importante, à **Monaliza** e ao **Bento**, minha família, que é o principal motivo para eu nunca desistir, sempre serão por vocês e para vocês.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, que me sustentou durante esse tempo, por ter sido minha segurança, força e motivação.

A Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF, na pessoa de sua Diretora, Profa. Dra. Maria das Graças Affonso Miranda Chaves.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, coordenado pela Prof. Márcio Campos. E também à todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia pela contribuição na minha formação. Obrigado por todos os ensinamentos passados nas Disciplinas.

Aos funcionários do LIPO, que não mediram esforços para o desempenho da minha pesquisa. Gratidão ao Sr. Silvério, Carla e Sr. Ênio.

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara, que abriu as portas para o desenvolvimento da pesquisa. Bem como aos funcionários do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese da instituição.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, na pessoa do Dr. João Paulo Machado que contribuiu veementemente nos testes desse trabalho.

Aos secretários Leticia Barbosa Gonçalves, Cláudio Leite da Silva e Laura Ferraz por exercerem seu trabalho de maneira tão prestativa e eficiente, sempre tirando dúvidas e ajudando a todos os alunos de pós-graduação.

A minha orientadora Profa. Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite, que me apresentou ao mundo da pesquisa científica e me deu a oportunidade de viver experiências marcantes dentro de outras renomadas instituições do nosso país e também em congressos.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Jean Soares Miranda, por toda paciência, ajuda e solicitude no desenvolvimento do estudo. Por me incentivar nos momentos mais adversos da vida acadêmica.

Aos meus amigos de mestrado, que estiveram comigo nessa caminhada, tornando-a ainda melhor, em especial Paulo Victor Doriguêto, Adriano Loures, Luciana Castro Braga, Nataska Oliveira e Camila Moreira.

À minha família, pelo carinho e refúgio de sempre! Principalmente, à Monaliza e o Bento.

RESUMO

O objetivo dessa pesquisa foi avaliar o efeito da pigmentação extrínseca e das múltiplas queimas nas propriedades mecânicas, físicas e superficiais de uma cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia (ZLS). Blocos da cerâmica ZLS (VITA Suprinity), foram arredondados e fatiados para obtenção de 90 discos com 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura, distribuídos em 6 grupos (n=15) de acordo com o tratamento da superfície (CO: Controle - sem pigmentação; DF – “*Double Firing*”: cristalização e pigmentação realizados em passos separados; SF – “*Single Firing*”: cristalização e pigmentação em passo único;) e quantidade de queimas (II - 2 queimas; IV - 4 queimas): COII, COIV, SFII, SFIV, DFII e DFIV. As amostras foram então submetidas à análise de cor e translucidez (espectrofotometria colorimétrica), rugosidade (perfilometria), difração de raio-x (DRX) e resistência (flexão biaxial; 1mm/s; 1000KgF). Os dados obtidos foram submetidos às análises estatísticas de variância (ANOVA), teste de Tukey e teste-t ($\alpha = 5\%$). Os resultados revelaram que o tipo de tratamento realizado para pigmentação modificou a cerâmica fisicamente ($p < 0,01$), mecanicamente ($p < 0,01$) e até sua rugosidade ($p < 0,01$). O tipo de técnica empregada e o número de queimas não influenciaram significativamente a diferença de cor em nenhum grupo das amostras testadas. Porém o número de queimas influenciou na translucidez (DFII: 7,10; DFIV: 6,35; $p = 0,02$) e rugosidade (DFII: 122 μm ; DFIV: 77 μm ; $p < 0,01$) apenas dos grupos DF, já a resistência alterou-se apenas nos grupos SF (SFII: 271 MPa; SFIV: 325 MPa; $p < 0,01$). O DRX apontou diferenças de conteúdo amorfo entre os grupos, mas a quantidade de queimas não alterou a composição dessas amostras. As amostras submetidas à técnica DF, portanto, demonstraram um melhor desempenho devido à estabilidade de cor e translucidez, menores valores de rugosidade quando comparadas a outra técnica e maior resistência, principalmente, ao aumentar o número de queimas.

Palavras-chave: Cerâmica. Silicato de Lítio reforçado por zircônia. Queimas. Cor

ABSTRACT

The objective of this research was to evaluate the effect of extrinsic pigmentation and multiple fires on the mechanical, physical and surface properties of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic (ZLS). ZLS (VITA Suprinity) ceramic blocks were rounded and sliced to obtain 90 discs with 12 mm in diameter and 1.2 mm in thickness, distributed in 6 groups (n = 15) according to the surface treatment (CO: Control - without pigmentation; DF - “*Double Firing*”: crystallization and pigmentation performed in separate steps; SF - “*Single Firing*”: crystallization and pigmentation in a single step;) and number of firings (II - 2 fires; IV - 4 fires) : COII, COIV, SFII, SFIV, DFII and DFIV. The samples were then subjected to color and translucency analysis (colorimetric spectrophotometry), roughness (profileometry), x-ray diffraction (XRD) and resistance (biaxial flexion; 1mm / s; 1000KgF). The data obtained were submitted to statistical analysis of variance (ANOVA), Tukey's test and t-test ($\alpha = 5\%$). The results revealed that the type of treatment performed for pigmentation modified the ceramic physically ($p < 0.01$), mechanically ($p < 0.01$) and even its roughness ($p < 0.01$). The type of technique used and the number of burns did not significantly influence the color difference in any group of the tested samples. However, the number of burns influenced translucency (DFII: 7.10; DFIV: 6.35; $p = 0.02$) and roughness (DFII: 122 μm ; DFIV: 77 μm ; $p < 0.01$) only in the DF groups, the resistance changed only in the SF groups (SFII: 271 MPa; SFIV: 325 MPa; $p < 0.01$). The XRD showed differences in amorphous content between the groups, but the number of burns did not change the composition of these samples. The samples submitted to the DF technique, therefore, showed a better performance due to color stability and translucency, lower values of roughness when compared to another technique and greater resistance, mainly, by increasing the number of burns.

Keywords: Ceramics. Zirconia-reinforced lithium silicate. Burns. Color

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 – Blocos de silicato de lítio reforçado por zircônia. A) blocos cerâmicos acoplados à dispositivo metálico de outra cerâmica CAD/CAM para facilitar o arredondamento em lixadeira; B) blocos cerâmicos após o arredondamento em lixadeira Politriz23
- Figura 2 – Discos sendo cortado por cortadeira de precisão Isomet 1000 (Faculdade de Odontologia (UFJF – Campus Juiz de Fora)24
- Figura 3 – Dimensão final dos discos A) diâmetro final dos discos; B) espessura final dos discos24
- Figura 4 – Tipos de técnicas de pigmentação aplicáveis a ZLS25
- Figura 5 – Fluxograma dos grupos da pesquisa26
- Figura 6 – Forno VITA VACUMAT[®] 6000 MP (Unesp – São José dos Campos, SP)27
- Figura 7 – Amostras do Grupo Controle. A) amostras antes o processo de cristalização em forno cerâmico; B) amostras após a cristalização, durante o processo de arrefecimento até a temperatura ambiente; C) amostras do Grupo Controle em temperatura ambiente, mostrando a cor da cerâmica após o processo de cristalização e arrefecimento até temperatura ambiente; D) visão aproximada das amostras do Grupo Controle28
- Figura 8 – Materiais utilizados para a pigmentação extrínseca.....29
- Figura 9 – Sequência de preparação do Grupo “*Double Firing*”. A) amostras já cristalizadas em um primeiro passo; B) p,preparação das pigmentação extrínseca à ser aplicada sobre a superfície da cerâmica; C) amostras do Grupo “*Double Firing*” posicionadas na base do forno cerâmico; D) amostras caracterizadas em temperatura ambiente.....29
- Figura 10 – Sequência de passos do Grupo “*Single Firing*”. A) amostras ainda não cristalizadas, prontas para receberem a pigmentação extrínseca; B) amostra do Grupo “*Single Firing*” recebendo a massa de pigmentação extrínseca sobre uma das superfícies; C) amostras em sequência aguardando processo de queima de fixação dos pigmentos e glaze; D) amostras em base refratária antes de serem posicionadas em forno cerâmico para queima única de cristalização e fixação de pigmentos.....30
- Figura 11 – Distribuição das amostras na análise de cor e translucidez.....31

Figura 12 – Espectrofotômetro colorimétrico utilizado na mensuração da cor e translucidez.....	32
Figura 13 - Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE).....	34
Figura 14 – Difratorômetro de Raio-X (LAS-INPE).....	34
Figura 15 – Máquina de ensaio EMIC (Unesp – São José dos Campos, SP).....	36
Figura 16 – Imagens 3D da rugosidade da superficial obtidas pela perfilometria. A) imagem do grupo COII; B) imagem do grupo COIV; C) imagem do grupo DFII; D) imagem do grupo DFIV; E) imagem do grupo SFII; F) imagem do grupo SFIV.....	40
Figura 17 – Gráficos obtidos pelo DRX para cada grupo da pesquisa. A) Difratorograma de raios X da amostra Controle após queima (CO); B) Difratorograma de raios X da amostra do grupo “ <i>Double Firing</i> ” (DF); C) Difratorograma de raios X da amostra do grupo “ <i>Single Firing</i> ” (SF).....	41

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Tabela 1 - Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos22

Tabela 2 – Parâmetros de queima de cristalização e pigmentação da ZLS27

Tabela 4 – A médias e desvios padrão dos valores de translucidez. As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste t (colunas) ou de Tukey (linhas). As letras maiúsculas nas linhas se referem ao fator técnica de pigmentação e as minúsculas nas colunas a quantidade de queimas38

Tabela 3 – Valores da análise de translucidez após a segunda e quarta queima (ΔE_{ab} 2x-4x).

Tabela 5 – Resultado da estatística realizada com os valores de rugosidade Ra. As médias e desvios padrão estão representados em μm . As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste t (colunas) ou de Tukey (linhas). As letras maiúsculas nas linhas se referem ao fator técnica de pigmentação e as minúsculas nas colunas a quantidade de queimas39

Tabela 6 - Dados de resistência a flexão biaxial: médias e desvio-padrão de cada grupo em MPa. As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste t (colunas) ou de Tukey (linhas). As letras maiúsculas na vertical indicam semelhança estatística pela quantidade de queimas. As minúsculas na horizontal, se referem aos dados relativos ao tipo de superfície43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μm - micrometro

3D – Tridimensional

CAD – Computer-aided-design

CAM – Computer-aided-manufacturing

CO – Controle

DF – double firings

DRX – Difração de raios-x

EDS – Espectrometria Dispersiva de Energia

GPa – Gigapascal

HF – Ácido Fluorídrico

ISO – International Organization for Standardization

JCPDS – Joint Committee on Powder Diffraction Standards

Kgf – Quilograma força

kV – Quilovolt

Li_2O – Óxido de lítio

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

min – minuto

mm – milímetro

Mpa – Megapascal

N – Newton

$^{\circ}\text{C}$ – Celsius

Ra – Media Aritmética

SAV – Small Area View

seg – segundo

SF – single firing

SiO_2 – Dióxido de silício

X – Número de vezes

ZLS – Silicato de Lítio reforçado por Zircônia

ZrO_2 – Dióxido de zircônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
2	REVISÃO DE LITERAURA.....	14
	2.1 Cerâmicas Odontológicas.....	14
	2.2 Cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia.....	15
	2.3 Pigmentação extrínseca da cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia.....	16
	2.4 Testes das propriedades físicas: Cor e Translucidez.....	17
	2.5 Teste da propriedade mecânica: resistência à flexão biaxial.....	18
	2.6 Teste para obtenção da composição química: difração de raio-X (DRX).....	19
	2.7 Teste de Rugosidade.....	20
3	PROPOSIÇÃO.....	21
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	14
	4.1 Materiais utilizados.....	22
	4.2 Obtenção das amostras.....	23
	4.3 Distribuição das amostras e técnicas de caracterização.....	25
	4.4 Análise de Cor e Translucidez.....	31
	4.5 Rugosidade.....	33
	4.6 Difração de Raio-X (DRX).....	34
	4.7 Teste de Flexão Biaxial.....	35
5	RESULTADOS.....	37
	5.1 Análise de Cor e Translucidez.....	37
	5.1.1 Análise de Cor.....	37
	5.1.2 Análise de Translucidez.....	37
	5.2 Rugosidade.....	38
	5.3 Difração de Raio-X (DRX).....	41
	5.4 Resistência a Flexão Biaxial.....	42
6	DISCUSSÃO.....	44
7	CONCLUSÃO.....	48
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	49

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas têm sido cada vez mais utilizadas como material reabilitador devido suas adequadas propriedades estéticas, biocompatibilidade, além do aprimoramento contínuo da sua resistência e estabilidade química no ambiente bucal (ELSAKA e ELNAGHY, 2016). Essas podem ser classificadas quanto ao seu conteúdo, se diferenciando em cerâmicas vítreas (como as feldspáticas, as leucíticas e o dissilicato de lítio) e cerâmicas cristalinas/policristalinas (sendo um exemplo clássico a zircônia). As primeiras são compostas por um material amorfo, uma fase vítrea e, eventualmente, um conteúdo cristalino (BISPO, 2015). Esse último é inserido, mas em baixa proporção, na tentativa de aumentar a resistência dessas cerâmicas sem prejudicar suas propriedades estéticas (GRACIS et al., 2015; NISHIOKA et al., 2018).

Atualmente, essas cerâmicas estão disponíveis em formato de blocos para CAD/CAM (*Computer-aided-design/computer-aided-manufacturing*) na intenção de reduzir as falhas intrínsecas no material a partir de uma produção e um processamento mecanizado, o qual minimiza os defeitos oriundos de etapas técnico dependentes. Esse tipo de processamento promove, ainda, uma melhor precisão e adaptação das restaurações através da fresagem dos blocos pré-fabricados (KASSOTAKIS et al., 2015; PARK e CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016; OTTONI et al., 2018).

Um exemplo desse tipo de cerâmica vítrea CAD/CAM é o silicato de lítio reforçadas por zircônia (ou monossilicato de lítio) (VITA Suprinity, VITA Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha). Sua estrutura é composta predominantemente por uma matriz vítrea sintética (56-64% de dióxido de silício e 15-21% de óxido de lítio) reforçada com cristais de zircônia (8-12%), além de pigmentos (MONTEIRO et al., 2018), o que permite que o material associe as propriedades óticas de sua matriz vítrea com a alta resistência mecânica da zircônia (MENDONÇA ET AL., 2019). A tenacidade à fratura desse material encontra-se entre 1,3 e 4,7 MPa m^{1/2} (TRAINI et al., 2016; OTTONI et al., 2018), resistência à flexão biaxial de 207 à 611 MPa (WENDLER et al., 2016; OTTONI et al., 2018), módulo elástico de 103 GPa (BELLI et al., 2017) e dureza de 6.53 GPa (ELSAKA e ELNAGHY, 2016). Visto isso, esse material é indicado para restaurações unitárias parciais ou coroas totais dento ou

implanto retidas (RAMOS et al., 2016; ELSAKA e ELNAGHY, 2016; BELLI et al., 2017).

No entanto, como o bloco dessa cerâmica CAD/CAM é monocromático, faz-se necessária à sua estratificação ou pigmentação extrínseca, clinicamente conhecida como maquiagem, para mimetizar o aspecto de um dente natural (KOMINE et al., 2007; CHO et al., 2012). Essa técnica de pigmentação vem sendo preferida quando comparada a de estratificação, pois elimina o risco de delaminação da cerâmica de cobertura (ZHAO et al., 2012), que pode ocorrer devido a incompatibilidade do coeficiente de expansão térmica entre a cerâmica de infraestrutura e a de cobertura (ZAHNAN M. et al., 2008; BELLI, PETSCHERT e LOHBAUER, 2013). Portanto, as indicações de restaurações monolíticas estão aumentando em detrimento das peças estratificadas, reduzindo, assim, os problemas associados com a fabricação (ZHANG et al., 2015).

Para pigmentação dessas restaurações monolíticas, a queima da pigmentação extrínseca pode ser realizada por diferentes técnicas: após ou conjuntamente com a queima de cristalização da cerâmica, essa última no intuito de gerar ainda mais praticidade para o processo de obtenção da restauração. Porém, clinicamente, devido a ajustes estéticos ou de forma, esse processo de pigmentação pode exigir uma grande quantidade de queimas até a obtenção da restauração desejada, o que gera uma preocupação quanto à preservação das propriedades mecânicas e óticas após esses vários processamentos térmicos. Segundo Cho et al. (2012) existe a possibilidade de alteração do conteúdo cristalino das cerâmicas devido ao calor. Porém, alguns estudos apontam que a queima do glaze sob materiais cerâmicos vítreos por um tempo estendido promoveu um significativo aumento na resistência à flexão, pois resultou na cura de trincas intrínsecas do material (AURÉLIO et al., 2015; AURÉLIO, DORNELES e MAY, 2017; AURÉLIO et al., 2018).

Apesar de a pigmentação extrínseca parecer uma boa escolha para restaurações monolíticas, estudos apontam que essa técnica pode alterar a topografia do material cerâmico (BITTAR et al., 2019), elevando a rugosidade superficial (MIRANDA et al., 2019) e contribuindo para o acúmulo de biofilme bacteriano e, conseqüentemente, inflamação periodontal (ALAO et al., 2017; YUAN et al., 2017).

Diante da ausência de pesquisas na literatura quanto aos processos térmicos para esse tipo de material cerâmico faz-se necessário investigar o efeito da quantidade de queimas e da técnica de pigmentação nas propriedades mecânicas, superficiais e óticas em uma cerâmica CAD/CAM de silicato de lítio reforçada com zircônia, já que essas propriedades estão diretamente relacionadas ao sucesso e longevidade do tratamento restaurador (WANG, TAKAHASHI e IWASAKI, 2013).

2 REVISÃO DE LITERATURA

Nesta revisão de literatura foram abordados os temas: cerâmicas odontológicas; cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia; pigmentação extrínseca da cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia; testes das propriedades físicas: cor e translucidez; teste da propriedade mecânica: resistência à flexão biaxial; teste para obtenção da composição química: difração de raio-X (DRX).

2.1 Cerâmicas Odontológicas

As cerâmicas odontológicas também denominadas popularmente como porcelana dental é conhecida por se tratar de um material de aparência semelhante ao dente natural, devido sua adequada propriedade óptica (GOMES et al., 2008). Além da sua capacidade biomimética, esse material apresenta biocompatibilidade e aprimoramento contínuo de suas propriedades quanto à resistência e estabilidade química, que contribuem para classificá-la como um excelente material reabilitador de escolha por parte dos cirurgiões-dentistas (ELSAKA e ELNAGHY, 2016).

Esse material é composto por elementos metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, sódio, lantânio, estanho, titânio e zircônio) e substâncias não metálicas (silício, boro, flúor e oxigênio), sendo representado em duas fases: cristalina e vítrea. A fase cristalina traduz as propriedades mecânicas e ópticas, enquanto a fase vítrea (composta por óxido de silício – SiO_4) está diretamente ligada a viscosidade e expansão térmica desse material (DELLA BONA, SHEN e ANUSAVICE, 2004).

A porcelana convencional feldspática é descrita como vidro, composta por feldspato de potássio ($\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{SiO}_2$) e pequenas adições de quartzo (SiO_2), sendo que em altas temperaturas, o feldspato decompõe-se numa fase vítrea com estrutura amorfa e numa fase cristalina constituída de leucita (KAlSi_2O_6 ou $\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.4\text{SiO}_2$) (CRAIG, 2004). A cerâmica feldspática e leucita foram uma das pioneiras do sistema de vitrocerâmicas, porém por não atingirem valores ideais de resistência à tração e tenacidade para confecção de próteses fixas e coroas unitárias posteriores, estimularam o desenvolvimento de novos materiais mais reforçados e com melhorias das propriedades mecânicas (FIGEIREDO-PINA et al, 2016).

Atualmente, as cerâmicas são classificadas de acordo com o conteúdo, podendo ser denominadas como cerâmicas vítreas (feldspáticas, leucíticas e o dissilicato de lítio), cerâmicas cristalinas/policristalinas (exemplo: zircônia) e cerâmica infiltrada por matriz polimérica. Cerâmicas vítreas possuem um conteúdo amorfo, uma fase vítrea e, às vezes, conteúdo cristalino, mas em menores proporções (BISPO, 2015; GRACIS et al., 2015; NISHIOKA et al., 2018). Esse reforço se trata de uma tentativa para aumentar a resistência sem influenciar negativamente na estética da restauração cerâmica.

Grande parte dessas cerâmicas está disponível em formato de blocos para CAD/CAM (*Computer-aided-design/computer-aided-manufacturing*). Por serem materiais homogêneos reduzem as falhas intrínsecas e minimizam erros laboratoriais adquiridos em etapas técnico dependentes. Esse tipo de fabricação garante uma melhor precisão e adaptação das restaurações (AURELIO et al., 2015; KASSOTAKIS et al., 2015; PARK e CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016; OTTONI et al., 2018).

2.2 Cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia

As cerâmicas vítreas infiltradas por conteúdo cristalino foram introduzidas no mercado odontológico há alguns anos, sendo um exemplo delas o silicato de lítio reforçado por zircônia (ZLS) (BELLI et al., 2017). Essa nova geração de cerâmicas tem por finalidade associar o comportamento estético da cerâmica vítrea com melhorias das propriedades mecânicas advindas da presença de metassilicato de lítio e dióxido de zircônio na matriz vítrea (MONTEIRO et al., 2018).

Atualmente, existem dois tipos de cerâmicas de silicato de lítio reforçado por zircônia comerciais: Celtra Duo (Dentsply Sirona, Milford, EUA) e VITA Suprinity (VITA Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha), ambas possuem duas fases cristalinas envolvidas por uma fase vítrea. Uma das fases cristalinas é constituída por cristais submicrométricos de metassilicato de lítio (Li_2SO_3) em formato redondo e um pouco alongado. Já a outra fase contém ortofosfato de lítio (Li_3PO_4), de formato redondo e nanométrico (BELLI et al., 2017). Segundo Belli et al. (2017), o que os difere é o tamanho dos cristais de metassilicato de lítio (Celtra Duo \cong 1,0 μm ; VITA Suprinity \cong 0,5 μm).

Alguns estudos mostram que ao comparar a ZLS com a cerâmica de dissilicato de lítio é possível notar que a primeira apresenta uma porcentagem de

40% à 50% da fase cristalina contra à 70% da segunda (ABOUSHELIB e SLEEM, 2014; SCHWINDLING, RUES e SCHIMITTER, 2017). No entanto, o fato dos cristais dentro da ZLS serem menores, bem como, a presença de dióxido de zircônio espalhado em sua matriz contribui para o aumento da resistência (MONTEIRO et al., 2018). Contudo, é importante ressaltar que a matriz vítrea favorece o condicionamento da superfície da cerâmica com o ácido fluorídrico, que por sua vez, aumenta a retenção micromecânica, a energia de superfície e a adesão ao substrato, favorecendo, portanto, a cimentação (PEUMANS et al., 2016; MONTEIRO et al., 2018; NETO et al., 2020).

A VITA Suprinity (VITA Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha), especificamente, tem a sua estrutura composta predominantemente por uma matriz vítrea sintética (56-64% de dióxido de silício e 15-21% de óxido de lítio) reforçada com cristais de zircônia (8-12%), além de alguns pigmentos (MONTEIRO et al., 2018). A tenacidade à fratura desse material encontra-se entre 1,3 e 4,7 MPa m^{1/2} (TRAINI et al., 2016; OTTONI et al., 2018), resistência à flexão biaxial de 207 à 611 MPa (WENDLER et al., 2016; OTTONI et al., 2018), módulo elástico de 103 GPa (BELLI et al., 2017) e dureza de 6.53 GPa (ELSAKA e ELNAGHY, 2016). Visto isso, essa cerâmica abrange tanto a região posterior, quanto áreas estéticas, podendo ser utilizada para confecção de inlays, onlays, facetas, coroas unitárias parciais e coroas totais dento ou implanto retidas (RAMOS et al., 2016; ELSAKA e ELNAGHY, 2016; BELLI et al., 2017; NETO et al., 2020).

2.3 Pigmentação extrínseca da cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia

Zhang et al. (2015) relataram que restaurações monolíticas têm sido mais utilizadas em relação as restaurações estratificadas, pois previnem as peças de delaminação da cerâmica de cobertura (ZHAO et al., 2012), que podem ocorrer em virtude da incompatibilidade do coeficiente de expansão térmica entre cerâmica de cobertura e da infraestrutura (ZHRAN M. et al., 2008; BELLI R.; PETSCHLT A.; LOHBAUER U.; 2013), inclusive, fraturas e lascas da porcelana tem sido contabilizadas em taxas anuais que variam de 1% a 8% (MARCHACK et al., 2011). Entretanto, os blocos cerâmicos CAD/CAM utilizados para confecção das restaurações monolíticas são monocromáticos e para se atingir uma excelência estética que reproduza as características de um dente natural muitas vezes são

necessários tratamentos sobre essa superfície como a pigmentação extrínseca (KOMINE et al., 2007; CHO et al., 2012), clinicamente conhecida como “maquiagem” (LIN et al., 2012; SUBASI et al., 2014; MIRANDA et al., 2020).

A aplicação dessa pigmentação extrínseca pode ser feita de algumas maneiras distintas: após ou simultaneamente com a queima de cristalização da cerâmica (MIRANDA et al., 2020). Contudo, sabe-se que, clinicamente, ajustes adicionais para correções estéticas ou de forma, como ajustes oclusais e de ponto de contato, podem ser necessários, submetendo as cerâmicas a múltiplas queimas. Isso gera uma preocupação em relação à manutenção das propriedades mecânicas e estéticas após os processamentos térmicos. Alguns estudos apontam que uma queima estendida do glaze sob materiais cerâmicos vítreos promoveu um significativo aumento da resistência à flexão, devido à cura de trincas intrínsecas do material (AURÉLIO et al., 2015; AURÉLIO, DORNELES e MAY, 2017; AURÉLIO et al., 2018). O estudo de Bittar et al. (2019) corrobora nesse ponto ao afirmar que a pigmentação extrínseca e os tratamentos de superfície não diminuíram a resistência à flexão biaxial no material testado. Em contrapartida, estudos prévios relatam a possibilidade de modificações do conteúdo cristalino das cerâmicas influenciadas pelo aumento da temperatura (CHO et al., 2012) e revelam que a aplicação da pigmentação extrínseca cria uma camada de vidro amorfo sobre uma cerâmica vítrea infiltrada por cristais de dissilicato de lítio, que foi responsável por diminuir a resistência à flexão biaxial, independentemente da técnica de aplicação (MIRANDA et al., 2020), além de alterar a topografia superficial da cerâmica (BITTAR et al., 2019; MIRANDA et al., 2019). Alterações como essas, podem contribuir para um acúmulo de biofilme bacteriano e desencadear a inflamação periodontal (ALAO et al., 2017; YUAN et al., 2017).

Apesar de a pigmentação extrínseca parecer uma boa escolha para restaurações monolíticas, em muitos laboratórios e clínicas, os processos de cristalização, polimento e glaze são procedimentos controversos e facultativos (LIN et al., 2012), que resultam em uma qualidade superficial variável, tendo em vista que alguns resultados mostram que, dependendo do regime adotado na cristalização dos materiais cerâmicos vítreos fresados, podem ocorrer alterações indesejáveis na resistência e rugosidade, por exemplo (AURELIO et al., 2015).

2.4 Testes das propriedades físicas: Cor e Translucidez

A cor é um dos principais parâmetros a serem observados diante da confecção de uma restauração estética e a avaliação dessa propriedade é um conjunto de fatores psicofisiológicos complexos e com inúmeras variáveis. Em um dente natural, a dentina é a principal fonte primária de cor. A sua espessura, assim como a translucidez do esmalte, que determinam esse parâmetro. A cor observada é resultante da cor refletida sobre o esmalte e a sua dispersão interna pela dentina e esmalte (OZTURK et al., 2008). Para a observância da excelência estética das restaurações cerâmicas as propriedades de cor e translucidez precisam ser respeitadas.

A translucidez das restaurações cerâmicas é um fator extremamente importante na odontologia atual, pois a dentição natural apresenta alta translucidez (VICHI et al., 2011). Ela pode ser afetada pelas técnicas de fabricação, presença de iluminantes, composição do material e estruturas cristalinas, espessura da restauração e ciclos de queimas (TUNCEL et al, 2013; KURSOGLU et al., 2015).

O sistema de cores CIELab* é utilizado para a medição de cor e foi desenvolvido pela Comissão Internationale de l'Eclairage (CIE), por volta de 1978, permitindo a representação de cor por números e o seu cálculo de diferenças, representando a realidade visual. As coordenadas se dividem em L^* ou grau de luminosidade, onde valores altos são de cores mais claras e valores mais baixos de cores mais escuras e em parâmetros a^* e b^* , em que $+a^*$ representa vermelho, $-a^*$ verde, $+b^*$ amarelo e $-b^*$ azul (VICHI et al., 2011; GOZNELI et al., 2013; CANEPPELE et al., 2013).

Faixas de perceptibilidade clínica e aceitabilidade da cor têm sido relatadas. A avaliação de limiares que denotam uma perceptibilidade de diferenças de cores (ΔE_{ab}) varia de 1,0 a 3,7 e limiares de ΔE_{ab} de aceitabilidade clínica dessa diferença de cor varia de 1,7 a 6,8 (PARAVINA et al., 2015). A tolerância de perceptibilidade ΔE_{ab} 2,7 de um estudo *in vivo* tem sido uma referência aceita (PARAVINA et al., 2015). O cálculo do ΔE_{00} , é considerado uma evolução do ΔE_{ab} , e tem como limite de aceitabilidade o valor de 1,8 (PARAVINA et al., 2015).

A translucidez é avaliada de acordo com o parâmetro de translucidez (PT), que é a diferença de cor (ΔE^*_{ab}) entre a leitura sobre o fundo branco e o fundo preto (CANEPPELE et al., 2013).

2.5 Teste da propriedade mecânica: resistência à flexão biaxial

Ainda que estudos clínicos sejam os mais desejáveis na tangente de desempenho dos materiais odontológicos, muitas vezes as dificuldades encontradas para elaboração desses estudos incitam pesquisadores a realizar testes mecânicos *in vitro* para a determinação de uma variável, de uma forma rápida, fácil e com um bom custo-benefício (PLACIDO, 2006), afinal, o entendimento das propriedades mecânicas é o primeiro passo para estimar o desempenho clínico dos biomateriais (HOMAI et al., 2016).

A resistência mecânica é uma propriedade importante e determina o desempenho dos materiais. Defeitos e microtrincas que têm crescimento durante os processos mecânicos e térmicos podem alterar a resistência aferida. Por definição a resistência à fratura é a intensidade de tensão crítica onde uma falha pré-existente começa a crescer, e aponta a capacidade que esse material tem de resistir a propagação dessa fratura (ALBAKRY, GUZZATO e SWAIN, 2004). É fundamental conhecer a resistência do material cerâmico reabilitador, visto que muitos deles possuem valores de resistência às forças de tração muito menores do que às forças de compressão (PALLIS et al., 2004).

Para se estabelecer os valores de resistência mecânica são utilizados métodos de flexão biaxial em corpos de prova padronizados. Embora seja uma metodologia que fornece uma informação fundamental sobre os materiais testados, ela não consegue simular fielmente as situações clínicas, por não considerar a forma das restaurações e a distribuição de forças ao longo eixo (PALLIS et al., 2004). Um aumento da longevidade nos materiais restauradores em uso pode ser alcançado com técnicas que aumentem essa resistência a fratura (GUZZATO et al., 2004)

A análise de testes de flexão biaxial é bastante complexa e requer uma solução da equação biharmônica descrevendo a relação entre o posicionamento transversal do disco e carga aplicada. Testes de flexão biaxial são utilizados extensamente para determinação da resistência biaxial de materiais cerâmicos (HSUEH, LUTTRELL e BECHER, 2006).

2.6 Teste para obtenção da composição química: difração de raio-X (DRX)

Espera-se que ao realizar ciclos térmicos exista um equilíbrio estrutural das fases vítrea e cristalina, tendo em vista que pequenas alterações podem criar novas propriedades químicas. Estudos afirmam que podem ocorrer essas modificações do

conteúdo cristalino das cerâmicas influenciadas pelo aumento da temperatura (CHO et al., 2012; AURÉLIO et al., 2018).

Na Difractometria de Raio X (DRX) é possível avaliar a quantidade de cada elemento presente em uma amostra através de uma série de picos características do mesmo. Os raios – X ao interagir com a matéria podem originar diferentes interações, entre elas a difração, que se caracteriza por um espalhamento coerente de elétrons. Esse espalhamento contribui para o processo de colisão elástica, onde a onda espalhada tem mesma direção, fase e energia da onda incidente. Ao espalhar diversas ondas elasticamente elas originam um processo de interferência que são responsáveis para construir a figura de difração (SANTOS e MUNITA, 2013).

Essa difração de raios X é interpretada por um sistema de detecção de difratômetros. As intensidades de ondas difratadas são aferidas para reconhecer o arranjo molecular. Quando as fases são reconhecidas é revelada a estrutura tridimensional das moléculas (TITLEY et al., 1988), convertendo os dados expressos em um histograma.

2.7 Teste de rugosidade

A rugosidade é expressa em parâmetros lineares (R_a , R_q , R_z) ou tridimensionais (S_a , S_q , S_z). Para análises de cerâmicas odontológicas é comum utilizar o R_a (VICHI et al., 2018). A rugosidade superficial influencia no desgaste do dente antagonista e pode contribuir no desenvolvimento de inflamações periodontais e processos cariosos (YUAN et al., 2018) pela facilidade de adesão bacteriana sobre a superfície (ALÃO et al., 2017), além de favorecer o aparecimento de trincas e fraturas (EVANS et al., 1990).

Prado et al. (2003) ao avaliarem a influência da temperatura de sinterização sobre a rugosidade superficial de três porcelanas odontológicas, concluíram que as médias R_a obtidas no trabalho, independente do tipo de porcelana e temperatura de sinterização, foram maiores que as verificadas no modelo biológico de desgaste do esmalte humano.

A percepção de cor da cerâmica também pode ser alterada pela rugosidade superficial, tendo uma menor reflexão de luz em superfícies mais ásperas (YUAN et al., 2018).

3 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

Avaliar o efeito da pigmentação extrínseca e das múltiplas queimas nas propriedades mecânicas, óticas e superficiais de uma cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia.

Objetivos específicos:

Avaliar, após duas e quatro queimas em uma cerâmica CAD/CAM de silicato de lítio reforçada por zircônia e pigmentada por diferentes técnicas (pré ou pós cristalização), as seguintes propriedades:

- a) Óticas de cor e translucidez;
- b) Rugosidade média (Ra);
- c) Composição química da cerâmica;
- d) Resistência a flexão biaxial;

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Materiais Utilizados

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

Tabela 1 - Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

Marca Comercial	Tipo de Material	Fabricante	Lote	Composição
VITA SUPRINITY	Cerâmica vítrea reforçada por zircônia	Vita Zahnfabrik	48420	ZrO ₂ (Dióxido de zircônio), SiO ₂ (Dióxido de silício), Li ₂ O (Óxido de lítio), pigmentos e outros (informado pelo fabricante)
VITA AKZENT Plus GLAZE LT	Pó de glaze de baixa fusão para cerâmicas	Vita Zahnfabrik	61100	111-29-5 pentano-1,5-diol
VITA AKZENT Plus POWDER FLUID	Líquido para mistura de VITA AKZENT Plus	Vita Zahnfabrik	75140	-
VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS (ES013)	Pigmento para caracterizar	Vita Zahnfabrik	66100	-

Fonte: Elaborada pelo autor

4.2 Obtenção das amostras

Blocos de silicato de lítio reforçado por zircônia pré-sinterizados (Suprinity, VITA Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha), tiveram colados à sua extremidade livre um dispositivo metálico oriundo de outros blocos cerâmicos CAD/CAM, com o auxílio de um adesivo à base de cianoacrilato (Tek Bond, São Paulo, Brasil), a fim de facilitar o manuseio do material durante o arredondamento em lixadeira Politriz (Buehler, Plymouth, Minnessota, EUA). Esses blocos foram, então, arredondados com lixa de carbetto de silício de granulação 80 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil) em formato de cilindros com 12 mm de diâmetro (Figura 1). Após esse processo os blocos arredondados foram cortados com um disco diamantado (Extec High Concentration, Extec, Enfield, CT, EUA) na cortadeira de precisão Isomet 1000 (Buehler, Plymouth, Minnessota, EUA) (Figura 2) para obtenção de discos com espessura de $1,2 \pm 0,2$ mm (Figuras 3), segundo recomendações da norma ISO 6872/2008. Sendo assim, 90 discos cerâmicos foram confeccionados. Logo, todos os discos foram polidos em todas as faces em uma na lixadeira Politriz (Buehler, Plymouth, Minnessota, EUA) sequencialmente com lixas de carbetto de silício de granulação 400, 600, 1200 e 2000 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil) e lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) por 5 min em álcool isopropílico manipulado.

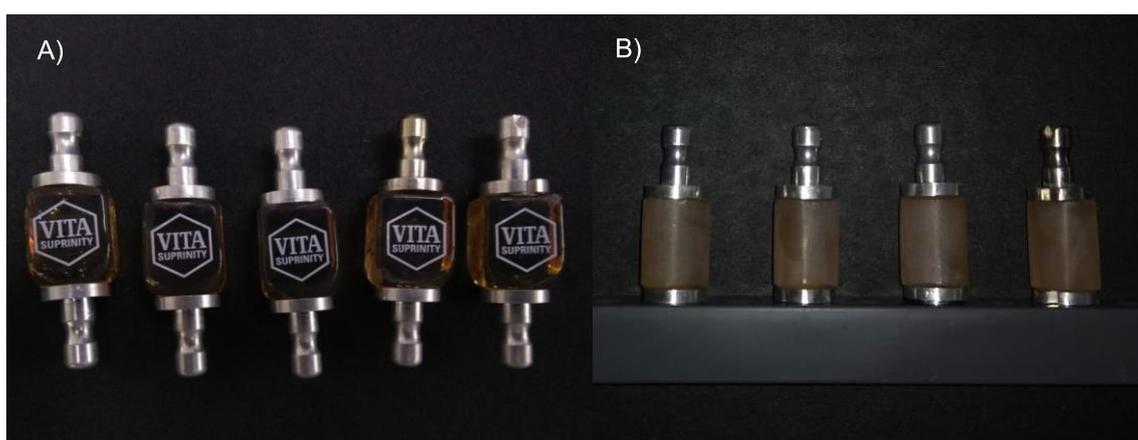


Figura 1 – Blocos de silicato de lítio reforçado por zircônia. A) blocos cerâmicos acoplados à dispositivo metálico de outra cerâmica CAD/CAM para facilitar o arredondamento em lixadeira; B) blocos cerâmicos após o arredondamento em lixadeira Politriz.

Fonte: Elaborado pelo autor

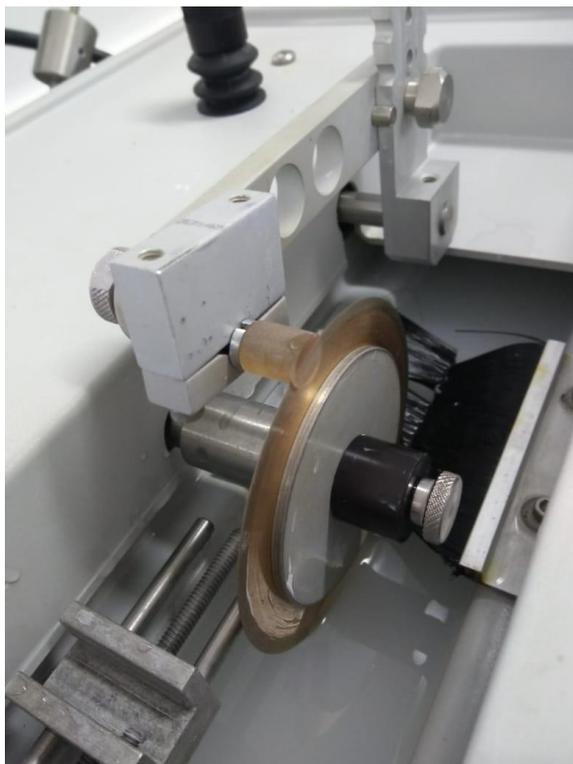


Figura 2 – Discos sendo cortado por cortadeira de precisão Isomet 1000 (Faculdade de Odontologia (UFJF – Campus Juiz de Fora).

Fonte: Elaborada pelo autor



Figura 3 – Dimensão final dos discos. A) diâmetro final dos discos; B) espessura final dos discos.

Fonte: Elaborado pelo autor

Após esse processo, a integridade dos discos foi avaliada por microscópio óptico (Mitutoyo MF, Mitutoyo Ltda, Tokyo, Japan) com um aumento de 5X. As amostras que apresentaram trincas ao longo de sua extensão, bem como lascas, foram descartadas.

4.3 Distribuição das amostras e técnicas de pigmentação

Os discos cerâmicos foram distribuídos aleatoriamente em 3 grandes grupos (n=30), segundo o tipo de pigmentação extrínseca: CO (controle – sem pigmentação), SF (queima única de cristalização e pigmentação – *single firing*) e DF (queima cristalização realizada antes da aplicação da pigmentação – *double firings*).

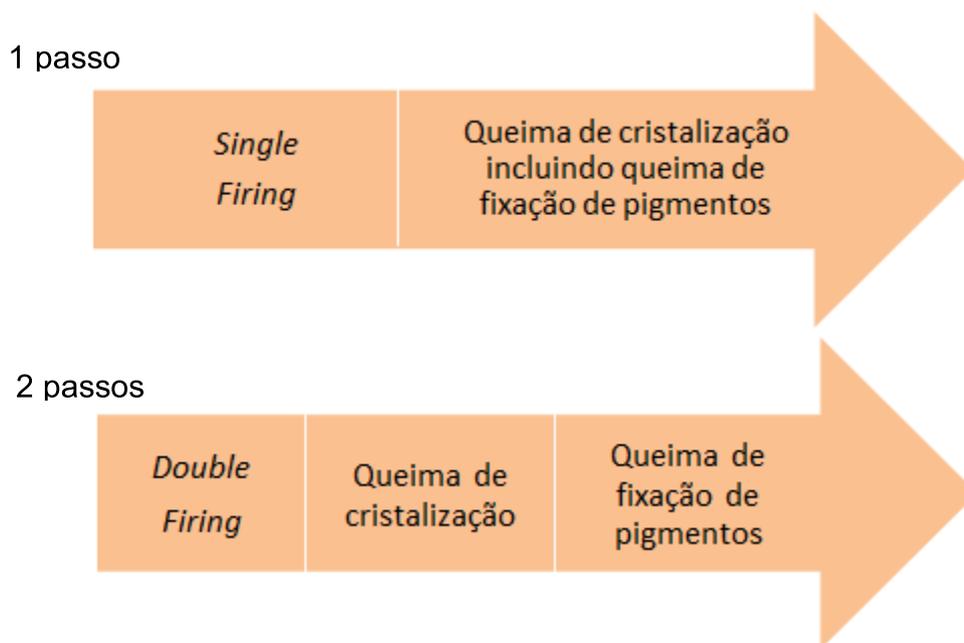
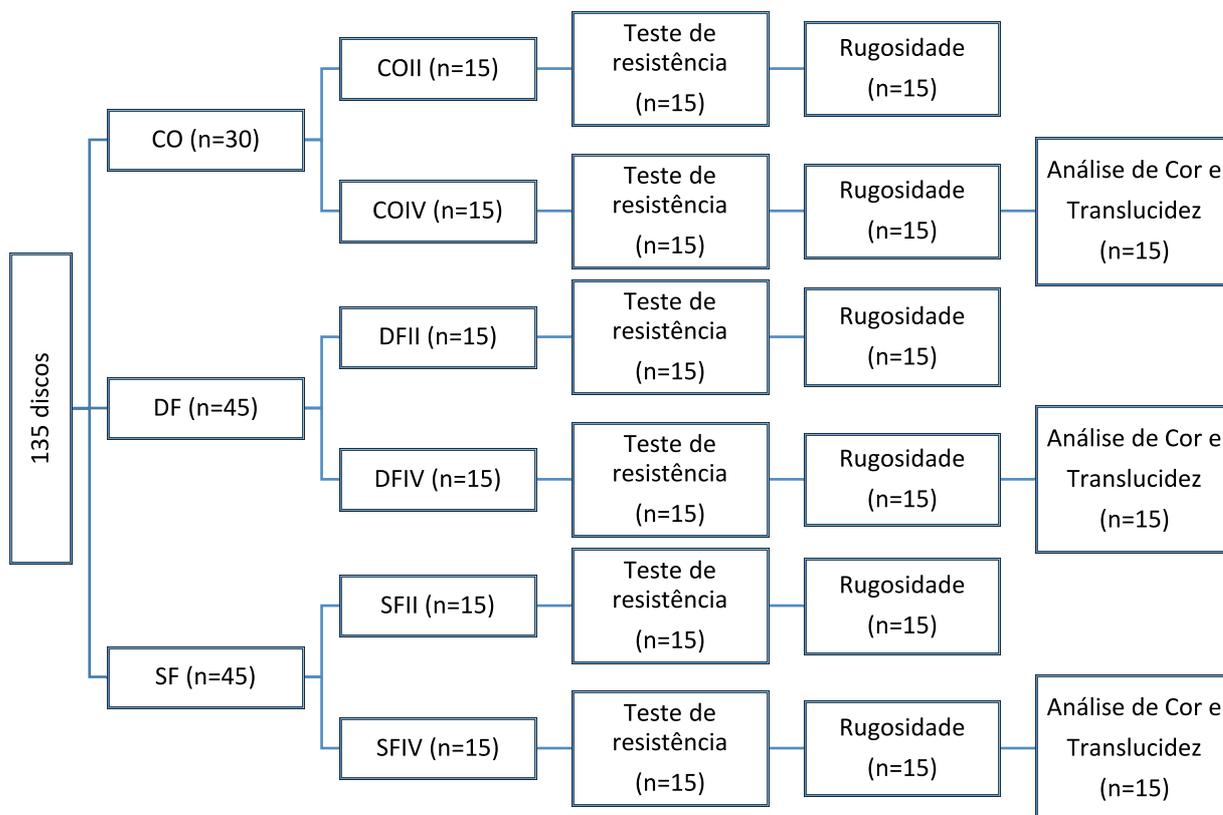


Figura 4 – Tipos de técnicas de pigmentação aplicáveis a ZLS.

Fonte: Elaborada pelo autor,

Cada um desses grupos possuíam 2 subgrupos, criados devido as diferentes quantidades de queimas, as quais foram duas ou quatro: COII, COIV, DFII, DFIV, SFII e SFIV (Figura 5). A menor quantidade de queimas avaliada sempre foram duas, pois é o mínimo exigido para aplicação do pigmento no subgrupo DFII. As demais quantidades de queima (quatro) tiveram a intenção de simular queimas subsequentes para correções de pigmentação.



As amostras para os testes de Difração de Raio-X (DRX) e foram selecionadas aleatoriamente nos grupos CO, DF e SF.

Figura 5 – Fluxograma dos grupos da pesquisa.

Fonte: Elaborada pelo autor

Para os grupos CO, a primeira queima dos discos seguiu os parâmetros de cristalização sob uma temperatura de 840°C. As queimas subsequentes, simulando queimas de fixação de pigmentos, atingiram a temperatura máxima de 780°C, respeitando o ciclo recomendado pelo fabricante para fixação do GLAZE LT (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) (Tabela 2).

Tabela 2 – Parâmetros de queima de cristalização e pigmentação da ZLS

	Temperatura inicial °C	Taxa de aumento de temperatura (°C/min.)	Temperatura final (°C)	Tempo de espera na temperatura final (min:seg.)
Queima de cristalização ZLS	400	55	840	10:00
Queima da fixação de pigmento	400	80	780	1:00

Fonte: Elaborada pelo autor



Figura 6 – Forno VITA VACUMAT[®] 6000 MP (Unesp – São José dos Campos, SP).

Fonte: Elaborada pelo autor

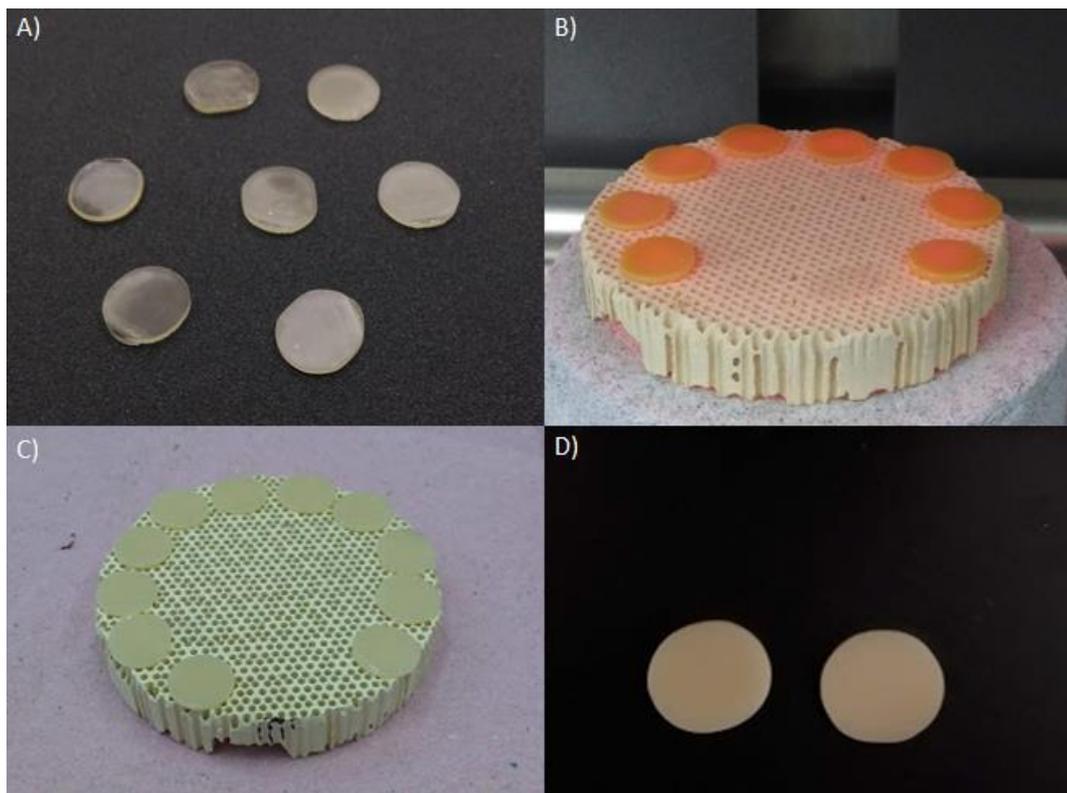


Figura 7 – Amostras do Grupo Controle. A) amostras antes o processo de cristalização em forno cerâmico; B) amostras após a cristalização, durante o processo de arrefecimento até a temperatura ambiente; C) amostras do Grupo Controle em temperatura ambiente, mostrando a cor da cerâmica após o processo de cristalização e arrefecimento até temperatura ambiente; D) visão aproximada das amostras do Grupo Controle.

Fonte: Elaborada pelo autor

Nos subgrupos DF, as amostras foram apenas cristalizadas no primeiro momento à uma temperatura de até 840°C no forno de cerâmicas VITA VACUMAT® 6000 MP (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) (Figura 6). Após o final de cada queima as amostras eram resfriadas naturalmente até a temperatura ambiente (25°C – controlada por ar condicionado). Em seguida, foi feita a aplicação da pigmentação (VITA AKZENT Plus EFFECT STAINS – Cor ES13 – VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) e do glaze (VITA AKENT Plus GLAZE LT - VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen – Alemanha) por um operador previamente calibrado com o auxílio de um pincel fino (Pincel C508/000 Castelo, São Paulo, Brasil), de modo uniforme, em uma das superfícies do disco (Figura 7). Uma nova queima para então foi realizada atingindo 780°C. Quando necessárias, as demais queimas subsequentes foram realizadas respeitando os valores dessa queima, no intuito de apenas simular mais queimas de correção.



Figura 8 – Materiais utilizados para a pigmentação extrínseca.

Fonte: Elaborada pelo autor

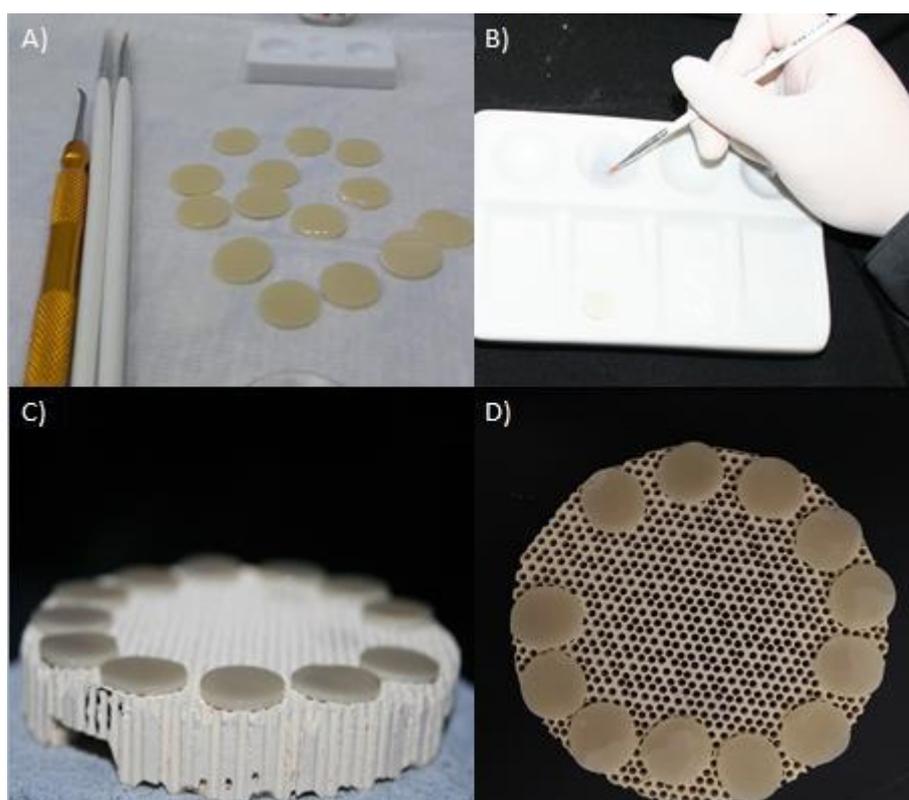


Figura 9 – Sequência de preparação do Grupo “*Double Firing*”. A) amostras já cristalizadas em um primeiro passo; B) preparação das pigmentação extrínseca à ser aplicada sobre a superfície da cerâmica; C) amostras do Grupo “*Double Firing*” posicionadas na base do forno cerâmico; D) amostras caracterizadas em temperatura ambiente.

Fonte: Elaborada pelo autor

Para os subgrupos SF, as queimas de cristalização e fixação dos pigmentos e glaze foram realizadas conjuntamente, portanto a aplicação, por um operador previamente calibrado, do pigmento e do glaze ocorreu sob a amostra pré-sinterizada. Uma queima combinada (cristalização/pigmentação/glaze) foi conduzida em forno cerâmico (Figura 10), respeitando os parâmetros da queima de cristalização. Após o resfriamento das amostras em temperatura ambiente, as demais queimas de simulação de fixação de pigmentação foram realizadas a fim de obter os grupos SFII e SFIV (Tabela 2).

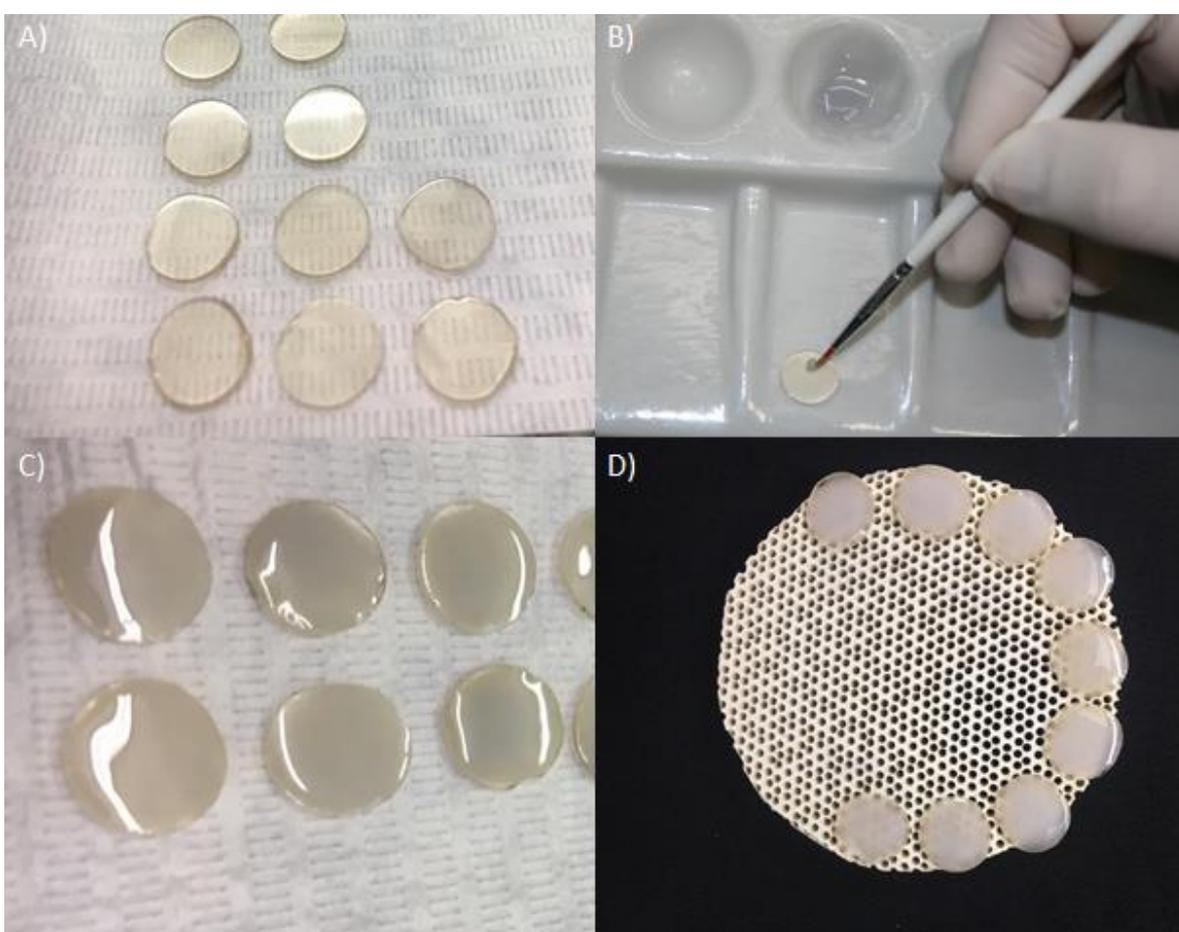


Figura 10 – Sequência de passos do Grupo “*Single Firing*”. A) amostras ainda não cristalizadas, prontas para receberem a pigmentação extrínseca; B) amostra do Grupo “*Single Firing*” recebendo a massa de pigmentação extrínseca sobre uma das superfícies; C) amostras em sequência aguardando processo de queima de fixação dos pigmentos e glaze; D) amostras em base refratária antes de serem posicionadas em forno cerâmico para queima única de cristalização e fixação de pigmentos.

Fonte: Elaborada pelo autor

4.4 Análise de Cor e Translucidez

As análises de cor e translucidez foram feitas apenas nas amostras dos subgrupos COIV, DFIV e SFIV (n=15), após a finalização da segunda e quarta queima, sequencialmente. Essas foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) com álcool isopropílico manipulado por 5 minutos antes de cada aferição. Devido a necessidade de identificação de cada amostra para esses testes, elas foram armazenadas aleatoriamente e separadamente em recipientes numerados.

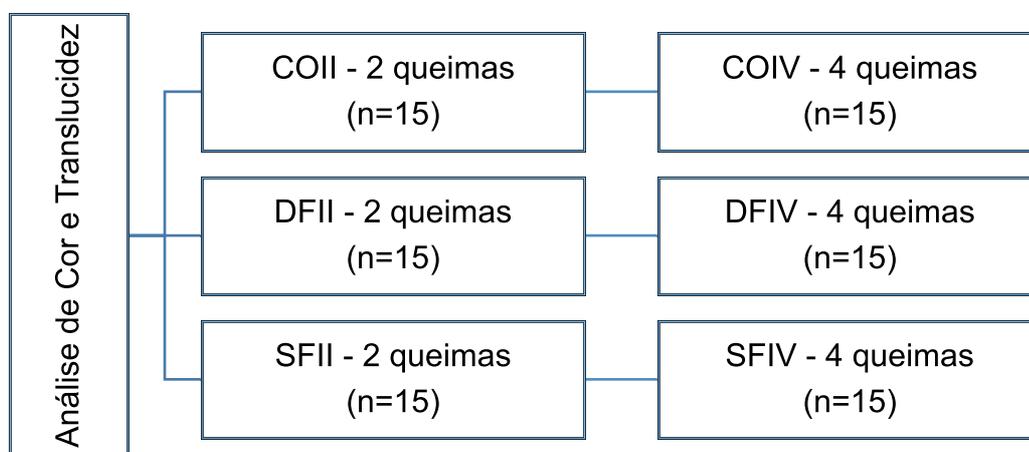


Figura 11 – Distribuição das amostras na análise de cor e translucidez.

Fonte: Elaborada pelo autor

A calibração do espectrofotômetro colorimétrico CM 2600D (KONICA MINOLTA, Nova Jersey, EUA) foi checada antes de cada sessão de medições conforme as recomendações do fabricante (Figura 13). As aferições de cor foram realizadas usando um observador de dois graus e iluminante D65.



Figura 12 – Espectrofotômetro colorimétrico utilizado na mensuração da cor e translucidez.

Fonte: Imagem disponibilizada pelo fabricante

Foi utilizada a área de leitura/iluminação SAV – *Small Area View*, na qual a área de leitura é de 3mm e a iluminação é 6mm. O software (SpetraMagic, Konica Minolta, New Jersey, USA) forneceu os valores de Diferenças de Cor (entre a segunda e quarta queima) Δ_{ab} e ΔE_{00} . Estas diferenças foram mostradas pelas seguintes fórmulas:

$$\Delta E^*_{ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

Em que L^* representa o valor ou grau de luminosidade do objeto, também conhecido como escala de cinza, onde os valores mais altos se referem às cores mais claras e os mais baixos a cores mais escuras, sendo seus extremos branco e preto. Os parâmetros a^* variam entre vermelho-verde e b^* amarelo-azul (VICHI et al., 2011).

$$\Delta E_{00} = [(\Delta L/K_L S_L)^2 + (\Delta C'/K_C S_C)^2 + (\Delta H'/K_H S_H)^2 + RT(\Delta C'/K_C S_C)(\Delta H'/K_H S_H)]^{1/2} \quad (2)$$

Onde ΔL , ΔC , ΔH são as diferenças em luminosidade, saturação e matiz, respectivamente; ΔR é um termo de interação entre as diferenças de saturação e matiz (AURÉLIO et al., 2017).

A translucidez foi avaliada de acordo com o parâmetro de translucidez (PT), que é a diferença de cor (ΔE^*ab) entre a leitura sobre o fundo branco e o fundo preto (CANEPPELE et al., 2013). Esta diferença é calculada pela seguinte fórmula (2):

$$PT = [(L_p^* - L_b^*)^2 + (a_p^* - a_b^*)^2 + (b_p^* - b_b^*)^2]^{1/2} \quad (3)$$

As letras subscritas P referem-se às coordenadas de cor sobre o fundo preto e as letras subscritas b referem-se às coordenadas de cor sobre o fundo branco. As coordenadas de cor dos fundos são: branco (L:84.95; a:-0.38; b:2.93) e preto: (L:25.58; a:-0.15; b:-0.24) (CANEPPELE et al., 2013).

Para realização da análise estatística da cor foi realizado o teste Kruskal-Wallis para análise de dados não paramétricos. Já, para a análise de translucidez foi aplicado o teste T, bem como o teste de Tukey. Todos os testes empregados com nível de significância estatística de 5%.

4.5 Rugosidade

Quinze amostras de cada subgrupo foram utilizadas para realização do teste de rugosidade. As aferições das superfícies de cada grupo foram realizadas em um Perfilômetro Óptico Digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional-3D). A rugosidade Ra aferida no centro de cada amostra a uma distância de 1,6 mm com a velocidade de 0.05 mm/s. Os valores obtidos foram submetidos ao teste T para comparação dentro o número de queimas (II e IV). Quanto à comparação entre os tipos de técnicas, esses valores foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância ANOVA 1-fator e teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

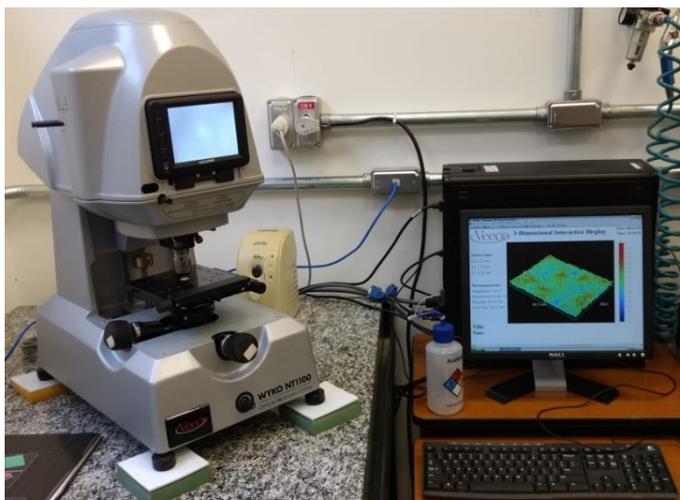


Figura 13 - Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE).

Fonte: Elaborada pelo autor

4.6 Difração de raio-X (DRX)

Para essa análise por meio de DRX foram utilizadas duas amostras de cada um dos seis subgrupos por meio de um Difratorômetro de Raios X (Modelo X'pert Powder, Panalytical, Holanda) com 45kV e 40mA. A varredura foi realizada entre os ângulos de 10° e 90° , em um tempo de 10 s por passo, sendo esse de $0,02^\circ$. Após a obtenção dos difratogramas foi utilizado o software High Score Plus – versão 3.0.5 (Malvern Panalytical, EA Almelo, Países Baixos) para posterior comparação dos padrões de DRX contidas no banco de dados Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS).



Figura 14 – Difratorômetro de Raio-X (LAS-INPE).

Fonte: Elaborada pelo autor

4.7 Teste de Flexão Biaxial

Esse teste foi realizado nas quinze amostras de cada um dos subgrupos dessa pesquisa. Para a determinação da resistência à flexão, a amostra foi posicionada em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil), e a carga aplicada utilizando célula de carga de 1000 kgf e velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer a fratura da amostra. Os valores foram obtidos em Newton (N). Durante o teste de flexão biaxial, a amostra ficou imersa em água e a face caracterizada do disco sempre voltada para o lado de tração.

As seguintes equações foram utilizadas de acordo com as diretrizes da ISO 6872, para o cálculo da resistência à flexão biaxial:

$$S = -0.2387 \frac{P(X-Y)}{d^2} \quad (3)$$

Onde S é a tensão máxima de tração em Pascal, P é a carga total aplicada para se provocar a fratura, em Newton, e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm. X e Y serão determinados pelas equações:

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1-\nu^2}{2} \right) \left(\frac{r_2}{r_3} \right) \right] \quad (4)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (5)$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson, (0,23 - NISHIOKA et al., 2018); r_1 é o raio do suporte circular, em mm, r_2 é o raio da área sob carga em mm; r_3 é o raio da amostra, em mm; d é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm (RAMOS et al., 2016).

Os valores obtidos foram submetidos ao teste T para comparação dentre o número de queimas (II e IV). Quanto à comparação entre os tipos de técnicas, esses valores foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA-1-fator). Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de

comparações múltiplas de Tukey ($\alpha=0,05$), para identificar onde houve diferença estatística.

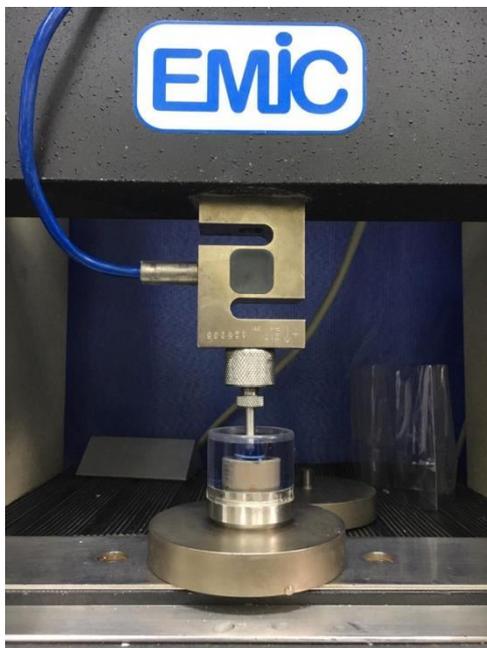


Figura 15 – Máquina de ensaio EMIC (Unesp – São José dos Campos, SP).

Fonte: elaborada pelo autor

5 RESULTADOS

5.1 Análise de Cor e Translucidez

5.1.1 Análise de Cor

Os dados obtidos com leitura das amostras após a segunda queima foram considerados os valores de comparação (*target*). As aferições realizadas após a quarta queima foram utilizadas para obtenção do Δ_{ab} e ΔE_{00} . Esses valores estão expostos na Tabela 3.

Tabela 3 – Valores da análise de cor após a segunda e quarta queima (ΔE_{ab} 2x-4x).

	ΔE_{ab} 4X-2X	ΔE_{2000} 4X-2X
CO	0,79	0,54
DF	0,87	0,67
SF	0,52	0,43
p-valor	0,60	0,15

Fonte: Elaborada pelo autor

Segundo Paravina et al. (2015), a tolerância de perceptibilidade para alteração visível de cor do ΔE_{ab} é de 1,2, já a do ΔE_{00} 0,8. Como todos os valores de Δ dessa pesquisa encontram-se inferiores a esses limites, pode-se afirmar que não houve alteração da cor da cerâmica em virtude do aumento de quantidade de queimas. Também não houveram diferenças estatísticas ($p > 0,05$) entre os grupos em relação aos deltas, indicando que nenhuma técnica de pigmentação foi capaz de gerar uma significativa alteração de cor em relação a outra.

5.1.2 Análise de translucidez

Na Tabela 4 observa-se que houve diferença estatística dos valores de translucidez para o fator tipo de técnica de pigmentação, onde se destaca que o

grupo DF apresentou valores inferiores aos demais grupos, sugerindo uma característica mais opaca do material ($p < 0,01$).

Notou-se também que os grupos CO e SF apresentaram estabilidade dessa propriedade, não apresentando diferenças estatísticas após as diferentes queimas das amostras. No entanto, o grupo DF quando submetido à quatro queimas foi responsável pela redução significativa de translucidez nas amostras analisadas.

Tabela 4 – A médias e desvios padrão dos valores de translucidez. As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste t (colunas) ou de Tukey (linhas). As letras maiúsculas nas linhas se referem ao fator técnica de pigmentação e as minúsculas nas colunas a quantidade de queimas.

	CO	DF	SF	p-valor
2x	10,71 ± 0,91	7,10 ± 1,10	9,77 ± 0,90	<0,01
	Aa	Ba	Ca	
4x	10,45 ± 0,77	6,35 ± 1,15	9,17 ± 1,05	<0,01
	Aa	Bb	Ca	
p-valor	0,41	0,02	0,1	

Fonte: Elaborada pelo autor

5.2 Rugosidade

A média de Ra e os valores de desvio padrão estão apresentados na Tabela 5. Apesar de nos grupos controle parecer haver uma tendência a reduzir a rugosidade com o aumento das queimas, essa diferença só foi significativa nos grupos DF. No entanto, observou-se também que os grupos DF, independentemente do número de queimas, sempre apresentaram rugosidade superior aos demais.

As imagens representativas da superfície de cada grupo podem ser observadas na Figura 16.

Tabela 5 – Resultado da estatística realizada com os valores de rugosidade Ra. As médias e desvios padrão estão representados em μm . As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste t (colunas) ou de Tukey (linhas). As letras maiúsculas nas linhas se referem ao fator técnica de pigmentação e as minúsculas nas colunas a quantidade de queimas.

	CO	DF	SF	p-valor
II	52,87 \pm	122,44 \pm	64,27 \pm	<0,01
	22,34 Aa	36,39 Ba	6,11 Aa	
IV	45,94 \pm	77,20 \pm 15,33	65,90 \pm	<0,01
	16,04 Aa	Bb	7,81 Ca	
p-valor	0,34	<0,01	0,53	

Fonte: Elaborada pelo autor

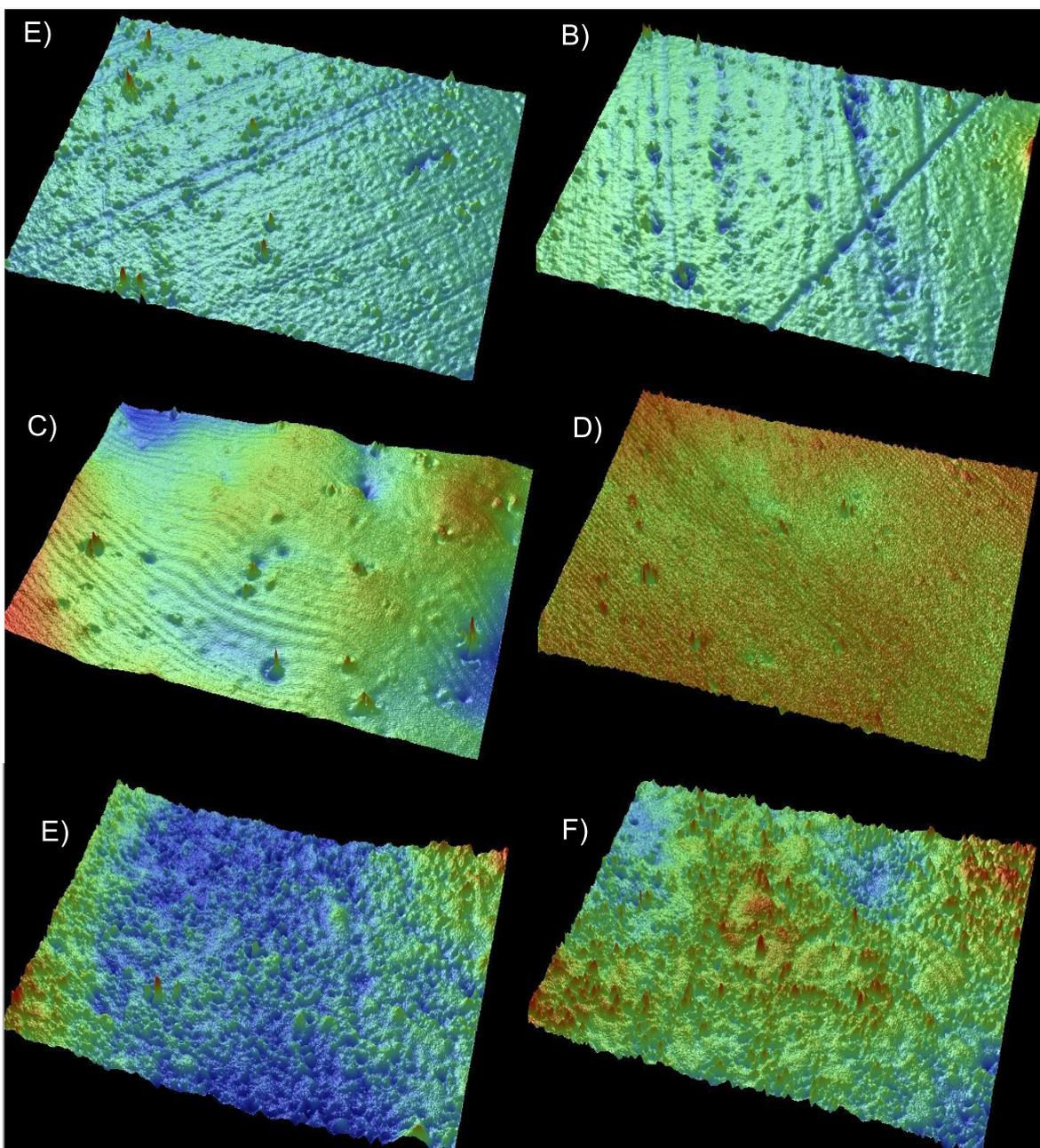


Figura 16 – Imagens 3D da rugosidade da superficial obtidas pela perfilometria. As áreas em vermelho indicam picos (maior rugosidade), as áreas em azul representam vales e as regiões em verde representam zonas neutras. A) COII; B) COIV; C) DFII; D) DFIV; E) SFII; F) SFIV.

Fonte: Elaborada pelo autor

5.3 Difração de Raios-X (DRX)

Os gráficos obtidos pelo DRX estão expostos na Figura 17. Nessa é possível analisar a composição e encontrar os picos característicos de cada fase dos materiais.

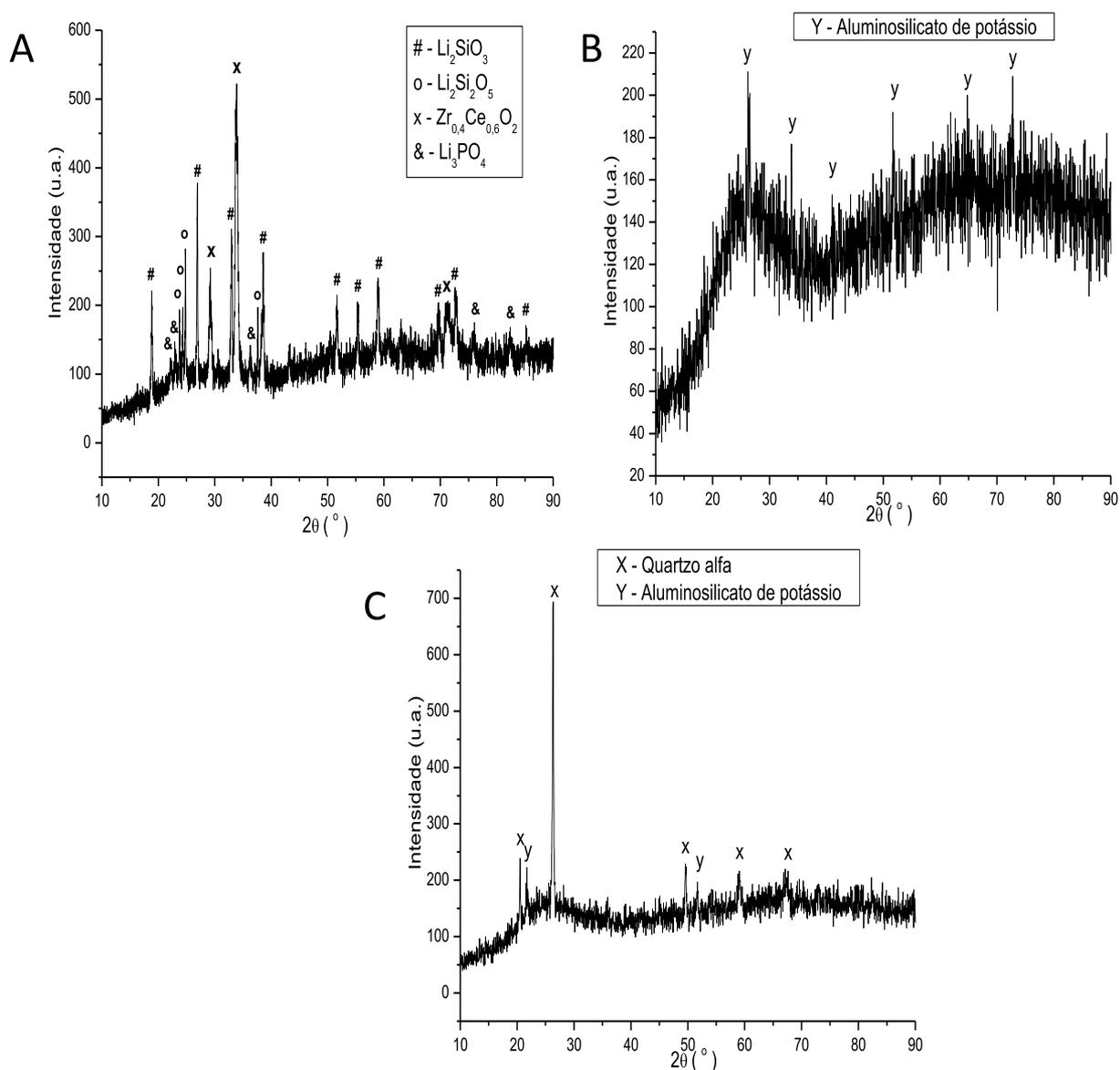


Figura 17 – Gráficos obtidos pelo DRX para cada grupo da pesquisa. A) Difratoograma de raios X da amostra Controle após queima (CO); B) Difratoograma de raios X da amostra do grupo “*Double Firing*” (DF); C) Difratoograma de raios X da amostra do grupo “*Single Firing*” (SF).

Fonte: Elaborada pelo autor

A Figura 17-A apresenta o difratograma de raios X da amostra Suprinity nos grupos CO, tanto com duas queimas quanto com quatro queimas, se observou difratogramas muito semelhantes e com a presença dos mesmos picos. Foram observadas as fases de: silicato de lítio, com duas fórmulas químicas diferentes (Li_2SiO_3 e $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), de óxido de zircônio e cério ($\text{Zr}_{0,4}\text{Ce}_{0,6}\text{O}_2$) e de fosfato de lítio (Li_3PO_4).

O grupo de amostras “*Double Firing*” (DF), tanto com duas ou quatro queimas, apresentou a fase cristalina de aluminosilicato de potássio (Figura 17-B). Como a profundidade de penetração do raio X é de aproximadamente 4 micrometros, só foi possível identificar a fase presente na maquiagem que por sua vez é pouco cristalina (picos largos e pouco intensos).

E na Figura 17-C se observa o difratograma de raios X que representa amostras do grupo “*Single Firing*” (SF), tanto com duas ou quatro queimas se verificou os mesmos conjuntos de picos. Foram identificadas as fases de quartzo alfa e aluminosilicato de potássio. Com a queima combinada se observa maior cristalinidade da fase quartzo que não aparece na queima separada.

5.4 Resistência a flexão biaxial

Os resultados do teste de flexão biaxial estão descritos na Tabela 6. Por meio da aplicação da análise de variância (ANOVA 1-fator) e Tukey (5%) foi possível observar que houve influência do tipo de técnica de pigmentação na resistência, sendo que os grupos SF, independentemente da quantidade de queimas, apresentaram valores significativamente superior aos demais.

Quando analisados o fator quantidade de queimas, apesar de em todos os grupos (CO, DF e SF) notar-se ligeiro aumento da resistência com quatro queimas em comparação com duas, mas esse aumento não demonstrou-se significativamente capaz de modificar as propriedades mecânicas da cerâmica para os grupos CO e DF ($p > 0,05$), diferentemente do que ocorreu para os grupos SF, já que SFIV demonstrou um valor significativamente superior a SFII ($p < 0,01$).

Tabela 6 - Dados de resistência a flexão biaxial: médias e desvio-padrão de cada grupo em MPa. As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre as colunas (letras minúsculas) ou linhas (letras maiúsculas).

	CO	DF	SF	p-valor
II	210,57 ± 41,16 Aa	222,77 ± 33,86 Aa	271,64 ± 34,32 Ba	<0,01
IV	224,03 ± 54,07 Aa	229,78 ± 35,96 Aa	325,52 ± 62,85 Bb	<0,01
p-valor	0,45	0,58	<0,01	

Fonte: Elaborada pelo autor

6 DISCUSSÃO

Atualmente as cerâmicas odontológicas têm sido objetivo de muitos estudos. visto que, na maioria das vezes, é o material reabilitador de escolha por parte dos profissionais, em virtude de suas propriedades benéficas, e ainda, pela evolução dos sistemas, os que incluem agora as cerâmicas reforçados, as quais, no entanto, ainda requerem estudos para certificarem a sua eficácia (CONCEIÇÃO et al., 2005). Neste trabalho, optou-se por avaliar uma cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia (VITA SUPRINITY) após sua pigmentação extrínseca e diversos números de queimas, investigando os efeitos causados em suas propriedades ópticas, químicas e mecânicas, pois reconhecer as propriedades do material restaurador é fundamental para atingir os objetivos estéticos e garantir sua longevidade (ACAR et al., 2016).

Isso porque os dentes naturais possuem um conjunto de características complexas que torna desafiadora a obtenção de restaurações com uma aparência mais natural (VICHI et al., 2011). Em um cenário ideal, espera-se que queimas repetidas das cerâmicas não influenciem de forma direta as características de uma restauração (AURELIO et al., 2017). No entanto, Miranda et al. (2019) compararam diferentes tipos de técnicas de pigmentação e números de queimas para uma cerâmica de dissilicato de lítio CAD/CAM e observaram que houve uma alteração de cor perceptível, porém aceitável clinicamente ($0,8 > \Delta E_{00} < 1,8$) nos grupo controle e nos grupos que tiveram uma queima única/combinada de cristalização e pigmentação, mesmo quando mais três queimas de simulação de correção do pigmento foi realizada nesse grupo. No entanto, quando foi realizada uma técnica de pigmentação de dupla queima (primeiro a queima de cristalização e depois uma queima para caracterização estética da cerâmica), os mesmos autores já notaram uma alteração de cor clinicamente perceptível ($\Delta E_{00} > 1,8$). O que se percebe, para outras cerâmicas de dissilicato de lítio prensadas é que, sem nenhum tipo de caracterização, também há uma alteração da cor, porém dentro da margem de aceitabilidade clínica ($1,2 > \Delta E_{ab} < 2,7$) (Dong-Dong et al., 2015; GOZNELLI, KAZAZOGLU e OZKAN, 2013; OZTURK et al., 2008). Contudo, pôde-se perceber no presente estudo através dos cálculos de Δ_{ab} e ΔE_{00} que não houve diferença de cor perceptível em nenhum dos grupos das amostras testadas ($\Delta_{ab} < 2,7$; $\Delta E_{00} < 0,8$), de acordo com o estudo de Paravina et al. (2015).

Em outro trabalho Passos et al. (2019), também comparou diferentes espessuras, tons e protocolos de queimas da cerâmica ZLS e concluíram que o protocolo de queima não alterou sua cor final. Com isso, tendemos a sugerir de que o silicato de lítio e seu material para pigmentação possuem melhor estabilidade de cor que o dissilicato de lítio, contudo, Juntavee e Uasuwan (2019) ao submeter diferentes cerâmicas sem “maquiagem” (zircônia, dissilicato e silicato de lítio) a diversos protocolos de resfriamento, observaram que a ZLS apresentaram alteração de cor clinicamente aceitável, enquanto a cerâmica de dissilicato de lítio apresentou resultados clinicamente indistinguíveis.

Outro fator que interfere na estética de uma restauração é a translucidez (JUNTAVEE e UASUWAN, 2019), que pode ser descrita como a capacidade que um feixe de luz tem de passar por um objeto, ou seja, a capacidade que ele tem de ser transmitido. Nesta pesquisa, todos os grupos apresentaram estabilidade do parâmetro de translucidez quando avaliados ao fator número de queimas, o que pode ser justificado pela redução da porosidade e aumento da densidade possibilitado que a zircônia proporciona ao material, causando um aumento na homogeneidade da estrutura cristalina, promovendo melhor refletância e transmissão óptica com refração minimizada (JUNTAVEE e UASUWAN, 2019). No entanto, os valores de translucidez do grupo DF, independentemente do número de queimas, foi significativamente inferiores aos grupos CO e SF, Portanto as amostras do grupo DF apresentavam-se mais opacas, o que pode ser justificado pelos resultados do DRX que mostram que no grupo SF existem fases de quartzo presentes, que não foram encontradas nos grupos de queimas DF. O quartzo, por sua vez, é transparente a translúcido (BARBOSA e PORPHIRIO, 1995) e, portanto, se espera que o material da maquiagem tenha maior translucidez no caso da queima combinada em relação à queima separada.

Descobertas sobre a superfície da cerâmica odontológica, mostram que além de interferir na observação das propriedades óticas (MIRANDA et al., 2019), a rugosidade pode contribuir no progresso de doenças periodontais, devido ao acúmulo de biofilme (YUAN et al., 2018), favorecer o desenvolvimento de trincas e fraturas nas restaurações cerâmicas, (EVANS et al., 1990; FLURY, PEUTZFELDT e LUSSI, 2012; NAM et al., 2017; STRASSER et al.,2018). No entanto, diferentes autores (BITTAR et al., 2019; MIRANDA et al., 2019) relataram que a realização da pigmentação extrínseca foi capaz de aumentar a rugosidade de superfície de

diferentes cerâmicas, sendo essas vítreas (MIRANDA et al., 2019) ou cristalinas (BITTAR et al., 2019), o que também foi observado nesse trabalho, sendo esse aumento mais significativos nos grupos DF, independentemente no número de queimas. No entanto, para os grupos SF, esse aumento na rugosidade, em relação ao CO, só foi significativo após a quarta queima.

Em relação ao fator número de queimas, houve uma alteração na topografia de superfície apenas para os grupos DF, que quando queimado por quatro vezes (DFIV) reduziu significativamente os valores de rugosidade em relação ao grupo queimado duas vezes (DFII). Esse último resultado entra em consonância com trabalho de Aurélio et al. (2015) que mostrou uma redução da rugosidade superficial de uma cerâmica de leucita após ser submetida à uma queima mais estendida do glaze, em 15 min. No entanto, no presente estudo, nos grupos DF é possível notar uma rugosidade significativamente maior que os demais grupos. Em hipótese elaborado por Miranda et al. 2020, durante a queima pela técnica DF, pode ser que os pigmentos não tenham uma interação com a camada de cerâmica que já havia sido cristalizada, resultando em uma rugosidade maior que os demais grupos. Já o aumento na rugosidade, como já era esperado, nos grupos caracterizados (DF e SF) pode ser explicado pela própria aplicação do pigmento. Aspecto, esse, observado durante a pigmentação das amostras, o que sugere um aperfeiçoamento do material para seu melhor desempenho clínico. Todavia, nota-se que a literatura ainda não está consolidada sobre o comportamento dos materiais cerâmicos frente aos processos térmicos e que o desempenho do material é dependente da técnica a ser empregada.

Portanto, além das propriedades já relatadas acima, é também necessário aferir as consequências dos tipos de pigmentação e processos de queima na resistência desse material. O teste de resistência à flexão biaxial, que permitiu observar que houve influência do tipo de técnica de pigmentação na resistência, sendo que os grupos SF, independentemente da quantidade de queimas, apresentaram valores significativamente superiores aos demais. Esse achado talvez possa ser explicado com análises microscópicas e químicas para verificar a teoria de uma possível infiltração do pigmento na cerâmica ao se adotar a técnica SF, tornando o conjunto menos heterogêneo e frágil, sendo a ausência desses testes uma limitação do estudo. Quando analisados o fator quantidade de queimas no teste de resistência a flexão biaxial, apenas SFIV demonstrou um valor

significativamente superior a SFII ($p < 0,01$). Mesmo que em condições diferentes, esse achado ganha consistência com o trabalho de Aurélio et al. (2017), que relatou que um tempo de queima estendido promoveu uma propagação reduzida de fissuras em cerâmicas vítreas CAD/CAM, o que, segundo os mesmos autores, aumentam a resistência a fratura. Aurélio et al. (2015), também relataram maior resistência à flexão de uma cerâmica vítrea à base de leucita após uma queima de glaze prolongada, em comparação à queima de glaze recomendada pelo fabricante. A justificativa para isso seria um maior agregado cristalino e a cura de trincas intrínsecas as cerâmicas (GREIL, 2012).

Ainda que o estudo apresente limitações como a ausência de testes de fadiga e de análises para verificar a interface entre pigmento e a cerâmica, essa investigação suporta um desempenho mecânico e óptico mais efetivo para a cerâmica ZLS quando a queima da pigmentação é realizada conjuntamente com a da cristalização, pois dessa maneira, independentemente do número de queimas, apresentou adequada estabilidade de cor, translucidez e composição química, além de menores valores de rugosidade e maior resistência a flexão biaxial quando comparado a técnica de dupla queima para pigmentação extrínseca. Resistência essa que ainda aumentou significativamente com o maior número de queimas. Portanto, essa técnica (SF) parece ser a mais adequada para realização de restaurações monolíticas de cerâmica ZLS, apresentando-se de maneira simplificada, capaz de reduzir tempo de trabalho laboratorial e, possivelmente, os custos do tratamento odontológico.

7 CONCLUSÃO

Os testes dessa pesquisa permitiram a obtenção das seguintes conclusões:

- a) A cerâmica ZLS, independentemente da realização da pigmentação e da técnica para realização dessa, apresentou boa estabilidade de cor. Já quando a pigmentação foi feita em duas queimas diferentes para cristalização e pigmentação, isso alterou significativamente a translucidez do conjunto, deixando as amostras mais opacas, o que se intensifica com um maior número de queimas;
- b) Apesar de uma maior rugosidade significativa das amostras quando a pigmentação foi feita em duas queimas diferentes para cristalização e pigmentação em comparação aos demais grupos, esse tipo de técnica foi a única capaz de promover uma redução estatisticamente mais significativa nos valores de rugosidade quando o conjunto foi queimado por até 4 vezes;
- c) A pigmentação extrínseca, bem como a técnica para sua realização, indicam uma mudança no conteúdo químico do conjunto cerâmica e pigmento, já a quantidade de queimas não modificou significativamente essa composição inicial;
- d) Mecanicamente, a queima única para cristalização e pigmento demonstrou melhores resultados estatísticos do que os outros grupos, sendo ainda a única técnica que teve aumento da resistência com um maior número de queimas;

REFERÊNCIAS

- ABOUSHLIB, MN.; SLEEM, D. Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. **J Adhes Dent**, v. 16, n. 6, p. 547-52, 2014.
- ACAR, O et al. Color stainability of CAD/CAM and nanocomposite resin materials. **J Prosthet Dent**, v. 115, n. 1, p. 71-75, 2016.
- ALAO, A. et al. Fracture, roughness and phase transformation in CAD/CAM milling and subsequent surface treatments of lithium metasilicate/disilicate glass-ceramics. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 74, p. 251-260, 2017.
- ALBAKRY, M; GUAZZATO, M; SWAIN, MV. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. **J Dent**, v. 32, n. 2, p. 91-99, 2004.
- AURÉLIO, I. L. et al. Extended glaze firing improves flexural strength of a glass ceramic. **Dent Mater**, v. 31, n. 12, p. e316-e324, 2015.
- AURÉLIO, I. L. et al. The effect of extended glaze firing on the flexural fatigue strength of hard-machined ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 120, n. 5, p. 755-761, 2018.
- AURÉLIO, I. L.; DORNELES, Lucio S.; MAY, Liliana G. Extended glaze firing on ceramics for hard machining: Crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects. **Dent Mater**, v. 33, n. 2, p. 226-240, 2017.
- BARBOSA, M.I.M.; PORPHIRIO, N.H. Caracterização tecnológica de lascas de quartzo. **Série Tecnologia Mineral** Nº 69, Centro de Tecnologia Mineral, 1995.
- BELLI, R. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater**, v. 33, n. 1, p. 84-98, 2017.
- BELLI, R; PETSCHERT, A.; LOHBAUER, U. Thermal-induced residual stresses affect the fractographic patterns of zirconia-veneer dental prostheses. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 21, p. 167-177, 2013.
- BISPO, L. B. Cerâmicas odontológicas: vantagens e limitações da zircônia. **Rev Bras Odontol**, v. 72, n. 1/2, p. 24, 2016.
- BITTAR, BF et al. Effect of extrinsic pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading of a translucent ZrO₂ ceramic. **Dent Mater**, 2019.

CANEPELE, T. M.; BORGES, A. B.; TORRES, C. R. Effects of dental bleaching on the color, translucency and fluorescence properties of enamel and dentin. **Eur J Esthet Dent Year**, 2013.

CHO, S. H. et al. The effect of multiple firings on the marginal integrity of pressable ceramic single crowns. **J Prosthet Dent**, v. 107, n. 1, p. 17-23, 2012.

CONCEIÇÃO, E.N. et al. Restaurações Estéticas: compósitos, cerâmicas e implantes. 10 ed. São Paulo: Ed. Artmed, 2005. Cap. 8, p. 198-217.

DE CHIFFRE, L et al. Quantitative characterisation of surface texture. **CIRP Annals**, v. 49, n. 2, p. 635-652, 2000.

DELLA BONA, A; SHEN, C; ANUSAVICE, KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. **Dent Mater**, v. 20, n. 4, p. 338-344, 2004.

DONG-DONG Q et al. [Effect of repeated sintering on the color and translucency of dental lithium disilicate-based glass ceramic]. **Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi**. 2015 Feb;33(1):50-3.

ELSAKA, S. E.; ELNAGHY, A. M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. **Dent Mater**, v. 32, n. 7, p. 908-914, 2016.

EVANS, DB. et al. The influence of condensation method on porosity and shade of body porcelain. **J Prosthet Dent**, v. 63, n. 4, p. 380-389, 1990.

FIGUEIREDO-PINA, C. G. et al. Tribological behaviour of unveneered and veneered lithium disilicate dental material. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 53, p. 226-238, 2016.

FLURY, S; PEUTZFELDT, A; LUSSI, A. Influence of surface roughness on mechanical properties of two computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) ceramic materials. **Oper Dent**, v. 37, n. 6, p. 617-624, 2012.

GOMES, E. A. et al. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Cerâmica**, v. 54, n. 331, p. 319-325, 2008.

GOZNELI, R et al. Effects of repeated firings on colour of leucite and lithium disilicate ceramics. **Balkan Journal of Stomatology**, v. 17, n. 3, p. 122-127, 2013.

GRACIS, S. et al. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. **Int J Prosthodont**, v. 28, n. 3, 2015.

GREIL, P. Generic principles of crack-healing ceramics. **J Adv Ceramics**, v. 1, n. 4, p. 249-267, 2012.

GUAZZATO, M et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. **Dent Mater**, v. 20, n. 5, p. 441-448, 2004.

HOMAEI, E et al. Static and fatigue mechanical behavior of three dental CAD/CAM ceramics. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 59, p. 304-313, 2016.

HSUEH, CH; LUTTRELL, CR.; BECHER, PF. Analyses of multilayered dental ceramics subjected to biaxial flexure tests. **Dent Mater**, v. 22, n. 5, p. 460-469, 2006.

ISO 6872. Dentistry-ceramic materials. **International Organization for Standardization**, Geneva, Switzerland, 2008.

JUNTAVEE, N; UASUWAN, P. Influence of thermal tempering processes on color characteristics of different monolithic computer-assisted design and computer-assisted manufacturing ceramic materials. **J Clinic Experimental Dent**, v. 11, n. 7, p. e614, 2019.

KASSOTAKIS E. M. et al. Evaluation of the Effect of Different Surface Treatments on Luting CAD/CAM Composite Resin Overlay Workpieces. **J Adhes Dent**, v.17 p. 521–528, 2015.

KOMINE, F. et al. Influence of porcelain-firing procedures on the marginal distortion of electroformed metal-ceramic restorations. **Quintessence Int**, v. 38, n. 10, 2007.

KURSOGLU, P et al. Translucency of ceramic material in different core-veneer combinations. **J Prosthet Dent**, v. 113, n. 1, p. 48-53, 2015.

LIN, WS; HARRIS, B T.; MORTON, Dean. Trial insertion procedure for milled lithium disilicate restorations in the precrystallized state. **J Prosthet Dent**, v. 107, n. 1, p. 59-62, 2012.

MARCHACK, B W. et al. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. **J Prosthet Dent**, v. 106, n. 3, p. 145-152, 2011.

MENDONCA, A. et al. Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM materials for monolithic dental restorations. **J Prosthodont**, v. 28, n. 2, p. e587-e594, 2019.

MIRANDA, JS et al. Effect of repeated firings and staining on the mechanical behavior and composition of lithium disilicate. **Dent Mater**, 2020.

MIRANDA, JS. et al. Effect of staining and repeated firing on the surface and optical properties of lithium disilicate. **J Esthet Rest Dent**, v. 32, n. 1, p. 113-118, 2020.

MONTEIRO, J. B. et al. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 77, p. 375-382, 2018.

NAM, JY; PARK, MG Effects of aqueous and acid-based coloring liquids on the hardness of zirconia restorations. **J Prosthet Dent**, v. 117, n. 5, p. 662-668, 2017.

NETO, J. M. A. S. et al. Cerâmicas odontológicas: Uma revisão de literatura. **Rev Eletrônica Acervo Saúde**, n. 40, p. e2416-e2416, 2020

NISHIOKA, G. et al. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. **Braz Oral Res**, v. 32, 2018.

OTTONI, R. et al. Precision of different fatigue methods for predicting glass-ceramic failure. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 88, p. 497-503, 2018.

OZTURK, O et al. The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems. **J Prosthet Dent**, v. 100, n. 2, p. 99-106, 2008.

PALLIS, K et al. Fracture resistance of three all ceramic restorative systems for posterior applications. **J Prosthet Dent**, v. 91, n. 6, p. 561-569, 2004.

PARAVINA, RD. et al. Color difference thresholds in dentistry. **J Esthet Rest Dent**, v. 27, p. S1-S9, 2015.

PARK J. e CHOI Y. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. **J Adv Prosthodont**, v. 8, p. 275-84, 2016.

PASSOS, L. et al. Effect of thickness, translucency, and firing protocol on the masking ability of a CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate for different backgrounds. **Int J Comput Dent**, v. 22, n. 1, p. 29-38, 2019.

PEUMANS, M et al. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. **J Adhes Dent**, v. 18, n. 4, p. 289-302, 2016.

PLACIDO, E. Distribuição de tensões em teste de cisalhamento e micro-cisalhamento mediante análise de elementos finitos [**Tese de Doutorado**]. São Paulo: Faculdade de odontologia da USP; 2006.

PRADO, RA. et al. Influência da temperatura de sinterização sobre a rugosidade superficial de três porcelanas odontológicas. **Braz Dent Science**, v. 6, n. 3, 2003.

RAMOS, N. et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dent Mater**, v. 32, n. 7, p. 870-878, 2016.

SANTOS, JO.; MUNITA, CS. Estudo da tecnologia de queima de cerâmica arqueológicas por difratometria de raios X. In: **Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação**. 2013. p. 1.

SCHWINDLING, FS; RUES, S; SCHMITTER, M. Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns. **J Prosthodont**, v. 61, n. 3, p. 344-349, 2017.

STRASSER, T et al. Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. **Clin Oral Invest**, v. 22, n. 8, p. 2787-2797, 2018.

SUBAŞI, MG et al. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. **J Adv Prosthodont**, v. 6, n. 6, p. 462-467, 2014.

TITLEY, K et al. The effect of concentrated hydrogen peroxide solutions on the surface morphology of human tooth enamel. **J Endodont**, v. 14, n. 2, p. 69-74, 1988.

TRAINI, T. et al. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. **Dent Mater J**, v. 35, n. 5, p. 748-755, 2016.

TUNCEL, I et al. The effect of coloring liquids on the translucency of zirconia framework. **J Adv Prosthodont**, v. 5, n. 4, p. 448-451, 2013.

VICHI, A et al. Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. **Dent Mater**, v. 27, n. 1, p. 97-108, 2011.

VICHI, A. et al. Effect of finishing and polishing on roughness and gloss of lithium disilicate and lithium silicate zirconia reinforced glass ceramic for CAD/CAM systems. **Oper Dent**, v. 43, n. 1, p. 90-100, 2018.

VITA SUPRINITY. Working Instructions. **Vita Zanhfabrik**, 2013.

WANG, F.; TAKAHASHI, H.; IWASAKI, N. Translucency of dental ceramics with different thicknesses. **J Prosthet Dent**, v. 110, n. 1, p. 14-20, 2013.

WENDLER, M. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: flexural strength testing. **Dent Mater**, v. 33, n. 1, p. 99-109, 2016.

YUAN, JC. et al. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramic restorations. **J Prosthet Dent**, v. 119, n. 6, p. 1000-1006, 2018.

ZAHRAN, M. et al. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. **J Prosthodont**, v. 17, n. 5, p. 370-377, 2008.

ZHANG, Y et al. Fracture-resistant monolithic dental crowns. **Dent Mater**, v. 32, n. 3, p. 442-449, 2015.

ZHANG, Z et al. A comparative study of progressive wear of four dental monolithic, veneered glass-ceramics. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 74, p. 111-117, 2017.

ZHAO, K. et al. Influence of veneer application on fracture behavior of lithium-disilicate-based ceramic crowns. **Dent Mater**, v. 28, n. 6, p. 653-660, 2012.