

**LUCAS DO NASCIMENTO TAVARES**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES ESTRUTURAIS, MORFOLÓGICAS E  
MECÂNICAS DE DUAS MARCAS COMERCIAIS DIFERENTES DE  
DISSILICATO DE LÍTIO PARA O SISTEMA CAD/CAM**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, para obtenção do Título de Mestre em Odontologia na Área de Clínica Odontológica Integrada.

**Uberlândia, 2017**

**LUCAS DO NASCIMENTO TAVARES**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES ESTRUTURAIS, MORFOLÓGICAS E  
MECÂNICAS DE DUAS MARCAS COMERCIAIS DIFERENTES DE  
DISSILICATO DE LÍTIO PARA O SISTEMA CAD/CAM**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, para obtenção do Título de Mestre em Odontologia na Área de Clínica Odontológica Integrada.

Orientador: Prof. Dr. Flávio Domingues das Neves

Banca examinadora:

Prof. Dr. Flávio Domingues das Neves

Profa. Dra. Karla Zancopé

Prof. Dr. Cláudio Pinheiro Fernandes

**Uberlândia, 2017**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

---

T231a  
2017      Tavares, Lucas do Nascimento, 1991  
            Análise das propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas de  
            duas marcas comerciais diferentes de dissilicato de lítio para o sistema  
            CAD/CAM / Lucas do Nascimento Tavares. - 2017.  
            55 p. : il.

            Orientador: Flávio Domingues das Neves.  
            Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,  
            Programa de Pós-Graduação em Odontologia.  
            Inclui bibliografia.

            1. Odontologia - Teses. 2. Litio - Teses. 3. Microscopia eletrônica de  
            varredura - Teses. 4. Sistema CAD/CAM - Teses. I. Neves, Flávio  
            Domingues das. II. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de  
            Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

---

CDU: 616.314

## DEDICATÓRIA

*Dedico esta dissertação de mestrado às pessoas mais importantes na minha, que são meus amados pais, Célia e José Carlos, ao meu Irmão Leonardo, meus Avós Osório e Vicência e Maria e João, a minha querida esposa Nayara, e ao meu orientador Professor Flávio, que me deu a oportunidade de aprender cada dia mais sobre odontologia e sobre a vida. Pois foi através de todos vocês e de toda a minha família e amigos, que consegui concluir mais esta importante etapa da minha vida, nunca esquecendo preceitos básicos, como educação e respeito, com bastante dedicação e amor pela minha profissão.*

## AGRADECIMENTOS

**À Deus** primeiramente, por conceder a mim muita saúde e disposição durante esta jornada, minha fé grandiosa vem de ti e me levará a qualquer lugar que eu desejar, se for também da Tua vontade;

**À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia** e ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia pela oportunidade concedida, pelo acolhimento carinhoso, pelas amizades conquistadas e principalmente pelo crescimento profissional e pessoal;

**Aos meus Pais**, que sem o apoio deles não seria possível chegar onde estou, concluindo o meu mestrado. Aprendi com vocês a importância do conhecimento, e me empenho para que o esforço que vocês tiveram para me ajudarem durante a minha formação, tenha valido a pena.

**Aos meus Avós**, que são exemplos de vida, por criarem todos os seus filhos, muitas das vezes se privando de suas vontades, para ver a felicidades deles. Amo muitos vocês, estarão sempre comigo.

**Leonardo**, ao meu querido irmão, companheiro para toda vida, agradeço você por tudo que fez por mim e ainda continua fazendo, peço a Deus para que ele abençoe a Leticia e Lara todos os dias, vocês são muito especiais.

**Nayara**, minha querida esposa, companheira para todos os momentos, você sabe me fez um homem muito melhor, e peço para que Deus me dê forças para cuidar de você e da nossa família que vamos constituir, que já se iniciou com a Bela.

**Ao Professor e Orientador Dr. Flávio Domingues Neves**, por todos os ensinamentos durante meu curso de graduação, sendo o meu orientador em uma iniciação científica e depois meu orientador durante o mestrado. Profissionalmente um exemplo de profissional a ser seguido, muito competente e cuidado com seus pacientes, que serve de inspiração para mim;

**À Dra. Karla Zancopé**, que me acompanhou durante a minha graduação e na minha pós-graduação, nunca medindo esforços para me ajudar no que fosse preciso. Uma amizade que foi construída para vida toda.

**Aos Professores** das disciplinas do programa de pós-graduação pelos ensinamentos transmitidos, convívio e amizade, eu cresci e evolui muito dentro desta casa chamada **UFU**.

**À todos os amigos do curso de Pós –Graduação**, Por todos os momentos que passamos juntos durante este período de 2 anos. Com muito apoio e incentivo para vencermos esta importante etapa de nossas vidas. Em especial aos meus colegas do curso de pós-graduação, Caio, Luiz Henrique, Cassio Vinhadelli Flores, Julia, Daniella, Rafinha, Lívia, Frederick, Alexandre, Ana Laura, Taís, Marcel, Thiago Carneiro.

**Caio Cesar e Frederick**; por todos os momentos que passamos junto, dentro e fora da universidade. Vocês são irmãos que a vida me proporcionou, e meus padrinhos de casamento, muito obrigado por tudo, e podem sempre contar comigo para o que precisarem.

**Marcel e Thiago**, por todos os ensinamentos, que se iniciaram na minha graduação e perduram até nos dias de hoje, vocês são referências na minha formação profissional.

**Ao CPBio** e seus funcionários, pela forte contribuição científica, sem deixar que a convivência fosse leve e agradável;

**Ao NEPRO**, mas que um grupo uma família que eu tenho muito orgulho de participar, composta por uma equipe forte e empenhada que contribui muito pelo desenvolvimento científico;

**À Eikon**, que sempre estive de portas abertas para discussão, planejamento e execução de casos clínicos muito enriquecedores; e que muitas vezes serviu de apoio científico também na execução do meu projeto.

**AO CNPq e FAPEMIG**, pelo apoio e fomento à pesquisa.

## **EPÍGRAFE**

Pouco conhecimento faz com que as pessoas se sintam orgulhosas. Muito conhecimento, que se sintam humildes. É assim que as espigas sem grãos erguem desdenhosamente a cabeça para o Céu, enquanto que as cheias as baixam para a terra, sua mãe.

**Leonardo da Vinci**

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ABREVIATURAS</b>	9
<b>RESUMO</b>	10
<b>ABSTRACT</b>	11
<b>1 INTRODUÇÃO E REFERENCIAL TEÓRICO</b>	12
1.1 <i>Avaliação estrutural – Difração de raios X (DRX)</i>	16
1.2.1 <i>Avaliação Morfológica – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	18
1.2.2 <i>Avaliação Morfológica – Teste de avaliação de porosidade</i>	18
1.3.1 <i>Avaliação Mecânica – Teste flexural de três pontos</i>	19
1.3.2 <i>Avaliação Mecânica - Microcisalhamento</i>	21
1.4 <i>Considerações finais</i>	23
<b>2 PROPOSIÇÃO</b>	23
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b>	23
3.1 <i>Delineamento experimental</i>	24
3.2 <i>Avaliação estrutural – Difração de raios X (DRX)</i>	25
3.3.1 <i>Avaliação Morfológica – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	26
3.3.2 <i>Avaliação Morfológica – Teste de avaliação de porosidade</i>	27
3.4.1 <i>Avaliação Mecânica – Teste flexural de três pontos</i>	28
3.4.2.1 <i>Avaliação Mecânica - Ensaio de microcisalhamento</i>	32
3.4.2.2 <i>Análise do padrão de falha</i>	38
<b>4 RESULTADOS</b>	39
4.1 <i>Avaliação estrutural – Difração de raios X (DRX)</i>	39
3.3.1 <i>Avaliação Morfológica – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	40
3.3.2 <i>Avaliação Morfológica – Teste de avaliação de porosidade</i>	41



3.4.1 Avaliação Mecânica – Teste flexural de três pontos	42
3.4.2.1 Avaliação Mecânica - Ensaio de microcisalhamento	42
3.4.2.2 Análise do padrão de falha	43
<b>5 DISCUSSÃO</b>	44
<b>6 CONCLUSÃO</b>	49
<b>REFERÊNCIAS</b>	50

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD/CAM- computer-aided design/ computer-aided manufacturing

PPF- Prótese parcial fixa

mW/cm<sup>2</sup>- Unidade de densidade de energia (milliwatts por centímetro quadrado)

mm – Unidade de comprimento (milímetro)

µm – Unidade de comprimento (micrometro)

MPa – MegaPascal

N- Unidade de força (Newton)

mm/min – unidade de velocidade (milímetro por minuto)

mm<sup>2</sup>- unidade de área (milímetro quadrado)

s – unidade de tempo (segundos)

min – unidade de tempo (minutos)

Kgf – unidade de medida (quilograma força)

% - Porcentagem

10-MDP – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

## RESUMO

O objetivo deste presente estudo foi comparar duas marcas comerciais diferentes de Dissilicato de Lítio para o sistema CAD / CAM (IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD / CAM), avaliando suas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas.

Para avaliar as propriedades estruturais foram necessárias duas amostras de cada grupo, para serem analisadas por meio do DRX (difração de raios X). As propriedades morfológicas foram analisadas utilizando o MEV (Microscopia eletrônica de Varredura) antes e depois do tratamento térmico, e o teste de porosidade, realizado através de uma tomografia computadorizada em 3D (micro-CT). Para avaliar as propriedades mecânicas foi realizado o teste flexural de três pontos e o teste de microcissalhamento, e para isto foram selecionados dez espécimes de cada grupo para cada teste. Os valores médios de porosidade e da resistência flexural de três pontos foram analisados pelo teste t e a resistência de união obtida através do microcissalhamento foi analisada pelo teste Anova Two-way. Todos os testes usaram um nível de significância de  $\alpha = 0,05$ .

Os resultados obtidos pela análise estrutural realizada pelo DRX apresentaram picos no difractograma correspondentes ao Metassilicato de Lítio e o Dissilicato de Lítio, com intensidades semelhantes para ambos os grupos testados. Após realizar a microscopia eletrônica de varredura, não foi encontrado diferenças na morfologia dos cristais, em ambas as cerâmicas testadas, antes e depois do tratamento térmico. O teste de porosidade não mostrou diferença estatisticamente significativa entre o valor total de poros encontrados. Ambos os resultados dos testes mecânicos não apresentaram diferenças estatísticas significativas entre os grupos avaliados.

Baseado nos resultados encontrados, não houve diferença entre as duas marcas comerciais testadas, em relação as suas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas.

**Palavras-chave:** Dissilicato de lítio; DRX; MEV; microcissalhamento; resistência de união; resistência flexural; Sistema CAD/CAM.

## ABSTRACT

The aim of the present study was to compare two different brands of lithium disilicate CAD/CAM blocks (IPS e.max CAD and Rosetta SM CAD/CAM), evaluated by structural, morphological and mechanical properties.

Two specimens of each group were analyzed using x-ray diffraction (XRD) to evaluate the structures of the ceramic material. Morphologic properties were analyzed using the Scanning Electron Microscopy (SEM) before and after the heat treatment; and porosity test was performed using a 3D micro-computed tomography analyses (micro-CT). Ten specimens of each group were submitted to three-point flexure strength and microshear bond strength tests, to analyze the mechanical properties of both brands. Mean values of porosity test and three-axial flexural strength were analyzed by t Test, and the microshear bond strength was analyzed by Anova two-way. All tests used a significance level of  $\alpha=0.05$ .

The structure results performed by XDR, presented high peak positions corresponding to the standard lithium metasilicate and lithium disilicate, with similar intensities for both tested groups. The morphologic results demonstrated similar patterns of crystalline structure, before and after the heat treatment and the porosity test showed no difference between the number and size of the pores found. Both mechanical tests results did not present statistically significant differences between the samples.

Based on the results, there was no difference in relation to their structural, morphological and mechanical properties, between the two commercial brands tested.

Key-words: Lithium disilicate; XDR; SEM; microshear bond strength; flexural strength, CAD/CAM system.

## 1. INTRODUÇÃO E REFERENCIAL TEÓRICO

A manutenção dos dentes naturais e a reabilitação de dentes comprometidos tornou-se uma grande preocupação na maioria dos países industrializados. Junto a este contexto, houve grande avanço dos materiais restauradores empregados na odontologia, tanto os de confecção direta quanto indireta (Kreidler *et al.*, 2008). As restaurações indiretas metalocerâmicas apresentam excelente estabilidade com o passar do tempo, com taxas de sobrevida de 94,4% em 5 anos (Piddock & Qualtrough, 1990), sendo uma ótima possibilidade de reabilitação utilizada para fabricar coroas e próteses parciais fixas (PPF) durante décadas. Sua aplicação clínica é muito importante e acontece até os dias de hoje, no entanto, com o desenvolvimento de materiais cerâmicos reforçados, as restaurações totalmente cerâmicas ganharam espaço. Em 2009, um estudo nos Estados Unidos, concluiu que 46% de todas as coroas confeccionadas, já eram totalmente cerâmicas (Holland *et al.*, 2006).

A cerâmica como material restaurador, é de interesse da odontologia há mais de duzentos anos, e este tipo de material vem sendo muito utilizado devido ao aumento da demanda por procedimentos restauradores estéticos, concomitante ao seu grande desenvolvimento. Dentre os materiais restauradores disponíveis, o potencial estético e a biocompatibilidade das cerâmicas odontológicas podem ser considerados únicos. (Pagani *et al.*, 2003). Nesse sentido, as cerâmicas apresentam boas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas, além do elevado potencial para biomimetizar as características dentais, tais como: translucidez, fluorescência, estabilidade química, biocompatibilidade, alta resistência compressiva, coeficiente de expansão térmico linear similar à estrutura dental, condutibilidade térmica semelhante aos tecidos dentais e estabilidade de cor (Kreidler *et al.*, 2008).

A busca se tornou intensa pelo desenvolvimento de cerâmicas que atendam às exigências estéticas tão desejadas sem apresentar limitações significativas em relação a sua durabilidade e resistência mecânica (Conrad *et al.*, 2007). Grande parte das pesquisas sobre materiais odontológicos, desde meados da década de sessenta tem sido dirigida no sentido de produzir

restaurações cerâmicas reforçadas que não necessitem de infraestruturas, o que resultou numa tendência considerável em diminuir a utilização das restaurações metalocerâmicas (Piddock & Qualtrough.,1990).

As cerâmicas feldspáticas eram as únicas aplicadas na odontologia, para confecção das próteses, até a década de 1960, que proporcionaram um excelente avanço estético, no entanto, sua baixa resistência mecânica limitava sua indicação para praticamente a região anterior, com uma resistência à flexão variando de 60 a 70Mpa (Gomes *et al.*, 2008). Sendo assim, era necessário que esta cerâmica fosse utilizada como material de cobertura em um coping metálico, e isto comprometia em alguns casos a mimetização da estrutura dental, principalmente em espaços protéticos reduzidos, perfil gengival fino e por ser dependente da habilidade do técnico em prótese dental (Santos *et al.*, 2015).

No início dos anos 90, foi lançado no mercado uma cerâmica feldspática reforçada com cristais de leucita, chamada de IPS Empress (com resistência a fratura de 97 a 180Mpa (Gomes *et al.*, 2008). Basicamente, este reforço na cerâmica feldspática proveniente dos cristais de leucita, diminuiu a propagação de trincas e microfraturas, melhorando assim o seu desempenho clínico. Esta cerâmica, tem como indicação realizar inlays, onlays, facetas, coroas anteriores e posteriores, sendo contraindicadas para próteses parciais fixas (Conceição EM & Sphor AM., 2005).

Em 1998, a Ivoclar (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) criou uma cerâmica reforçada por cristais de dissilicato de lítio (IPS Empress 2 — Ivoclar), a qual tem permitido a realização de próteses fixas envolvendo até 3 elementos. Este produto gerou uma patente sendo por muitos anos produto exclusivo da empresa (Heintze *et al.*, 1998). Em 2001, surgiu comercialmente o e.max Press (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) como sendo a nova geração das cerâmicas injetáveis, melhorando as suas propriedades mecânicas e ópticas (Kang *et al.*,2013; Lien *et al.*, 2015). O Dissilicato de Lítio é uma das cerâmicas odontológicas mais utilizadas para confecção de coroas totalmente cerâmicas (Zarone *et al.*, 2016). Sua resistência à fratura ( $\pm$  380MPa) (Kang *et al.*, 2013),

boa estética, altos de resistência de união (18,00MPa) (Barato *et al.*, 2015) e a possibilidade de ser fresada por meio da tecnologia CAD/CAM (Kassardjian *et al.*, 2016), como já se fazia com as Feldspáticas e com as reforçadas por Leucita, simplifica sua fabricação, e se mostra um material bastante versátil.

Vários fatores são importantes para sobrevida das restaurações totalmente cerâmicas, como a adaptação marginal, estética satisfatória, biocompatibilidade com os tecidos da cavidade oral e resistência às forças da mastigação (Gracis *et al.*, 2015). Apesar dos avanços, as cerâmicas são materiais friáveis, com baixa tolerância a tensões de tração e cisalhamento, portanto suscetíveis à formação e propagação de trincas, e baixa resistência ao impacto (Raposo *et al.*, 2015). Diante disso, existem no mercado, além da feldspática convencional, outras cerâmicas que possuem um reforço na sua fase cristalina, aumentando a resistência destes materiais. Há uma diversidade de materiais no mercado, para confecção dos diversos tipos de restaurações possíveis, como: A cerâmica Feldspática, cerâmica reforçada com Leucita, reforçada com Dissilicato de Lítio, Alumina e Zircônia (Pagani *et al.*, 2003; DellaBona & Kelly, 2008; Fasbinder *et al.*, 2010) e mais recentemente os silicatos de lítio e as resinas nanocerâmicas. Entre elas, considerando a praticidade de trabalho, a estética obtida, a resistência e a comprovada longevidade, as cerâmicas reforçadas com dissilicato de lítio, é a melhor opção de material quando da necessidade de resistência e estética, trabalhando sem infraestruturas.

A cerâmica reforçada por dissilicato de lítio possui a seguinte composição química:  $\text{Li}_2\text{O}-2\text{SiO}_2$  com diferentes apresentações comerciais, relacionado a cor, translucidez e opacidade. Sua microestrutura consiste em uma matriz vítrea circundada por uma fase cristalina que forma inicialmente um vidro homogêneo; após o tratamento térmico, ocorre uma expansão dos cristais, proporcionando uma melhora nas propriedades físicas e mecânicas da mesma (McLaren & Figueira 2015). O reforço com os cristais de dissilicato de lítio, tem como sua maior vantagem, baixas taxas de fratura, pois aumentam em até

aproximadamente cinco vezes a sua resistência, quando comparada com a cerâmica feldspática tradicional (Ritter *et al.*, 2010).

Hoje, o dissilicato de lítio, consiste em um dos materiais mais importantes para as reabilitações odontológicas, devido a sua excelente estabilidade térmica e física. Além disso, sua cristalização ocorre de uma maneira homogênea, pois ela cristaliza-se com uma facilidade maior, quando comparada com os outros vidros alcalinos, servindo como modelo para estudos mais complexos (Braun, 2008). Dois trabalhos relatam altas taxas de sobrevivência de coroas de dissilicato de lítio em região posterior: 96,3% em 4 anos de acompanhamento (Reich & Schierz, 2013) e 97,8% em 5 anos e 96,7% em 10 anos (Pieger *et al.*, 2014).

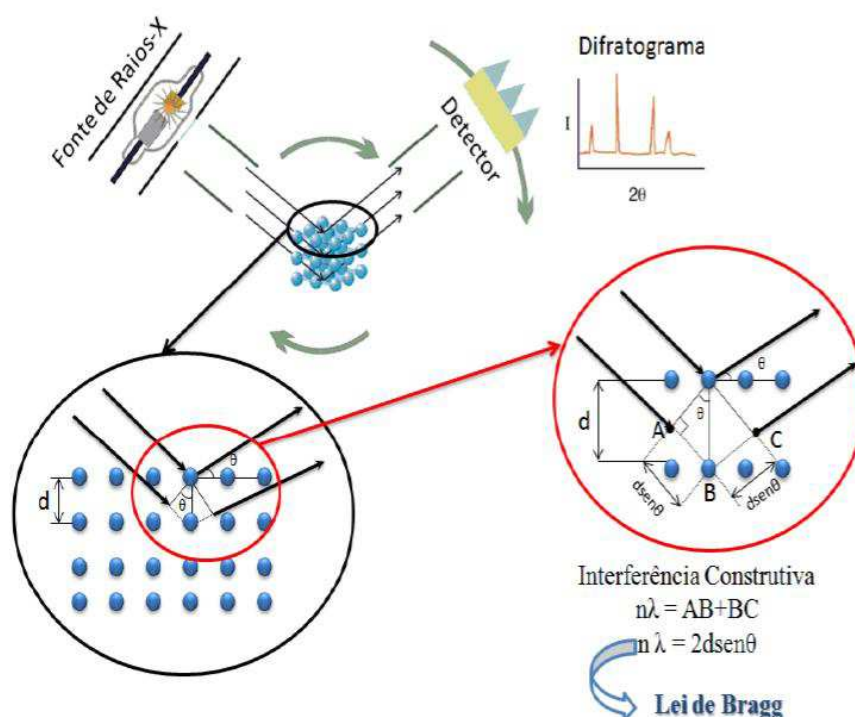
O sistema IPS e.max, tem se apresentado como uma boa alternativa, devido à possibilidade de reproduzir a naturalidade da estrutura dentária. Este sistema cerâmico apresenta quatro materiais altamente estéticos e resistentes para as duas tecnologias atualmente disponíveis: prensado e CAD/CAM. Constitui-se em um sistema versátil que vai das cerâmicas de vidro com base de dissilicato de lítio prensadas ou fresadas, respectivamente e.Max Press e e.Max CAD, até o óxido de zircônia prensado ou fresado, e.Max ZirPress e e.Max ZirCAD.

No entanto, recentemente, a patente que a empresa Ivoclar possuía expirou, agora outras empresas estão autorizadas a fabricar e comercializar o mesmo material. Vários fabricantes estão produzindo cerâmicas dentais de dissilicato de lítio, tais como T-Lítio (Talmax, Curitiba, Paraná, Brasil), Rosetta SM (Rosetta SM, Hass, Gangneung, Coreia), AIDITE (Shenzhen, Hong Kong, Pequim) e IRIS (Mainland, Tianjin, China). Todos os fabricantes propõem que estas novas cerâmicas tenham as mesmas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas do primeiro IPS E.max (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Kang SH *et al.*, 2013). Faz-se necessário assim, uma análise destas propriedades.



## 1.1 Avaliação estrutural – Difração de raios X (DRX)

A avaliação estrutural, consiste na possibilidade de identificar as estruturas presentes nos materiais que caracterizam as suas propriedades. Para avaliar estas estruturas, existem algumas metodologias, como: o DRX (Difração de raios-x), Espectroscopia Raman e a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). A técnica de difração de raios-X é um método analítico preciso e eficiente que busca determinar estruturas cristalinas e amorfas, mais especificamente, o DRX é empregado na visualização direta de imperfeições em planos atômicos, na quantificação em tempo real da dinâmica de fenômenos de transformação de fases, crescimento de cristais, geração de defeitos na estrutura cristalina, processos e mecanismos de precipitação e difusão dentre outros. Por tais características, o DRX é, amplamente aplicado, tanto em pesquisas científicas ou em processos industriais (Tylley RJD., 2006).



**Figura 1:** Representa um processo de difração de raios-x em um material cristalino. O Parâmetro d é a distância entre os planos,  $\lambda$  comprimento da radiação incidente.

O método é caracterizado pela incidência de radiação com comprimento de onda determinado sobre uma amostra, onde os elétrons dos átomos irão absorver os fótons associados à radiação. Após o estágio de excitação, os elétrons tornam a emitir os fótons absorvidos, em outras palavras, os fótons radiados são difratados com mesmo ângulo pelos elétrons dos átomos que estão no plano de incidência da radiação. A intensidade dessa difração irá depender da densidade de elétrons no plano atingido.

O método de difração de raio X é uma ótima técnica para identificação de fases cristalinas, distinção entre estados cristalinos e amorfos, identificação de soluções sólidas e análise de microestrutura (tamanho de partícula, tensões, falha de empilhamento, etc.). É também de grande utilidade na análise qualitativa e quantitativa de fases, isomorfismo, polimorfismo, medidas de parâmetros de rede e expansão térmica, orientação preferencial, acompanhamento de reações de estados sólido, estudos in situ de materiais em condições de temperatura e pressão (C. Kittel., 2005).

Os raios X são suficientemente energéticos para penetrarem nos sólidos. Logo são apropriados para investigar sua estrutura interna. Uma fonte convencional desta radiação consiste de um alvo metálico bombardeado por um feixe de elétrons, resultando numa emissão contínua de raios X. Neste processo, cada elétron que coincide com um átomo alvo é desacelerado e um fóton de energia na região X é produzido. Outra maneira de gerar esta radiação é excitando os átomos do alvo. Este processo fornece linhas acentuadas no espectro (C. Kittel., 2005).

O processo de difração de raios X é o espalhamento elástico dos fótons desta radiação pelos átomos do material analisado que estão dispostos na rede cristalina. Quando o feixe de raios X atinge a superfície de um sólido cristalino em um determinado ângulo, uma porção da radiação é espalhada pela camada de átomos superficiais. A porção não espalhada do feixe penetra na segunda camada dos átomos, onde uma outra fração é espalhada e o restante passa para a terceira camada (Larson & Von Dreele., 2004).

## **1.2 Avaliação Morfológica**

### **1.2.1 Avaliação Morfológica – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Uma avaliação morfológica se caracteriza por uma verificação da forma das estruturas presentes no interior ou na superfície de um determinado material. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um método bastante útil para análise qualitativa de diversos tipos de materiais, pois o resultado da análise é uma imagem onde se pode observar mais detalhadamente a morfologia do material. A magnitude ou ampliação da imagem de um microscópio eletrônico de varredura pode chegar a 1.000.000 de vezes dependendo da riqueza de detalhes que se deseja obter.

O MEV se baseia na emissão de elétrons a partir de um filamento, geralmente constituído de tungstênio, onde os elétrons dispersos são encaminhados por uma tubulação constituída de uma série de lentes condensadoras e uma bobina de deflexão dupla, que fazem com que os elétrons sejam orientados de tal forma que seja possível emití-los em uma área específica do material a ser analisado.

As imagens são formadas à medida que os elétrons de maior intensidade vão alcançando o detector. Os elétrons primários ao chegarem à superfície da amostra vão sofrendo modificações e, conseqüentemente, sofrem perda de energia. Os elétrons secundários possuem energia suficiente para fornecerem imagens da topografia da superfície, bem como imagens em alta resolução. Os elétrons retro espalhados favorecem a formação de imagens onde é visível a variação da composição da amostra.

### **1.2.2 Avaliação Morfológica – Teste de avaliação de porosidade**

O efeito da porosidade nas propriedades dos materiais cerâmicos tem sido estudado a longa data (pelo menos desde a década de 1950), pois a principal rota de processamento destes materiais é a tecnologia do pó, que geralmente resulta em uma fração de poros residual involuntária, em decorrência da limitação do processo de densificação na sinterização ou da otimização

tecnológica de custo/benefício, ou proposital, quando se deseja obter materiais porosos para aplicação como suportes catalíticos ou filtros. Apesar dos diversos estudos, há muito ainda a se compreender sobre o efeito da porosidade nas propriedades físicas das cerâmicas e de outros materiais (Rice., 1997).

A possibilidade de se controlar os poros para otimizar as propriedades mecânicas do material, é que impulsiona os estudos para compreensão da sua relação. Dentre as propriedades mecânicas, o efeito da porosidade tem sido estudado principalmente no módulo de elasticidade e na resistência à flexão: modelos baseados em geometrias ou na área de secção transversal que suporta o carregamento, que envolvem a concentração de tensão ao redor dos poros em modelos micromecanismos (Rice., 1997).

Há estudos experimentais (Nanjangud *et al.*, 1995), mostrando o efeito da porosidade nos módulos de elasticidade e na resistência à flexão, entretanto há poucos trabalhos relativos à tenacidade à fratura e, principalmente, a dureza. Nestes casos, porém, a comparação entre os resultados de diferentes fontes fica limitada às diferenças de natureza, pureza e processamento da cerâmica.

### **1.3.1 Avaliação Mecânica – Teste flexural de três pontos**

As propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas, são extremamente importantes para sua longevidade clínica. A busca por aumentar a resistência flexural destes materiais, levou ao aprimoramento dos cristais da fase cristalina, proporcionando melhorias significativas nas propriedades mecânicas por meio do aumento do módulo de elasticidade e consequente limitação na propagação de trincas (de França *et al.*, 2016; Belli *et al.*, 2016). As cerâmicas vitreas com reforço de cristais de leucita (120Mpa) trouxeram um ganho na resistência flexural na ordem de 35-55% em relação às porcelanas Feldspáticas. Já as cerâmicas reforçadas por cristais de dissilicato de lítio (400 MPa) são cerca de 4 vezes mais resistentes do que as Feldspáticas, se tornando assim um importante material de escolha para as diversas reabilitações odontológicas.

Contudo, a resistência dos materiais cerâmicos é limitada pela presença e distribuição dos defeitos estruturais ou das falhas em quantidades e tamanhos críticos (Gonzaga *et al.*, 2016). O fenômeno da corrosão sob tensão (slow crack growth) provoca a degradação das propriedades mecânicas das cerâmicas, tornando a falha dependente do tempo (Albakry *et al.*, 2003), diminuindo a sobrevida. Entretanto, em cerâmicas que não apresentam o fenômeno da transformação de fase para sua tenacificação, a deflexão da trinca é considerada o principal mecanismo envolvido para o aumento da resistência à propagação da trinca, por meio da formação de anteparos (fase cristalina) na ponta da mesma, diminuindo o fator de intensidade de tensão, resultando em um aumento na tenacidade e do limite de fadiga da cerâmica (Lin *et al.*, 2012). Assim, tensões abaixo do limite de fadiga não são suficientes para a propagação da trinca. O ambiente oral influencia sobremaneira este processo de corrosão, pois apresenta tensões provenientes da mastigação, saliva, variações de temperatura e de pH, além da associação de diferentes coeficientes de expansão térmica entre materiais diferentes (Wenger *et al.*, 2002)

Portanto, a trinca pode propagar através de uma carga, aumentando o defeito até atingir um tamanho crítico, culminando na falha (Aurélio *et al.*, 2017). As propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos devem ser aprimoradas para que se possa aproximar as taxas de sucesso das coroas metalocerâmicas (Van den Breemer *et al.*, 2017). Metodologias têm sido utilizadas para aumentar a resistência das restaurações totalmente cerâmicas, como a incorporação de um substrato metálico com um coeficiente de expansão térmico maior do que a porcelana de cobertura, criando uma força residual compressiva nesta cerâmica, o glazeamento com a intenção de formar uma película vítrea minimizando a influência das trincas, assim como a utilização de uma fina camada de glaze com um coeficiente de expansão térmico menor do que a porcelana subjacente para criar nesta uma força residual compressiva (Sedda *et al.*, 2014).

### **1.3.2 Avaliação Mecânica - Microcisalhamento**

A eficácia da cimentação pode influenciar o sucesso clínico a longo prazo das restaurações cerâmicas, portanto

é muito importante escolher um protocolo de cimentação confiável e eficaz (Lise *et al.*, 2015). A função primária da cimentação é estabelecer uma retenção confiável, um selamento durável do espaço entre o dente e a restauração, proporcionando estética adequada (Gerth *et al.*, 2013).

A resistência aumentada do dissilicato de lítio permite técnicas de cimentação adesiva ou convencional (Fasbinder *et al.*, 2010). Entretanto, Lise *et al.* (2015) afirmam que os vitrocerâmicos, mesmo aqueles com alta resistência à flexão, são propensos à fratura sob cargas da mastigação, o que justifica o uso de cimentação adesiva. Segundo Tian *et al.* (2014) a cimentação por meio de cimento resinoso proporciona uma ligação mais forte e mais durável entre a cerâmica e a estrutura dental. Atualmente, há uma grande busca por procedimentos restauradores estéticos, como por exemplo os laminados cerâmicos, que apresentam pouca ou nenhuma retenção mecânica. Este tipo de restauração conta quase que exclusivamente com a fixação adesiva, portanto, a decisão de escolha do tipo de cimentação, convencional ou adesiva, deve ser criteriosamente analisada de acordo com a exigência clínica.

Alguns estudos mostraram que restaurações do tipo coroa total e PPF de três elementos podem ser cimentadas tanto com cimentação adesiva quanto cimentação não adesiva, já no caso de inlays, onlays, laminados e em preparos curtos e sem retenção para coroas totais, a cimentação adesiva é indicada (Wolfart *et al.*, 2009; Vargas *et al.*, 2011). Gerth *et al.* (2013) publicaram um estudo com acompanhamento clínico de coroas unitárias (anteriores ou posteriores) de dissilicato de lítio durante 9 anos e concluiu que não há diferença estatística significativa entre cimentação adesiva ou convencional na incidência de complicações protéticas, reforçando que a cimentação convencional só poderia ser utilizada em casos de preparos com altura cérvico-oclusal maior que 4mm e em preparos que apresentassem ângulo de convergência menores que 10°.

Para Lise *et al.* (2015), a cimentação adesiva tem sido mais indicada, devido a alguns fatores, como por exemplo, baixa solubilidade na cavidade bucal, baixas taxas de infiltração na interface dente/restauração, boas

propriedades óticas, baixa incidência de manchamento marginal e baixas taxas de recorrência de cáries. Tian *et al.* (2014) afirma que cimentos resinosos não só proporcionam ligação mais forte e mais durável entre a cerâmica e a estrutura dental, mas também podem atingir melhores resultados estéticos e aumentar a resistência da cerâmica.

Para Pagani *et al.* (2003) o uso de uma camada relativamente fina de cimento resinoso ligado à cerâmica dissilicato de lítio em superfícies tratadas com ácido fluorídrico e silanização poderia aumentar significativamente a resistência à flexão biaxial em comparação com uma cerâmica sem a utilização do cimento resinoso.

No caso de cimentação adesiva, a adesão entre o dissilicato de lítio e o cimento resinoso é fornecida por dois mecanismos principais: fixação micromecânica e ligação química. A fixação micromecânica é criada por meio de ataque ácido, enquanto que o agente de união silano proporciona a ligação química. Cada cerâmica de vidro difere na composição química e microestrutura, por isso pode ser necessário estabelecer procedimentos de ligação de acordo com cada tipo de vitrocerâmica (Tian *et al.*, 2014).

Quando se trata de cimentação adesiva, os cimentos autoadesivos representam a categoria inovadora e simplificada de cimentos resinosos, que rapidamente ganhou popularidade, devido principalmente a sua facilidade de utilização. No protocolo de utilização do cimento autoadesivo, não é recomendado que se faça pré-tratamento do substrato dental com ácido condicionante e adesivo, já na utilização de cimento resinoso convencional o pré-tratamento do substrato dental é indispensável.

Apesar do grande número de passos clínicos da cimentação adesiva usando aplicação do sistema adesivo no substrato dental previamente à cimentação, conseqüentemente, maior probabilidade de erros do operador, este tipo de cimentação ainda é considerado o "padrão ouro" para a cimentação adesiva (Lise *et al.*, 2015; Radovic *et al.*, 2015).

Para proporcionar essa fixação micromecânica e ligação química, previamente ao procedimento de cimentação do dissilicato de lítio, faz-se necessário um protocolo de tratamento específico da superfície interna da cerâmica, indicado pelo fabricante.

## **2 PROPOSIÇÃO**

O objetivo deste presente estudo foi comparar duas marcas comerciais diferentes de Dissilicato de Lítio para o sistema CAD / CAM (IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD / CAM), avaliando suas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas.

Objetivos específicos:

a) Avaliar as suas propriedades estruturais por meio da identificação de suas estruturas cristalinas é a determinação da porcentagem de cristalinidade utilizando o DRX.

b). Avaliar as suas propriedades morfológicas, por meio da análise das imagens obtidas da superfície das cerâmicas testadas, utilizando o MEV.

c). Avaliar as suas propriedades morfológicas, por meio da análise do total de poros presentes nas cerâmicas testadas, utilizando o micro CT.

d). Avaliar as suas propriedades mecânicas, por meio dos dados obtidos de resistência flexural, utilizando o teste flexural de três pontos.

e). Avaliar as suas propriedades mecânicas, por meio dos dados obtidos de resistência de união, utilizando o microcisolamento.

Este trabalho possui três hipóteses nulas: Que não há diferenças entre as propriedades estruturais, que não há diferenças nas propriedades morfológicas e que não há diferenças nas propriedades mecânicas.



### **3 MATERIAL E MÉTODOS**

#### **3.1 Delineamento experimental**

*Unidade experimental:* Cerâmica reforçada por Dissilicato de Lítio (IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD/CAM)

*Fatores em estudo:* O tempo de análise e a marca comercial da cerâmica de dissilicato de lítio: (IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD/CAM).

*Variável resposta:* Estrutura cristalina (DRX), topografia das cerâmicas (MEV), porosidade total (micro CT), resistência de união (MPa) e resistência flexural (MPa).

*Métodos de análise:* Para avaliação estrutural foi realizado o DRX. As análises morfológicas foram realizadas por meio do MEV (topografia das cerâmicas) e do Micro CT (teste de avaliação total dos poros). Para os testes mecânicos a resistência de união foi obtida por meio do ensaio mecânico de microcisalhamento, e a resistência flexural foi obtida por meio do ensaio mecânico de flexão de três pontos.

#### **3.2 Avaliação estrutural – Difração de raio X**

Para realizar a análise das estruturas cristalinas das duas marcas comerciais de cerâmicas reforçadas por Dissilicato de Lítio, foi utilizado a difração de raios-x (DRX). Que consiste na utilização de um difratômetro de raios-x da marca Shimadzu modelo XRD-7000, utilizando a emissão de Cu-K1 ( $\lambda=1.54056\text{\AA}$ ) gerando uma corrente de 15mA e um potencial de 30kV e comprimento de onda igual a  $1,5406\text{\AA}$ , com um intervalo de varredura  $2\theta$  (20-80) em varredura contínua e o passo de 0,02s. A partir dos dados de DRX foi

feito o refinamento a partir do método de Rietveld utilizando o software MAUD versão 2.064 (Material Analysis Using Diffraction), a fim da identificação e quantificação dos materiais cristalinos.

Para realizar esta análise estrutural, foi selecionado duas amostras de cada grupo, uma pré-cristalizada e outra cristalizada. Para realizar a cristalização das amostras foi utilizado o forno Programat P300 (Ivoclar Vivadent) com a programação P91, que atinge a temperatura máxima de 820°C, depois estabiliza durante um período de 7 minutos. Após aguardar este tempo, o forno é desligado e inicia-se o resfriamento lento da peça, para evitar que aconteça um choque térmico.

Usualmente, para realizar este teste é necessário transformar a amostra em um pó, mas existe a possibilidade de executar esta metodologia preparando a amostra com dimensões de aproximadamente 1cm<sup>3</sup> (por meio de uma cortadeira de precisão), devido ao fato da cerâmica reforçada com cristais de dissilicato de lítio ser resistente, mesmo na sua forma pré-cristalizada, facilitando assim a obtenção dos resultados, sem interferir na qualidade dos difractogramas produzidos. Após obter as amostras, as mesmas são colocadas em um dispositivo de metal, que deve ser completado com partículas de alumínio, para iniciar o teste, que tem uma durabilidade média de 1 hora e 40 minutos, para cada amostra. As análises de DRX foram realizadas no Laboratório de Física, INFIS (Instituto de Física da Universidade Federal de Uberlândia). Os gráficos obtidos (difractogramas), dois para cada grupo, foram qualitativamente interpretados.

### **3.3 Avaliação morfológica**

#### **3.3.1 Avaliação morfológica – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada com o objetivo de analisar e obter imagens da superfície das amostras, verificando a presença de microtrincas e rugosidades. As imagens são obtidas pela reflexão de um feixe de elétrons incididos sobre a amostra, previamente recoberta com uma fina camada de um metal condutor que seja pouco susceptível à oxidação. Para este

trabalho foi utilizado o microscópio eletrônico VEGA 3 (TESCAN), com tensão de aceleração de 5 kV e ampliações em 5.000X. Para isto, foram selecionadas duas amostras de cada grupo, uma pré-cristalizada e outra cristalizada, obtendo assim, duas imagens por grupo.

Antes de realizar as análises no MEV (Figura 2)., é necessário que as amostras passem por um processo de metalização para transforma-las em bons condutores elétricos permitindo com que as imagens possam ser geradas. Mas neste trabalho utilizou-se uma outra forma para obter as imagens, pois a metalização tem a desvantagem de deixar a amostra inviável para ser utilizada em outras metodologias. Sendo assim, optou-se por utilizar uma fita de cobre, que melhora a condução elétrica. Após realizar a análise das amostras, a fita de cobre pode ser removida, sem danos as mesmas



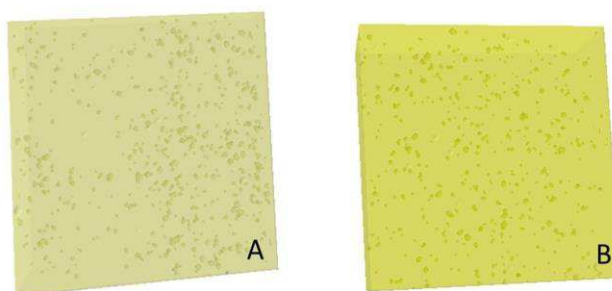
**Figura 2.** Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) do Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia.

### **3.3.2 Avaliação morfológica – Teste de avaliação de porosidade**

A utilização de um Micro CT para se obter os valores de porosidade de um material, consiste em um processo tomográfico no qual é necessário que o corpo de prova gire em passos de ângulos iguais até completar uma volta de 360°. Após a captura destas imagens, as mesmas são reconstruídas para que seja possível contabilizar os valores totais dos poros presentes nas amostras (Kaizer MR *et al.*, 2016). Para realizar o teste de porosidade e a reconstrução

em 3D, foi utilizado um micro-CT (Skyscan 1272, Bruker, Kontich, Bélgica) de acordo com os seguintes parâmetros: filtro Al 0,5 & Cu 0,038; Tensão de fonte 90 kV; Corrente de fonte 111A; Tamanho do pixel da imagem 10m; 81 fatias; Balanço de cinza inferior de 60; balanço de cinza superior de 190 (Kaizer MR *et al.*, 2016).

Para este estudo foi utilizado três espécimes de cada grupo com aproximadamente 4mm<sup>3</sup>. A porcentagem total dos poros foi encontrada por meio da reconstrução em 3D. Os espaços vazios dos poros, contrastavam com a massa densa das cerâmicas (figura 3). As imagens dos blocos são obtidas virtualmente, sem destruição das mesmas, sendo uma grande vantagem desta metodologia. Os valores encontrados (porcentagem total dos poros) foram obtidos para cada uma das três amostras de cada grupo, e os valores analisados estatisticamente através do teste t, conforme será visto à frente.



**Figura 3.** Reconstrução em 3D realizado pelo Micro CT: A - IPS e.max CAD,  
B – Rosetta SM CAD/CAM.

### **3.4 Avaliação Mecânica**

#### **3.4.1 Avaliação Mecânica — Teste flexural de três pontos**

##### ***Preparo das amostras para o ensaio flexural de três pontos***

As barras cerâmicas para o ensaio flexural de três pontos foram obtidas por meio de cortes seriados dos blocos cerâmicos pré-cristalizados, das

duas marcas comerciais: IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD/CAM. Seguindo as recomendações da ISO 6872.

#### **a) Corte perpendicular – comprimento**

O primeiro corte realizado nos blocos cerâmicos foi perpendicular ao longo eixo dos mesmos, com o intuito de remover a haste metálica e determinar o comprimento dos corpos-de-prova. Para isso, a haste do bloco cerâmico foi fixada por meio de parafusos num dispositivo metálico da máquina de cortes seriados ISOMET 1000R (BUEHLER Ltda. Lake Bluff, IL, EUA) - figura 4A. O corte para remoção da haste metálica e determinação do comprimento foi realizado por um disco diamantado de 0,5 mm de espessura (BUEHLER serie 15HC nº 11,4246) a uma velocidade de 200 rotações por minuto sob abundante refrigeração com água (figura 4B).

#### **b) Corte longitudinal – largura**

Depois da remoção da haste metálica e determinação do comprimento dos corpos de prova, cada bloco cerâmico foi fixado com godiva de baixa fusão (ExataR, DFL Industria e comercio Ltda., Rio de Janeiro, Brasil) em uma base de acetato confeccionada especificamente para fixar o bloco na máquina de cortes seriados e prosseguir com os cortes longitudinais, realizados distantes 4 mm um do outro, determinando assim a largura dos espécimes (figura 4C).

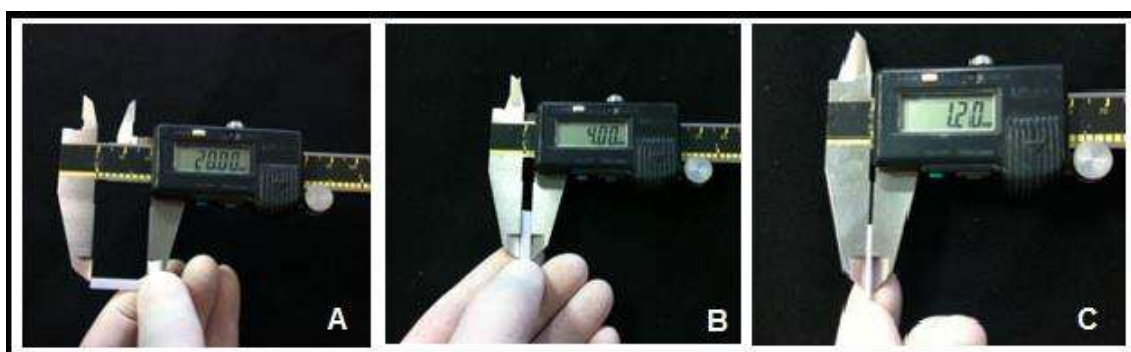
#### **c) Corte longitudinal – espessura**

As lâminas obtidas pela técnica de determinação da largura dos espécimes foram novamente fixadas em placa de acetato com auxílio de godiva de baixa fusão e foram cortadas longitudinalmente com intervalos de 1,2 mm de distância, determinando assim a espessura final dos corpos de prova (figura 4D).



**Figura 4.** A- máquina de cortes seriados Isomet 1000; B- corte perpendicular para remover a haste metálica; C- corte para determinação da largura das barras; D- corte para determinação da espessura das barras.

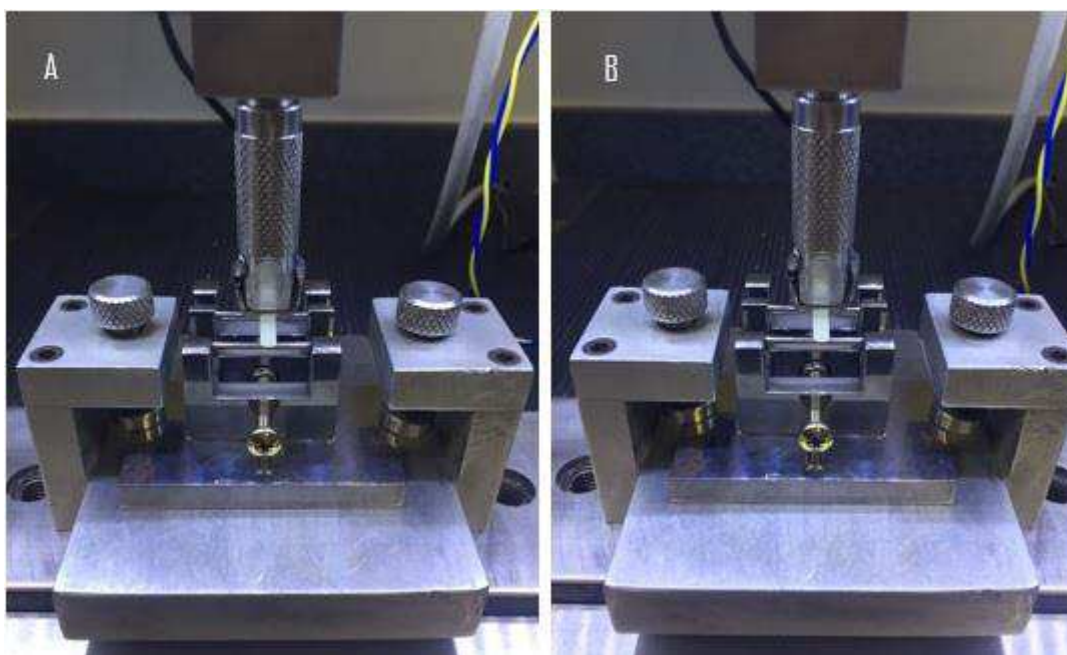
Um paquímetro universal com leitura eletrônica DIGIMATIC CALIPERR (Mitutoyo, Absolute, no serie BB071467) foi utilizado para conferir as dimensões das barras (figura 5 A,B e C): aproximadamente 20 mm de comprimento, 4 mm de largura e 1,2 mm de espessura (Saavedra, 2008). Após a padronização das dimensões, dez barras foram obtidas para cada grupo: IPS e.max CAD (n=10) e a Rosseta SM CAD/CAM (n=10). Cada grupo foi cristalizado no forno Programat P300, Ivoclar, no programa P91. Após a cristalização, foi feita a limpeza das barras em uma cuba ultrassônica por 10 minutos.



**Figura 5.** A- Mensuração do comprimento das barras; B- mensuração da largura das barras; C- mensuração da espessura das barras.

### ***Mensuração da resistência flexural***

As barras de dissilicato de lítio cristalizadas, dos dois grupos, foram posicionadas na máquina de ensaios mecânicos universais (EMIC 2000 DL, São José dos Pinhais, SP, Brasil) sobre dois cilindros com aproximadamente 2 mm de diâmetro e distante 16 mm entre si. O ensaio mecânico de resistência a flexão de três pontos consiste na aplicação de carga compressiva de 50kgf incidida sobre a barra cerâmica por meio de um pistão de aproximadamente 2mm de diâmetro, posicionado na metade da distância entre os apoios, com velocidade de 0,5mm/minuto até a ruptura da amostra (figura 6 A e B).



**Figura 6.** Máquina de ensaios mecânicos Emic, São José dos Pinhais, SP; A- IPS Emax CAD, sendo submetido ao teste flexural de três pontos. B – Rosetta SM CAD/CAM, sendo submetida ao teste flexural de três pontos.

Para calcular a resistência flexural (MPa) foi utilizada a seguinte fórmula:

$$\frac{3PL}{2WT^2}$$

Onde: P é a força registrada no momento da fratura; L, a distância entre os suportes; W, largura do espécime e T, espessura do espécime (YEN et al., 1993).

Dez valores em Mpa, foram obtidos após o referido ensaio para cada grupo. Estes valores foram submetidos ao teste t, conforme será visto à frente.

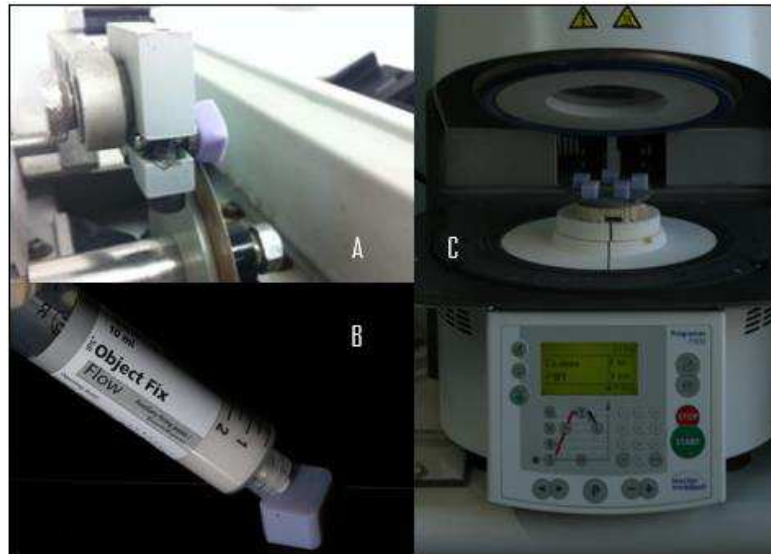
### **3.4.2 Avaliação Mecânica – Microcisolamento**

#### **3.4.2.1 – Ensaio de microcisolamento propriamente dito**

##### **Preparo das amostras para o ensaio de resistência ao microcisolamento**

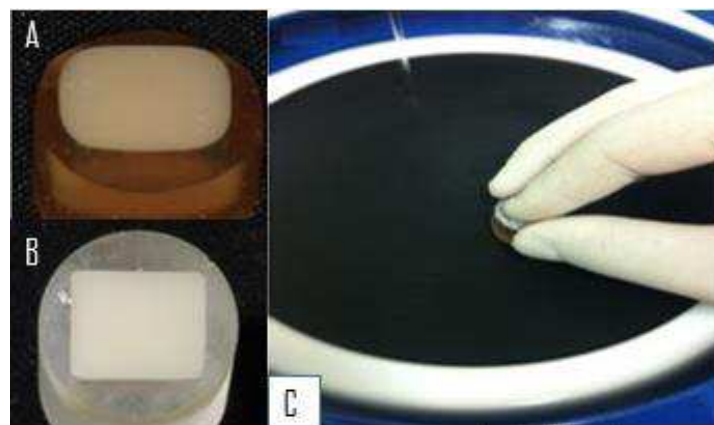
Foram selecionados vinte blocos de Dissilicato de Lítio, sendo dez IPS e.max CAD e dez Rosetta SM CAD/CAM, para o teste de microcisolamento. Os pinos metálicos dos blocos pré-cristalizados foram removidos (figura 2A) previamente à cristalização. Depois, foram posicionados sobre a base de queima por meio de uma gota de fixador refratário (Object Fix, Ivoclar Vivadent) - figura 2B), de forma que cada bloco não ficasse diretamente em contato com a base de queima e distantes pelo menos 5 mm entre si, para que o calor fosse uniformemente distribuído em todo o espaço do forno. Os 20 blocos foram cristalizados em forno Programat P300, Ivoclar Vivadent (figura 7C), utilizando a programação automática de número 91, disponível em seu painel digital.





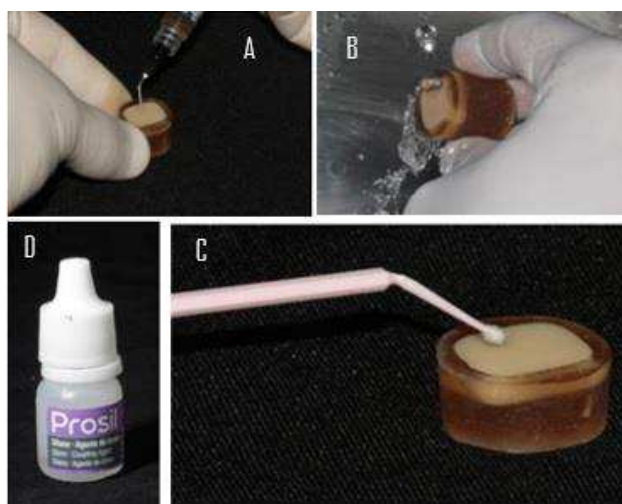
**Figura 7.** A- Remoção haste metálica do bloco cerâmico; B- colocação do fixador refratário; C- forno Programat P300, Ivoclar;

Posteriormente à cristalização final, os blocos foram incluídos em cilindros de PVC com resina de poliestireno (Aerojet, Santo Amaro, SP, Brasil) (figura 8A e B). Após a inclusão, as superfícies das cerâmicas foram abrasionadas com lixas de carbeto de silício (# 600, 800, 1200, Norton, Campinas, SP, Brasil) com granulações seriadas, durante 20s (figura 8).



**Figura 8.** A- bloco IPS e.max CAD, incluído em resina de poliestireno B - Rosetta SM CAD, incluído em resina de poliestireno; C- bloco sendo lixado com lixas de carbeto de silício

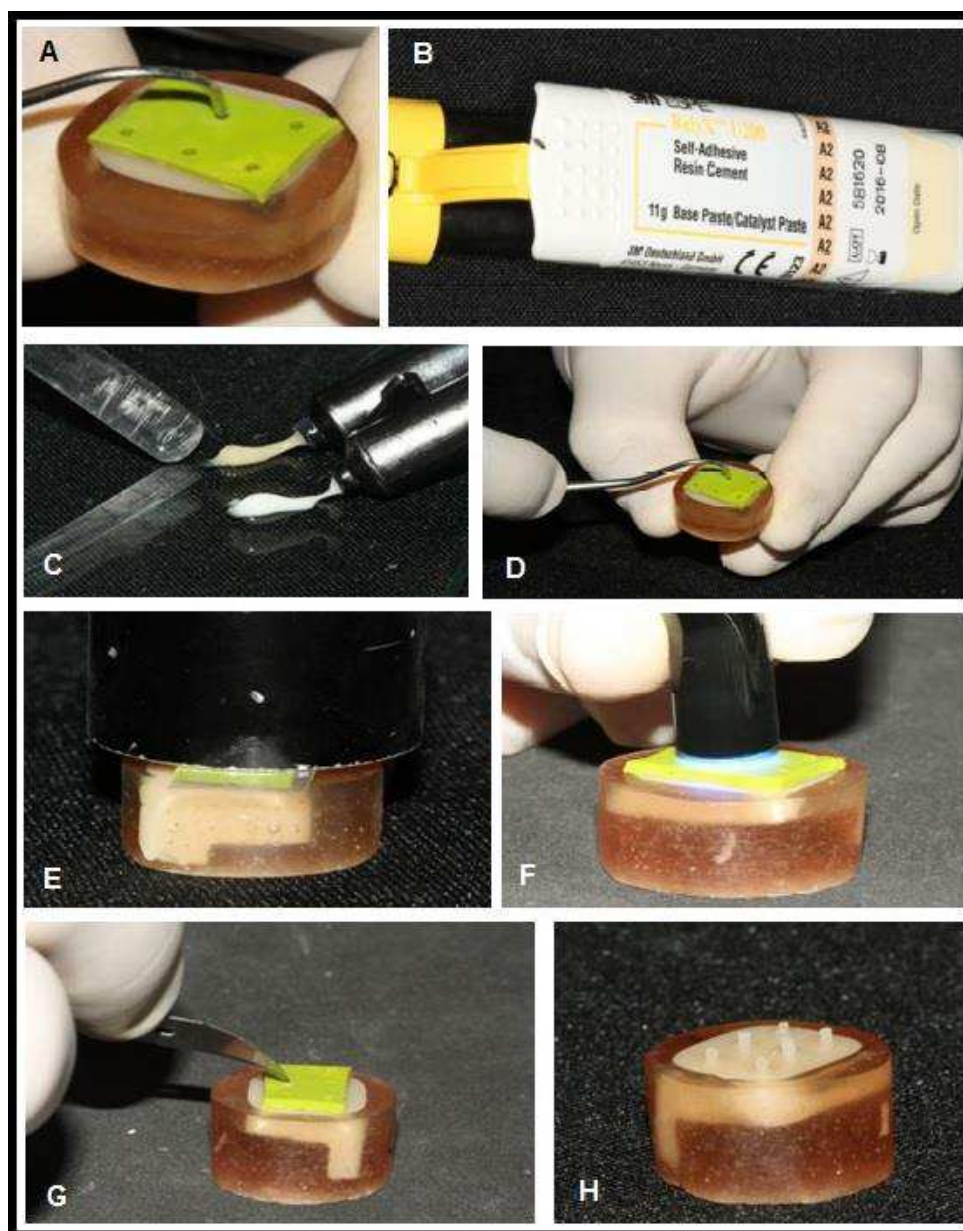
Em seguida, as superfícies dos blocos cerâmicos foram tratadas com ácido fluorídrico a 10% (Condac Porcelana, FGM, Blumenau, Santa Catarina, Brasil) por 20s (figura 9A). Para remoção do ácido, foi realizada lavagem abundante com spray de água filtrada durante 1 min e posterior secagem com jato de ar livre de óleo (figura 9B). Logo após a secagem, foi realizada aplicação do silano pré-hidrolisado (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, USA) (figura 9D) sobre a superfície da cerâmica por 60 s (figura 9C).



**Figura 9.** A- Condicionamento com ácido fluorídrico a 10% durante 20s; B- Lavagem com spray de água filtrada durante 1min; C - aplicação do silano por 60s. D - agente de união silano;

Os cilindros de cimento resinoso para o teste de microcisalhamento foram realizados por meio de um molde de silicone de adição previamente confeccionado, que apresentava 6 orifícios com diâmetro interno de 1,0mm e altura de 1,0mm, cada (figura 10 A). O molde de silicone foi posicionado sobre a superfície da cerâmica e seus orifícios foram preenchidos com cimento resinoso dual autoadesivo (RelyX U200, 3M ESPE, St. Paul) - figura 10B e C, por meio do auxílio de sonda exploradora (figura 10 D). Seis cilindros foram confeccionados sobre a superfície de cada bloco cerâmico com espaçamento de 3mm entre eles (Raposo *et al.*, 2012); uma tira de poliéster foi posicionada sobre a matriz de silicone, e sobre ela foi apoiado um objeto metálico para exercer uma leve pressão durante 2,5 minutos (figura 10 E); em seguida, os cilindros de cimento foram polimerizados por 40s com aparelho de LED ( Rádii Cal, SDI, Australia)

com intensidade de luz de 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Após a polimerização completa dos cilindros de cimento resinoso, o molde de silicone foi removido por meio de um bisturi de forma cuidadosa, obtendo assim 6 cilindros com aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> cada, aderidos à superfície da cerâmica (figura 10 G e H).



**Figura 10.** A- molde de silicone para confecção dos cilindros de cimento resinoso; B- cimento resinoso dual autoadesivo RelyXU200; C- espátulação do cimento; D- inserção do cimento no molde; E- posicionamento da tira de poliéster

e peso para aguardar a presa química; F- fotoativação do cimento resinoso por 20s; G- remoção do molde de silicone; H- amostra pronta para o ensaio de microcisalhamento.

Dois cilindros foram selecionados para o teste imediato (24 horas), e outros dois foram testados após 30 dias de armazenamento em água destilada a 37°C e umidade relativa em uma estufa de envelhecimento artificial

### ***Mensuração da resistência de união ao microcisalhamento( $\mu$ SBS)***

Para o ensaio de microcisalhamento, as amostras foram posicionadas e fixadas em um dispositivo metálico do equipamento de ensaios mecânicos utilizado (OM100, Odeme dental Research, pinhais, PR, Brasil) - figura 11 A e B. Para a execução mais fidedigna do ensaio, as amostras foram posicionadas de modo que os cilindros de cimento resinoso ficassem alinhados à direção de aplicação da força (Raposo *et al.*, 2012) (figura 11 C). Um fio ortodôntico de 0,2 milímetros de diâmetro (NiCr, Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) foi selecionado para aplicar a carga sobre os cilindros. O equipamento foi ajustado sob carregamento horizontal à velocidade de 07mm/min (Armstrong *et al.*, 2010) - Figura 11.



**Figura 10.** A- Máquina de ensaios mecânicos utilizada para o teste de microcisalhamento; B- cerâmica posicionada na máquina de ensaios; C- fio ortodôntico em posição alinhada à direção da força de aplicação de carga.



A resistência de união de cada amostra (MPa) foi calculada usando a seguinte fórmula:

$$R=F/A$$

Onde: F é a força necessária para ruptura (N), e A é a área adesiva dos espécimes (mm<sup>2</sup>).

No teste imediato (24hs - T0) dois cilindros foram testados e uma média dos valores foi obtida. As amostras cerâmicas de cada grupo foram submetidas ao envelhecimento, armazenadas em água destilada a uma temperatura de 37°C e umidade relativa, durante 30 dias. Após este período foram realizados novos testes, com outros dois cilindros (30 dias – T1) - figura 12.

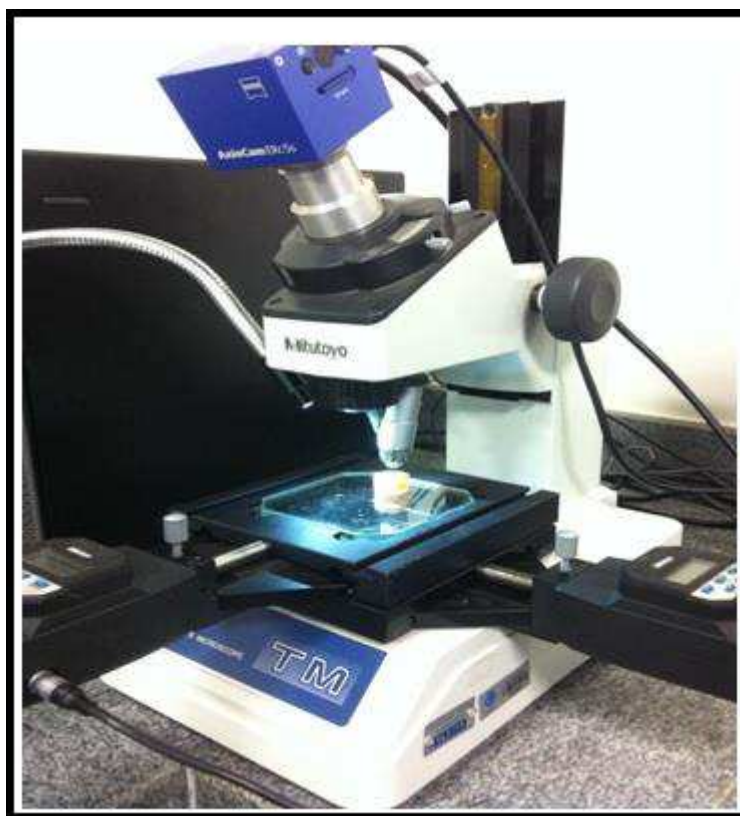


**Figura 12.** Estufa de envelhecimento artificial, 37°C e umidade relativa.

Conforme já explicado, foram obtidos dez valores em Mpa para cada grupo em T0 e dez em T1. Estes valores foram submetidos ao teste Anova two way, seguido por Tukey, para análise em relação ao tempo e as marcas comerciais.

#### **3.4.2.1 – Análise do padrão de falha**

Após realizados os ensaios mecânicos de microcisalhamento, as amostras foram levadas ao microscópio óptico (Mitutoyo, Tóquio, Japão) para análise do padrão de falha, que foram divididos em três tipos: 1) falha adesiva; 2) falha mista 3) falha coesiva (figura 13).



**Figura 13.** Microscópio óptico Mitutoyo(USA) utilizado para análise do padrão de falha.

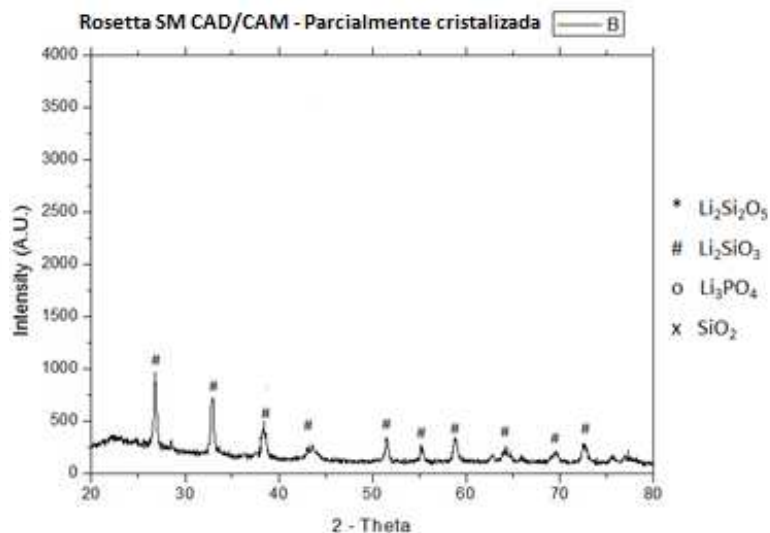
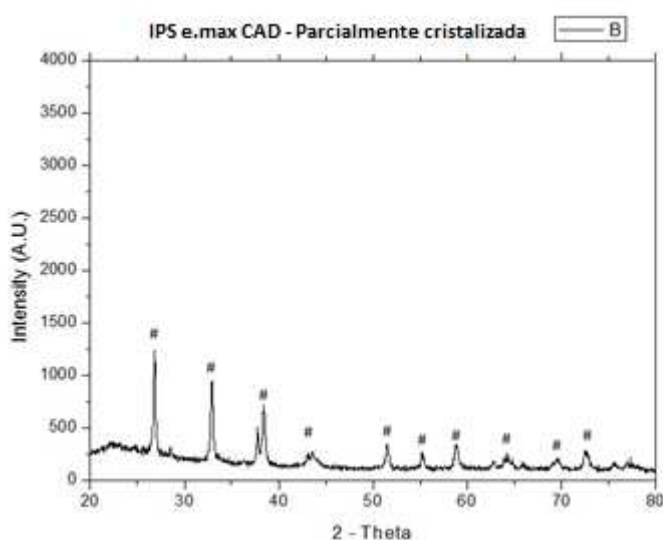
#### 4 - Análise estatística dos dados

Os dados foram tabulados e analisados pelo programa SigmaPlot 12.0 (Systat Software, San Jose, Califórnia, EUA). Tanto os dados do teste de avaliação de porosidade e o teste de resistência flexural de três pontos foram submetidos ao teste *t-Student* ( $p < 0,05$ ) para comparação entre os grupos. E os dados de resistência de união obtidos no ensaio de microcisalhamento foram avaliados por meio do teste Anova two way, seguido por Tukey ( $p < 0,05$ ).

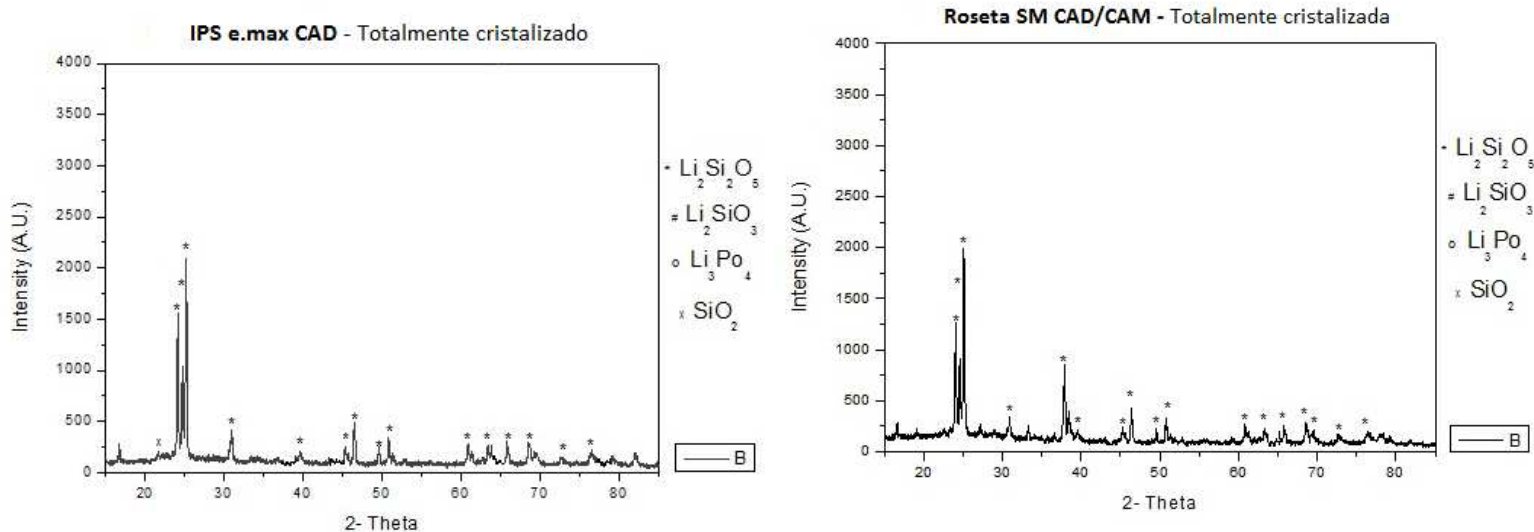
### 4 RESULTADOS

#### 4.1 Avaliação estrutural – Identificação das estruturas cristalinas

Após realizar a análise das estruturas cristalinas por meio do DRX dos dois blocos cerâmicos testados (um para cada marca comercial), pode-se perceber que não houve diferença estrutural entre eles. Nos difractogramas de ambas as cerâmicas, os picos principais (23.9, 24.6 e 30.1) correspondiam ao dissilicato de lítio (ICCD 040-0376). Os dois materiais apresentaram as mesmas estruturas cristalinas com intensidades semelhantes. Os difractogramas descritos, de onde foram extraídos os resultados, são mostrados abaixo, nos gráficos 1,2,3 e 4.



**Gráficos 1 e 2** - Difractograma do IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD/CAM - cristalizadas



**Gráficos 3 e 4** - Difractograma do IPS e.max CAD e Rosetta SM CAD/CAM – pré-cristalizadas

## 4.2 Avaliação morfológica

### 4.2.1 Avaliação morfológica - Análise topográfica (MEV)

Após realizar as imagens por meio da microscopia eletrônica de varredura dos quatros blocos cerâmicos testados (dois para cada marca comercial), pôde-se perceber que não houve diferenças morfológicas ao analisar as imagens das cerâmicas pré cristalizadas e após cristalização. As análises foram realizadas nas imagens observadas na figura 14 e 15 em um aumento de 5.000X, mostrada a seguir.

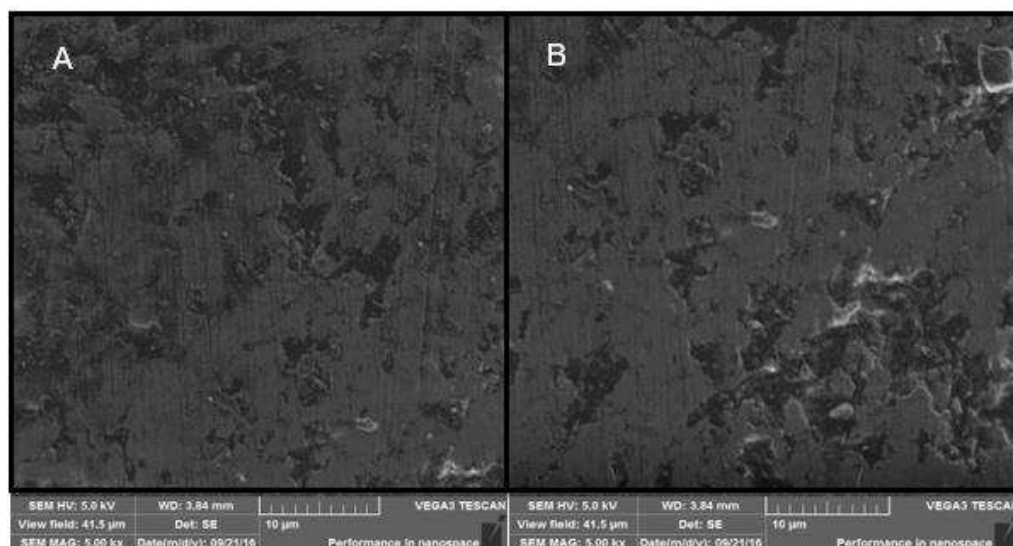


Figura 14 : A - Rosetta SM CAD/CAM, pré-cristalizada; Figura B – IPS e.max CAD, pré-cristalizada



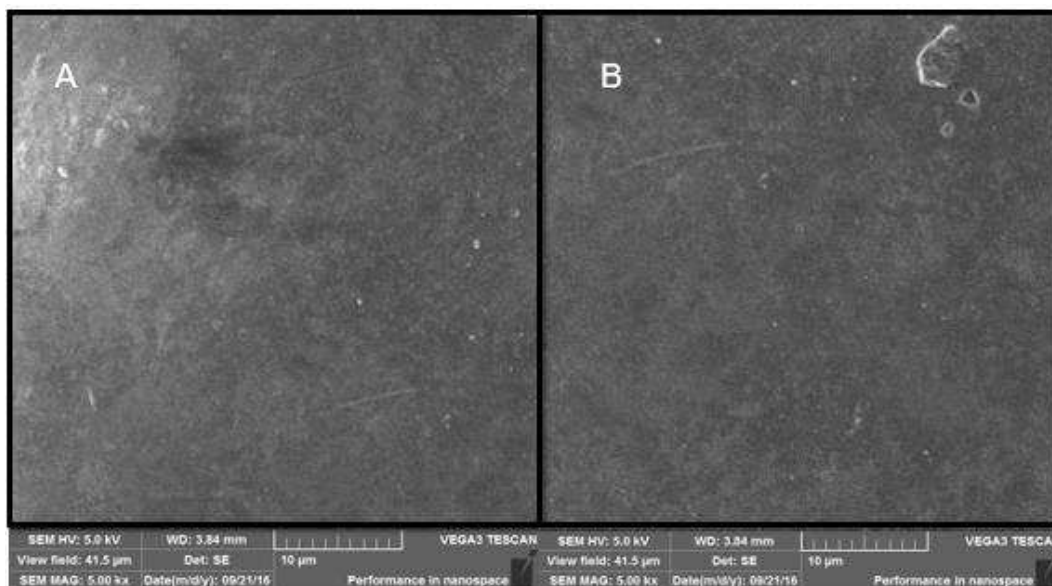


Figura 15 : A - Rosetta SM CAD/CAM, cristalizada; Figura B – IPS e.max CAD, cristalizada

#### 4.2.2 Avaliação morfológica – Porosidade total (micro CT)

Após realizar a avaliação da porosidade total dos seis blocos cerâmicos (três por marca comercial) e submeter os valores encontrados ao test t, verificou-se que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os resultados encontrados então dispostos na tabela 1.

**Tabela 1.** Média e desvio padrão da porcentagem total das cerâmicas avaliadas.

Marca comercial dos blocos cerâmicos	Porosidade total
IPS e.max CAD	0.08± (0.030) A
Rosetta SM	0.10± (0.034) A

Não existe uma diferença estatisticamente significativa entre os grupos avaliados ( $P = 0,473$ ). As letras maiúsculas indicam que não existe diferença estatística significativa entre os grupos  $p < 0,05$

### **4.3 Avaliação mecânica**

#### **4.3.1 Avaliação mecânica - Resistência Flexural**

Após realizar o teste flexural de três pontos dos vinte blocos cerâmicos (dez por marca comercial) e submeter os valores encontrados ao test t, verificou-se que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os resultados encontrados então dispostos na tabela 2.

**Tabela 2.** Média e desvio padrão dos valores encontrados de resistência flexural.

<b>Marca comercial dos blocos cerâmicos</b>	<b>Resistência Flexural</b>
<b>IPS e.max CAD</b>	341.45 ± (61.44) A
<b>Rosetta SM</b>	352.39 ± (36.77) A

Não existe uma diferença estatisticamente significativa entre os grupos avaliados (P = 0,652). As letras maiúsculas indicam que não existe diferença estatística significativa entre os grupos p <0,05

#### **4.3.2 Avaliação Mecânica – Microcisolhamento**

##### **4.3.2.1 – Ensaio de microcisolhamento**

Após realizar o teste de microcisolhamento para 40 cilindros de resina contra vinte blocos cerâmicos (dez por marca comercial) em T0 (imediatamente – 24horas) e em T1 (30 dias de envelhecimento artificial), os valores encontrados foram submetidos ao test Anova two way, seguido por tukey. Verificou-se que não houve diferença estatisticamente significativa, nem entre os grupos (marcas comerciais), nem em relação ao tempo. Os resultados encontrados então dispostos na tabela 3.

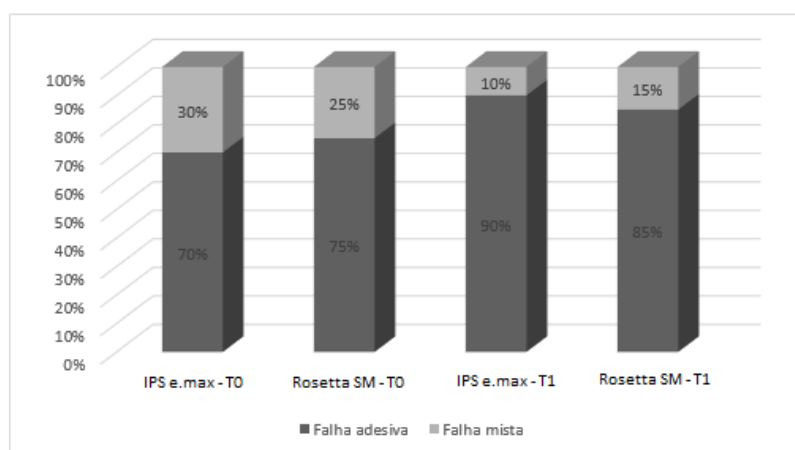
Tabela 3 - Média e desvio padrão dos valores encontrados de resistência de união.

Marca comercial dos blocos cerâmicos	T0	T1	p
IPS e.max CAD	17.89 ± (6.3) Aa	17.11 ± (5.9) Aa	0.969
Rosetta SM	17.27 ± (3,1) Aa	17.60 ± (4.7) Aa	0.881

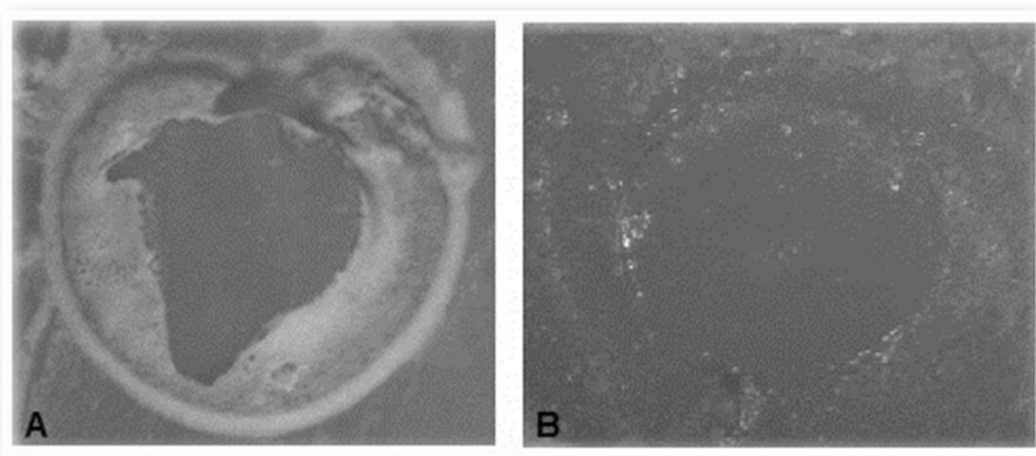
Não existe nenhuma diferença estatisticamente significativa entre os grupos avaliados ( $P = 0.878$ ). As letras maiúsculas indicam que não existe diferença estatística significativa entre as colunas e as letras minúsculas indicam que não existe diferença estatística significativa entre as linhas  $p < 0,05$

#### 4.3.2.2 Análise do padrão de falha

Os resultados da análise do padrão de falha dos cilindros de cimento resinoso após o ensaio mecânico de microcissalhamento estão listados no gráfico seguir (gráfico 5). Não houve falha coesiva, as falhas encontradas foram classificadas em mista e adesiva (figura 16).



**Gráfico 5.** Padrão de falha após teste de microcissalhamento. IPS e.max – T0 (teste imediato); IPS e.max – T1 (teste após 30 dias); Rosetta SM – T0 (teste imediato); Rosetta SM – T1 (teste após 30 dias).



**Figura 16. A** - Falha mista com prevalência em cimento; **B** - Falha adesiva.

## 5 DISCUSSÃO

A hipótese nula apresentada neste estudo, foi aceita. Não encontrou-se diferenças nas propriedades estruturais, nem nas morfológicas, nem nas propriedades mecânicas.

O Dissilicato de Lítio é uma das cerâmicas odontológicas mais utilizadas para os diversos tipos de reabilitações possíveis na odontologia, devido as seus bons valores de resistência a fratura ( $\pm 350$  Mpa), ausência de infraestrutura metálica, e uma estética favorável (Kassardjian V *et al.*, 2016). A empresa Ivoclar possuía a patente do material, reservando assim o direito exclusivo da sua produção, limitando ao cirurgião dentista uma única opção de compra disponível no mercado. Com o fim desta patente outras empresas iniciaram a produção do Dissilicato de Lítio, mas ainda não se sabe se estas cerâmicas possuem o mesmo padrão de qualidade quando comparadas ao IPS e.max.

Para responder esta dúvida, este estudo teve como finalidade comparar as propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas de duas marcas comerciais de Dissilicato de Lítio ( Rosetta SM CAD/CAM e IPS e.max CAD). Para isto foram utilizadas algumas metodologias que avaliaram estas propriedades. Para a análise das propriedades estruturais, a literatura mostra trabalhos que utilizaram o DRX (Difração de raios-x), Espectroscopia Raman e a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Nos utilizamos o DRX, devido a

sua praticidade na obtenção das estruturas cristalinas, sendo uma metodologia bastante utilizada na análise microestrutural dos materiais odontológicos (Al Mansour *et al.*, 2015; Lien *et al.*, 2015; Ramos *et al.*, 2016; e Aurélio *et al.*, 2017). Para a análise das propriedades morfológicas, trabalhos na literatura mostram o uso da microscopia eletrônica de varredura (MEV) para realizar análises topográficas para identificar quais são os cristais que compõem esta estrutura, em relação ao tipo, formato e tamanho (Lien *et al.*, 2015; Ramos *et al.*, 2016; Sundfeld *et al.*, 2016). Entretanto o MEV limita-se a uma análise superficial, por isso utilizamos o Micro CT, que possibilita a análise da porosidade total dentro das amostras (Kaizer *et al.*, 2016). Para a análise das propriedades mecânicas em relação a resistência flexural, trabalhos na literatura utilizam metodologias como o teste flexural biaxial, o teste flexural de três pontos e o teste flexural de quatro pontos (Höland *et al.*, 2000; Albakry *et al.*, 2003; Sedda *et al.*, 2014). Neste estudo foi utilizado o teste flexural de três pontos, que é uma metodologia sedimentada na literatura para este tipo de análise mecânica (Oh *et al.*, 2000; Höland *et al.*, 2000; Luo *et al.*, 2014). Por fim, a análise da resistência de união pode ser realizada por meio de algumas metodologias, como: Cisalhamento, tração, microcisalhamento e micro-tração. Neste estudo foi utilizado o microcisalhamento, por ser uma metodologia sedimentada na literatura, para avaliar a resistência de união entre o cimento resinoso com a cerâmica de forma estática (Lise *et al.*, 2015; Gré *et al.*, 2016). Ensaio dinâmico, como carga cíclica são testes mais eficientes por se aproximarem do que realmente acontece na cavidade oral (Nawafleh *et al.*, 2015).

As cerâmicas reforçadas com Dissilicato Lítio possuem boas propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas, mas para que isto aconteça o tratamento térmico deve ser realizado da maneira correta. Lien em 2015 relata que quando este material é tratado em uma temperatura abaixo de 780°C, ele vai apresentar uma maior quantidade de metassilicato de lítio, reduzindo assim a sua resistência. Quando esta cerâmica é tratada em uma temperatura superior a 780°C, aumenta a transformação do metassilicato de lítio em dissilicato de lítio, melhorando assim a sua resistência, devido ao aumento da cristalinidade do material. Quando esta análise foi realizada por meio do DRX, observou-se a

presença de três picos fortes no difractograma (23,9, 24,6 e 30,1), demonstrando a completa cristalização do material em uma temperatura acima de 780°C (Lien *et al.*, 2015). No presente estudo, os resultados do DRX, confirmaram que os principais componentes da Rosetta SM CAD/CAM foram semelhantes ao IPS e.max CAD. O que sugeriu que não seriam encontradas diferenças no teste para avaliação da resistência flexural.

As análises morfológicas realizadas, por meio do MEV e do Micro CT, tiveram como já falado o objetivo de avaliar a topografia e o valor de porosidade total (no interior das amostras) das duas marcas comerciais testadas. As imagens obtidas das duas marcas comerciais testadas, antes do tratamento térmico (pré-cristalizada), apresentaram características típicas dos cristais de metassilicato de lítio, que possuem um formato acicular incorporados na sua matriz vítrea. Após o tratamento térmico (cristalização total), a microestrutura cristalina se torna mais densa e homogênea, propensa a receber as forças mastigatórias (Kang *et al.*, 2013). Estas imagens, para as duas marcas comerciais, apresentaram conforme o esperado, uma morfologia dos cristais semelhantes. Os cristais de dissilicato de lítio apresentam um comprimento médio de 0,5  $\mu\text{m}$ , na sua fase pré cristalizada e após a sua cristalização, o tamanho médio dos cristais aumentam em até 3,0  $\mu\text{m}$  (Lien *et al.*, 2015; Ramos *et al.*, 2016; Sundfeld *et al.*, 2016).

Para realizar a avaliação da porosidade total das amostras, foi utilizado o micro CT, e observou-se que ambas as cerâmicas testadas apresentaram valores de porosidade semelhantes. Sabe-se que a quantidade de poros presente em uma cerâmica pode influenciar na sobrevivência do material, uma vez que influenciam diretamente em suas propriedades mecânicas. Os cristais têm características isotrópicas com um papel significativo na modificação de suas propriedades, tais como a dureza, resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura (Kaizer *et al.*, 2016). A presença dos poros pode interferir na distribuição das tensões, reduzindo as propriedades mecânicas, favorecendo a falha. Como já mostrado, não houve diferença entre as marcas comerciais (0,8 e 0,10), entretanto diminuir a porosidade das

cerâmicas reforçadas com dissilicato de lítio, pode ser uma alternativa de pesquisas futuras a fim de otimizar ainda mais a sua microestrutura.

As cerâmicas com cristais de dissilicato de lítio possuem uma elevada resistência à fratura, quando comparadas com as demais cerâmicas vítreas, como a Feldspática e a Leucita (Kayatt FE & Neves FD, 2013). A resistência destes materiais cerâmicos depende de uma série de fatores como: A sequência adequada de acabamento e de polimento, concentração de tensões, metodologias utilizadas para execução e qual foi o cimento utilizado para fixação da coroa (Albakry *et al.*, 2003; Lin *et al.*, 2012; Gonzaga *et al.*, 201). Os resultados do presente estudo ( $341.45 \pm 61.44$  para o IPS e.max CAD e  $352.39 \pm 36.77$  para o Rosetta SM CAD/CAM), foram similares aos encontrados na literatura, que mostra valores de aproximadamente 350 Mpa (Barbosa *et al.*, 2016). O mesmo padrão de estrutura cristalina para as duas marcas comerciais, indicou que provavelmente seriam encontrados valores semelhantes de resistência flexural, o que realmente foi observado. Valores de resistência a fratura, podem influenciar diretamente na longevidade clínica destas restaurações cerâmicas, apesar deste estudo ter sido realizado apenas com metodologias laboratoriais.

Ressalta-se, que embora atualmente a resistência flexural do Dissilicato de Lítio seja como já mencionado, uma das maiores entre as cerâmicas vítreas, trabalhos sobre carregamentos oclusais mostram valores de força mastigatória em humanos do sexo masculino de 69N na região anterior e de 516N na região posterior (Kampe *et al.*, 1987), e cargas compressivas de até 838 N foram encontradas em pacientes com sinais de atividade parafuncional (Cosme *et al.*, 2005). A resistência flexural encontrada para as duas marcas comerciais ( $341.45 \pm 61.44$  para o IPS e.max CAD e  $352.39 \pm 36.77$  para o Rosetta SM CAD/CAM) é dada em Mpa, que é uma unidade de medida de pressão, enquanto os padrões oclusais referidos estão em Newtons, que é uma unidade de força. Entretanto, nos gráficos de Tensão X deformação obtidos durante o referido ensaio, observou-se que para fratura das barras cerâmicas de Dissilicato de Lítio foi necessário um carregamento médio de 66,55N. Obviamente não é possível fazer uma comparação direta com o carregamento

oclusal, uma vez que a barra utilizada no teste possui medidas pré-definidas (20mm de comprimento, 4 mm de largura e 1,2 mm) e possui uma espessura, diferente há de uma coroa a ser utilizada clinicamente. No ensaio de resistência flexural, a barra sofre um carregamento em seu centro, e isto certamente resultará em uma fratura da mesma com um carregamento bem menor que o oclusal, já que na situação clínica tem-se o substrato (remanescente dentário ou parte coronária do retentor intraradicular mais o cimento resinoso). Porém, os poucos relatos de fraturas clínicas nos acompanhamentos longitudinais mostram que a resistência ainda não é ideal (Van den Breemer *et al.*, 2017), lembrando que não há relatos de fraturas de coroas metálicas.

A resistência de união das cerâmicas de Dissilicato de Lítio com o substrato, é um fator importante para a sobrevida destas restaurações dentárias (Lise *et al.*, 2015 e Gré *et al.*, 2016). Após o teste de microcisalhamento imediato (T0), observou-se que não houve diferença na resistência de união entre os dois grupos testados. As amostras foram ainda armazenadas em água destilada a fim de causar uma degradação da resistência de união. Após o envelhecimento artificial durante o período de 30 dias foi possível realizar nova comparação entre a Rosetta SM CAD T1 X IPS e.max CAD T1, novamente não houve diferença estatisticamente significativa. Após esta análise, foi realizada a comparação dos resultados dentro do mesmo grupo: Rosetta SM CAD/CAM (imediato X após 30 dias de armazenamento) e IPS e.max CAD (imediato X após 30 dias de armazenamento) e também não houve diferença estatisticamente significativa.

O envelhecimento artificial por um período curto (30 dias), não foi capaz de provocar alterações nos resultados. Esperava-se que os valores de resistência de união fossem menores para os testes após envelhecimento, uma vez que o cimento resinoso pode apresentar degradação hidrolítica (Wegner *et al.*, 2002). Entretanto, o período de armazenamento de 30 dias pode ser considerado pequeno para promover uma degradação significativa. Sugere-se entretanto que trabalhos futuros analisem por mais tempo esta questão, inclusive incluindo testes de carga cíclica.



Neste estudo, não houve falha coesiva, predominando somente as falhas mistas e adesiva, sem diferença entre o tipo cerâmica e o tempo de armazenamento. O tipo de cimento resinoso utilizado pode estar relacionado aos resultados, uma vez que os cimentos auto-adesivos, possuem valores de resistência de união menores quando comparados aos cimentos resinosos convencionais (De Souza *et al.*, 2015).

Portanto, não foram encontradas diferenças entre as propriedades estruturais, morfológicas e mecânicas, o que poderia demonstrar que essas cerâmicas apresentem uma longevidade clínica semelhante. No entanto, este estudo foi realizado apenas por meio de testes laboratoriais. Os resultados de resistência à flexão obtidos, mostram uma grande possibilidade de não ter uma diferença clínica entre eles. Embora os valores de resistência de união, obtidos pelo teste de microcissalhamento sejam insuficientes para uma extrapolação clínica, devido ao funcionamento dinâmico do aparelho estomatognático, é necessário utilizar metodologias com carregamento dinâmico, daí a sugestão em realizar testes de carregamento cíclico em trabalhos futuros.

Desta forma, estudos futuros com carga dinâmica e clínicos, ainda são necessários para validar os resultados preliminarmente favoráveis aqui demonstrados.

## **8 - CONCLUSÃO**

Baseado nos resultados encontrados neste estudo em vitro, não houve diferença entre os dois blocos cerâmicos de Dissilicato de Lítio de marcas comerciais diferente, em relação a sua estrutura cristalina, valores de porosidade total, Resistência flexural e Resistência de união.

## 9 – REFERÊNCIAS:

1. A.C. Larson and R.B. von Dreele, General Structure Analysis System (GSAS), **Los Alamos National Laboratory Report LAUR**, 2004,10: 86-748.
2. Al Mansour F, Karpukhina N, Grasso S, Wilson RM, Reece MJ, Cattell MJ. The effect of spark plasma sintering on lithium disilicate glass-ceramics. **Dent Mater**. 2015 Oct;31(10): e226-35.
3. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. **J Prosthet Dent** 2003; 89:374–80.
4. Aurélio IL, Dorneles LS, May LG. Extended glaze firing on ceramics for hard machining: Crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects. **Dent Mater**. 2017 Jan 6.
5. Barbosa GAS, Bernardes SR, Neves FD. Fundamentos da Prótese Sobre Implantes. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016.
6. Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, Lohbauer U. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Mater**. 2016 Nov 24. pii: S0109-5641(16)30568-1.
7. Braum SE. Efeito do grau de cristalização nas propriedades mecânicas de vitrocerâmicas de dissilicato de lítio. **[Dissertação]** Curitiba: Faculdade de ciências exatas/UFGA: 2008.
8. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 8th ed., (John Wiley, 2005).
9. Conceição EM Sphor A. M. Fundamentos dos sistemas cerâmicos. Porto Alegre: Artmed, 2005.)
10. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **J Prosthet. Dent**. 2007;98(5):389-403.

11. Cosme DC, Baldisserotto SM, Canabarro Sde A, Shinkai RS. Bruxism and voluntary maximal bite force in young dentate adults. **Int J Prosthodont.** 2005 Jul-Aug;18(4):328-32.
12. De França DG, Morais MH, das Neves FD, Carreiro AF, Barbosa GA. Precision Fit of Screw-Retained Implant-Supported Fixed Dental Protheses Fabricated by CAD/CAM, Copy-Milling, and Conventional Methods. **Int J Oral Maxillofac Implants.** 2016 Oct 5.
13. De Souza G, Braga RR, Cesar PF, LOPES GC. Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: a literature review. **Journal of Applied Oral Science.** 2015;23(4):358-368.
14. DellaBona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic Restorations. **JADA.** 2008; 139:85-90.
15. Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: A two-year report. **JADA.** 2010; 141:105-110.
16. Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. **Clin Oral Invest.** 2013; 17:275–284.
17. Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Ceramic in dentistry.** 2008. 319-325,
18. Gonzaga CC, Okada CY, Cesar PF, Miranda WG Jr, Yoshimura HN. Effect of processing induced particle alignment on the fracture toughness and fracture behavior of multiphase dental ceramics. **Dent Mater.** 2016 Jul;32(7):870-8.
19. Gracis S, Thonpson VP, Ferencs JL, Silva NRFA, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative material. **Int J Prosthodont.** 2015; 28:227-235.
20. Gré CP, de Ré Silveira RC, Shibata S, Lago CT, Vieira LC. Effect of Silanization on Microtensile Bond Strength of Different Resin Cements to a Lithium Disilicate Glass Ceramic. **J Contemp Dent Pract.** 2016 Feb 1;17(2):149-53.

21. Heintze, S. D. Bridges made of all-ceramic material (IPS Empress 2). Indications, clinical aspects, prognosis. Ivoclar — **Vivadent Report**, 12: 11 —31, 1998.
22. Holand W, Schweiger M, Rheinberger VM, Kappert H. Bioceramics and their application for dental restoration. **Advances in Applied Ceramics**. 2006;108(6):373-380.
23. Höland 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.
24. Kaizer MR, Gonçalves AP, Soares PB, Zhang Y, Cesar PF, Cava SS, Moraes RR. Mono or polycrystalline alumina-modified hybrid ceramics. **Dent Mater**. 2016 Mar;32(3):450-60.
25. Kampe T, Carlsson GE, Hannerz H, Haraldson T. Three-year longitudinal study of mandibular dysfunction in young adults with intact and restored dentitions. **Acta Odontol Scand**. 1987 Feb;45(1):25-30.
26. Kang SH, Chang J, Son HH. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. **Restor Dent Endod**. 2013 Aug;38(3):134-40.
27. Kassardjian V, Varma S, Andiappan M, Creugers NH, Bartlett D. A systematic review and meta-analysis of the longevity of anterior and posterior all-ceramic crowns. *J Dent*. 2016 Dec; 55:1-6.
28. Kayatt FE, Neves FD. Aplicação dos sistemas CAD/CAM na odontologia restauradora. **Livro**, Rio de Janeiro: Elsevier; 2013.
29. Kreidler MAM. Caracterização da influência do tipo de sinterização na composição química, resistência à flexão e dureza de blocos cerâmicos para CAD/CAM. **[tese]** Araraquara: Faculdade de Odontologia/UNESP; 2008.
30. Lien W, Roberts HW, Platt JA, Vandewalle KS, Hill TJ, Chu TMG. Microstructural evolution and physical behavior of lithium disilicate glass–ceramic. **Dental materials** 2015; 31:928-40.
31. Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and

- weibull analysis of selected dental ceramics. **J Prosthodont** 2012; 21:353-362.
32. Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. **Oper Dent**. 2015 Sep-Oct;40(5):524-32.
  33. Luo X, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dent Mater** 2014;30:e330–336.
  34. McLaren EA, Figueira J. Updating classifications of ceramic dental materials: A guide to material selection. **Inside dentistry**. 2015 Mar:48-53.
  35. Nanjangud SC, Brezny R, Green DJ. Strength and Young's modulus behavior of a partially sintered porous alumina. **J Am Ceram Soc**. 1995; 78(11):266-268
  36. Nawafleh N, Hatamleh M, Elshiyab S, Mack F. Lithium Disilicate Restorations Fatigue Testing Parameters: A Systematic Review. **J Prosthodont**. 2016 Feb;25(2):116-26.
  37. Oh SC, Dong JK, Lüthy H, Schärer P. Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after different treatments. **Int J Prosthodont** 2000; 13:468–72.
  38. Paganí C, Miranda CB, Bottino MC. Relative fracture toughness of different dental ceramics. **J Appl Oral Sci**. 2003;11(1):69-75.
  39. Piddock V, Qualtrough JE. Dental ceramics- an update. **J. Dent**. 1990; 18:227-235.
  40. Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: A systematic review. **J Prosthet Dent** 2014; 112:22-30.
  41. Rice RW. in Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 11, Ed. R. K. MacCrone, **Academic Press**, New York (1977) 199-381.
  42. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. **The journal of adhesive dentistry**. 2015; 10:251-258.

43. Ramos Nde C, Campos TM, Paz IS, Machado JP, Bottino MA, Cesar PF, Melo RM. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. **Dent Mater.** 2016 Jul;32(7):870-8.
44. Raposo LH, Armstrong SR, Maia RR, Qian F, Geraldeli S, Soares CJ. Effect of specimen gripping device, geometry and fixation method on microtensile bond strength, failure mode and stress distribution: laboratory and finite element analyses. **Dent Mater.** 2012 May;28(5): e50-62.
45. Reich S, Schierz O. Chair-side generated posterior lithium disilicate crowns after 4 years. **Clin Oral Invest** 2013; 17:1765-1772.
46. Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic-lithium disilicate. **Journal compilation.** 2010;22(5):332-341.
47. Santos MJMC, Costa MD, Rubo JH, Pegoraro LF, Santos Jr. GC. Current all-ceramic systems in dentistry: a review. **Compendium.** 2015;36(1):31-37.
48. Sedda M, Vichi A, Del Siena F, Louca C, Ferrari M. Flexural resistance of Cerec CAD/CAM system ceramic blocks. Part 2: outsourcing materials. **Am J Dent** 2014; 27:17–22.
49. Sundfeld D, Correr-Sobrinho L, Pini NI, Costa AR, Sundfeld RH, Pfeifer CS, Martins LR. The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Heat on the Bonding to Lithium Disilicate Glass Ceramic. **Braz Dent J.** 2016 Oct-Dec;27(6):727-733.
50. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, MBurrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dental materials.** 2014; 30:147-162.
51. Tilley, R. J. D., 2006. Crystals and crystal structure. **Chichester: John Wiley & Sons.** 1 edition; August 25, 2006.
52. Van den Breemer CR, Vinkenburg C, van Pelt H, Edelhoff D, Cune MS. The Clinical Performance of Monolithic Lithium Disilicate Posterior Restorations After 5, 10, and 15 Years: A Retrospective Case Series. **Int J Prosthodont.** 2017
53. Vargas MA, Bergeron C, Arnold AD. Cementing all-ceramic restorations. **JADA.** 2011; 142(4 suppl):205-209.

54. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. **Int J Prosthodont.** 2002; 15:267–72.
55. Wolfart S, Eschbach S, Scherrer S, Kern M. Clinical outcome of three-unit lithium-disilicate glass–ceramic fixed dental prostheses: up to 8 years results. **Dental materials** .2009;25: e63–e71.
56. Zarone F, Ferrari M, Mangano FG, Leone R, Sorrentino R. "Digitally Oriented Z Materials": Focus on Lithium Disilicate Ceramics. **Int J Dent.** 2016

