

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
ODONTOLÓGICAS**

**EFEITO DA USINAGEM, DO CICLO TÉRMICO DE  
GLAZEAMENTO E DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO  
NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA CERÂMICA  
VÍTREA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Sara Fraga**

**Santa Maria, RS, Brasil  
2013**

# **EFEITO DA USINAGEM, DO CICLO TÉRMICO DE GLAZEAMENTO E DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA CERÂMICA VÍTREA**

**Sara Fraga**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração em Odontologia, ênfase em Prótese Dentária, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências Odontológicas.**

**Orientadora: Profa. Dra. Liliana Gressler May**

**Santa Maria, RS, Brasil**

**2013**

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Central da UFSM, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Fraga, Sara

Efeito da usinagem, do ciclo térmico de glazeamento e do condicionamento ácido na resistência flexural de uma cerâmica vítrea / Sara Fraga.-2013.

71 p.; 30cm

Orientadora: Liliana Gressler May

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Maria, Centro de Ciências da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, RS, 2013

1. Cerâmica vítrea 2. CAD/CAM 3. Tratamento térmico 4. Condicionamento ácido 5. Resistência flexural I. Gressler May, Liliana II. Título.

---

© 2013

Todos os direitos autorais reservados a Sara Fraga. A reprodução de partes ou do todo deste trabalho só poderá ser feita mediante a citação da fonte.

Endereço: Rua Major Duarte, 855/902 RS, 97050-460

Fone (0xx) 55 9134 4516; End. Eletr: sara.odonto@yahoo.com.br

---

**Universidade Federal de Santa Maria  
Centro de Ciências da Saúde  
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,  
aprova a Dissertação de Mestrado

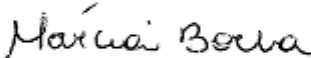
**EFEITO DA USINAGEM, DO CICLO TÉRMICO DE GLAZEAMENTO E  
DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE  
UMA CERÂMICA VÍTREA**

elaborada por  
**Sara Fraga**

como requisito parcial para obtenção do grau de  
**Mestre em Ciências Odontológicas**

**COMISSÃO EXAMINADORA:**

  
**Liliana Gressler May, Dra.**  
(Presidente/Orientadora)

  
**Márcia Borba, Dra. (UPF)**

  
**Leticia Borges Jacques, Dra. (UFSM)**

Santa Maria, 31 de julho de 2013.

## DEDICATÓRIA

*Com amor,  
aos meu pais, Nei e Zenaide, ao meu irmão, Alexandre,  
e à querida profe Liliana.*

## AGRADECIMENTOS

*À Deus, por cuidar tão bem da minha família e dos meus amigos. Ao meu anjinho da guarda que, nos últimos dois anos, viu seu trabalho aumentar frente aos meus pedidos diários por doses extra de sorte e coragem.*

*Aos meus pais, Nei e Zenaide, por serem meu porto seguro, em cujo abraço eu encontro a paz e a força necessárias para superar qualquer desafio. Pai... meu amigo, meu parceiro... obrigada pelas caronas até a faculdade, por “aprontar” diariamente na cozinha e ainda dizer que lavar a louça é terapia (mesmo diante de uma pilha de panelas bastante generosa), por sempre me avisar das matérias mais interessantes da Zero Hora e, até mesmo, por me fazer ouvir Sala de Redação... mas de tudo isso meu velho, eu te agradeço, principalmente, pelos exemplos de honestidade, ética e bom humor, por sempre ter inculcado em mim o desejo pela independência e por considerar a educação um dos bens mais preciosos que se pode ter. Mãe... minha amiga, minha confidente... linda, delicada, educada, caprichosa e muito, mas muito trabalhadeira. Obrigada pela tua dedicação à nossa família, por mesmo após uma semana cansativa de trabalho em Lavras do Sul ainda ter disposição para, nos finais de semana, colocar a casa em ordem. Obrigada por ouvir meus desabaços, acalantar meu coração e por ser meu exemplo maior de mulher, de garra, de determinação e de superação. Enfim, a vocês, meus pais, todo o meu amor e a minha gratidão.*

*Ao Ale, meu irmão querido, por ser esse guri corajoso, perseverante e de bom coração, de quem me orgulho tanto. Te amo!*

*Ao meu companheirinho de quatro patas, o canino Maroto. Obrigada por pacientemente aguentar meus abraços de “Felicía”, por me receber em casa com muitos beijinhos, por me aquecer nos dias frios e, principalmente, por me tornar uma pessoa melhor.*

*À todos os meus familiares pela torcida, em especial a minha afilhada Nathália.*

*À minha querida orientadora, professora Líliliana May. Não há palavras que expressem minha gratidão e minha admiração pela profe. És uma pessoa muito especial! Obrigada por sempre estar ao meu lado, amparando-me nos momentos difíceis e vibrando junto comigo a cada pequena conquista. Obrigada pela delicadeza com que conduziu a orientação desse trabalho, por todo tempo e atenção a mim dirigidos, pelas oportunidades de crescimento profissional e pessoal, e por esses dois anos de total companheirismo.*

*Ao professor Luiz Felipe Valandro, pelo seu comprometimento com o PPGCO, pela constante atenção e por viabilizar minha estadia em São José dos Campos, por intermédio do programa Procad, tornando possível a realização deste trabalho.*

*Ao professor Marco Antônio Bottino que gentilmente abriu as portas do laboratório de prótese da UNESP – São José dos Campos, permitindo que eu utilizasse o equipamento de usinagem pelo tempo que fosse necessário.*

*À Mayra Cardoso por ter me recebido tão bem em sua casa durante o período em que estive em São José dos Campos. À Marília Rippe por pacientemente ter me ensinado a operar o equipamento de usinagem. À Thais Paradella e a todo pessoal de SJC pela calorosa acolhida.*

*Aos professores Gilmar Vogel e Moacir Eckhardt pela orientação na confecção do dispositivo de flexão biaxial. Meu agradecimento especial ao Adriano Griebeler, cuja dedicação e empenho foram fundamentais para o desenvolvimento do dispositivo.*

*Ao professor Lúcio Dorneles pelo auxílio na interpretação das análises de difração de raios-x.*

*À professora Ângela Dullius pela disponibilidade em me ajudar na análise estatística do trabalho.*

*À todos os professores do PPGCO.*

*À secretária do programa, Jéssica Dalcin, por mostrar-se sempre muito atenciosa e disposta a ajudar a todos. Valeu por tudo Jéssica!*

*À todos os professores das disciplinas de Prótese Dentária do curso de Odontologia, em especial aos professores Osvaldo Kaiser, Katia Braun e Leticia Jacques, pelo convívio agradável e por todos os ensinamentos.*

*Aos colegas e amigos do grupo de estudo: Ana Maria, Iana, Priscila, Mariana, Michele, Guto, Vinícius, Carolina, Gabriel, Andressa, Dagma, Catina, Gabriela, Rafaela e João... obrigada por fazerem das reuniões de estudo um momento de agradável aprendizado e troca de conhecimentos.*

*Meu agradecimento especial ao Gabriel pelo coleguismo, por gentilmente me ensinar a operar os equipamentos do laboratório e por sempre mostrar-se disposto a ajudar a todos. À Iana, pela convivência alegre e por todo o aprendizado.*

*À Mariana pela disponibilidade de me ajudar na realização do trabalho.*

*À todos os colegas de turma pela convivência agradável e troca de experiências.*

*Aos queridos colegas da Liga da Endo: Carina, Pauline, Mariana e Rafael "Bojojo"... obrigada pelas conversas, pelos momentos de descontração e por tornarem a minha rotina de laboratório mais leve e alegre. Admiro muito vocês!!!*

*As minhas parceiras de Liga do Ká: Patrícia, Ticiane, Jociana e Tatiana... por deixarem os meus dias mais felizes, pela amizade, pela força e por todos os momentos que passamos juntas!!! Obrigada por fazerem parte da minha vida e me tornarem uma pessoa melhor!!! Amo muito vocês!!!*

*Dona Pati Henk, sem sombra de dúvidas a menina mais alto astral do mestrado... obrigada por todos esses anos de amizade, iniciada já na graduação, pela tua alegria contagiante, pela leveza com que você conduz as situações mais desafiadoras, pelas incontáveis vezes que fez minhas bochechas doerem de tanto rir, pela tua sinceridade, espontaneidade... enfim, pelo teu jeito Pati Henk de ser!!!*



*À minha dupla amada, Aura Manfio, que me faz uma falta enorme... é confortante pensar que o tempo e a distância em nada mudaram o carinho e a amizade que sentimos... obrigada por estar sempre pertinho de mim, por ouvir meus desabaços e por me fazer rir com as tuas peripécias... te admiro muito e tenho certeza de que todo o teu esforço e a tua dedicação já estão sendo recompensados!!! Agradeço também a querida Angélica Manfio por ser essa menina tão especial e por cuidar tão bem da Aurita.*

*À minha grande amiga Renata Schlesner, pela preocupação, pelo incentivo e pela confiança. Admiro muito a tua força, coragem e garra.. és um exemplo para mim! Valeu por tudo Re!!!*

*À amiga Raquel Bicca pela amizade e carinho.*

*À minha grande amiga Deise Osmari por toda a história que construímos ao longo desses vários anos de amizade. Obrigada pelo carinho, pelo coleguismo e pelo incentivo. Tenho muito orgulho de ser tua amiga... és uma pessoa maravilhosa!!!*

*À minha irmã de coração Juliana Padilha, com quem por tantas vezes compartilho as incertezas quanto ao futuro, mas também divido a certeza de que, independente do rumo que nossas vidas tomarem, sempre teremos uma a outra. Jujuzita, obrigada pela tua alegria, por ser essa menina batalhadora, dedicada, linda, inteligente, minha SOS estatística!!! Agradeço também ao tio Padilha, à Luciana e ao David por sempre me acolherem tão bem em sua casa, pelo carinho e pela amizade. Conviver com vocês me faz melhor, me faz crescer!!!*

*Às amigas Dine, Natália e Luciana, por compreenderem minha ausência constante e por todo o apoio.*

*À todos os meus amigos de Giruá, em especial a tia Sônia, tio Elmar, Dudu e Felipe, obrigada pela torcida e por todos esses anos de amizade e carinho.*

*À Idema Peças e Máquinas Agrícolas pela doação do material para confecção do dispositivo de flexão biaxial, à Ivoclar Vivadent pela doação da cerâmica usada no*

*piloto, ao projeto Fipe/UFSM pelo suporte financeiro que viabilizou a compra da cerâmica e à Fapergs/CNPq pela concessão da bolsa de mestrado.*

## RESUMO

Dissertação de Mestrado  
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas  
Universidade Federal de Santa Maria

### **EFEITO DA USINAGEM, DO CICLO TÉRMICO DE GLAZEAMENTO E DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA CERÂMICA VÍTRIA**

AUTORA: SARA FRAGA

ORIENTADORA: LILIANA GRESSLER MAY

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 31 de julho de 2013.

O presente trabalho objetivou avaliar o efeito da usinagem de corte duro, do ciclo térmico de glazeamento e do condicionamento ácido na rugosidade superficial e na resistência flexural de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita. Adicionalmente, buscou-se investigar se a rugosidade após usinagem seria influenciada pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado. Seis pares de brocas foram empregados na confecção de 144 discos por usinagem automatizada, os quais foram divididos nos grupos (n=24): 1) usinagem (U); 2) usinagem e tratamento térmico (UT); 3) usinagem e condicionamento ácido (UCA); 4) usinagem, tratamento térmico e condicionamento ácido (UTCA); 5) usinagem e polimento (UP); 6) usinagem, polimento e condicionamento ácido (UPCA). A rugosidade ( $R_a$  e  $R_z$ ) após os tratamentos foi mensurada em perfilômetro de contato. Os discos foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial *piston-on-three ball* (ISO 6872/2008). Análise de Weibull foi utilizada para comparar-se os grupos quanto à resistência característica ( $\sigma_0$ ) e ao módulo de Weibull ( $m$ ). Os efeitos dos tratamentos, da ordem de usinagem e dos diferentes pares de brocas sobre a rugosidade superficial dos corpos de prova foi estudado. A usinagem reduziu a  $\sigma_0$ , quando comparada ao grupo UP. O protocolo de polimento adotado foi capaz de eliminar os defeitos oriundos da usinagem, o que foi verificado por meio de imagens em microscopia eletrônica de varredura. O tratamento térmico não alterou a rugosidade, mas reduziu a  $\sigma_0$  e ocasionou a formação de material amorfo na superfície da cerâmica, como mostrado pela difração de raios-x. O condicionamento ácido aumentou a rugosidade, sem alterar a  $\sigma_0$ . O valor de  $m$  não diferiu significativamente entre os grupos, o que significa dizer que os tratamentos aplicados na cerâmica resultaram em distribuição similar de defeitos. Coeficiente de Spearman ( $r_s$ ) indicou correlação forte e significativa entre ordem de usinagem e rugosidade ( $r_{sR_a} = -0,66$ ;  $r_{sR_z} = -0,73$ ), a qual diferiu significativamente conforme o par de broca empregado para a usinagem ( $p < 0,05$ ). Sendo assim, a usinagem de corte duro e o ciclo térmico usado no glazeamento demonstraram efeito negativo na resistência da cerâmica, em oposição ao condicionamento ácido, o qual parece não afetar a resistência do material. Variabilidade dos dados de rugosidade pode ser esperada após usinagem, uma vez que os valores de  $R_a$  e  $R_z$  parecem ser influenciados pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado.

**Palavras-chave:** Cerâmica vítrea. Leucita. CAD/CAM. Tratamento térmico. Ácido hidrófluorídrico. Rugosidade. Resistência flexural biaxial.

## ABSTRACT

Master Course Dissertation  
Dental Science Post Graduation Program  
Federal University of Santa Maria

### EFFECT OF MACHINING, THERMAL CYCLE FOR GLAZING AND ACID ETCHING IN THE FLEXURAL STRENGTH OF A GLASS-CERAMIC

AUTHOR: SARA FRAGA

ADVISER: LILIANA GRESSLER MAY

Defense Place and Date: Santa Maria, July 31<sup>nd</sup>, 2013.

The aim of this study was to evaluate the effect of hard machining, thermal cycle for glazing and acid etching on the surface roughness and flexural strength of a leucite glass-ceramic. Additionally, it was investigated whether the roughness after machining would be influenced by the machining order and by the pair of burs employed. Six pair of burs were used to produce 144 discs by automated machining, which were divided into groups (n=24): 1) machining (M); 2) machining and heat treatment (MH); 3) machining and acid etching (MA); 4) machining, heat treatment and acid etching (MHA); 5) machining and polishing (MP); 6) machining, polishing and acid etching (MPA). The roughness after each treatment was measured using a contact profilometer. The discs were submitted to a piston-on-three ball flexure test (ISO 6872/2008). Weibull analysis was used to compare the characteristic strength ( $\sigma_0$ ) and Weibull modulus ( $m$ ) of the groups. The effect of the treatments, machining order and pair of burs on the surface roughness of the specimens was analyzed. Machining reduced the  $\sigma_0$  when compared to polishing. The polishing protocol was able to eliminate the defects introduced by machining, which was observed by means of scanning electron microscopy. The heat treatment did not alter the roughness, but reduced the  $\sigma_0$  and created amorphous material on the ceramic surface, as shown by the x-ray diffraction. Acid etching increased roughness, without reduce  $\sigma_0$ . The Weibull modulus did not differ significantly among the groups, which means that all the treatments resulted in similar defects distribution. Spearman's coefficient ( $r_s$ ) indicated strong and significant correlation between machining order and roughness ( $r_{sRa} = -0,66$ ;  $r_{sRz} = -0,73$ ). The roughness after machining differed significantly according to the pair of burs employed ( $p < 0,05$ ). Thus, hard machining and thermal cycle for glaze demonstrated a negative effect on the ceramic strength, as opposed to acid etching, which does not appear to affect the flexural strength of the material. Variability in the roughness data could be expected after machining, since the Ra and Rz values seem to be influenced by the machining order and the pair of burs employed.

**Key words:** Glass-ceramic. Leucite. CAD/CAM. Heat treatment. Hydrofluoric acid. Roughness. Biaxial flexural strength.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 -	Desenho esquemático da medição de rugosidade com diferentes comprimentos de amostragem (Camargo 2002 apud Machado, 2009).....	28
Figura 2 -	Desenho esquemático do parâmetro Ra (adaptação Whitehouse, 2002).....	29
Figura 3 -	Desenho esquemático do parâmetro Rz (adaptação Whitehouse, 2002).....	29

### ARTIGO

Figura 1 -	Modelo de preparo (a), modelo de referência (b), interface do programa CAD CEREC inLab 3D® (c), disco inserido no bloco cerâmico (d).....	56
Figura 2 -	Imagem em MEV da secção transversal de disco com superfície usinada (a) e polida (b) .....	57
Figura 3 -	Gráfico de difração de raios-x antes e após tratamento térmico .....	58
Figura 4 -	Perfis de rugosidade gerados pelos diferentes tratamentos .....	59
Figura 5 -	Imagens em MEV da superfície de fratura de um disco do grupo UP (a) e de um disco do grupo UTCA (b), indicando que a falha teve origem a partir da superfície da cerâmica .....	60

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Composição química e principais propriedades mecânicas e térmicas da cerâmica IPS Empress CAD..... 19

### **ARTIGO**

Tabela 1 - Média e desvio padrão dos valores de rugosidade (Ra e Rz), resistência característica e módulo de Weibull..... 54

Tabela 2 - Média e desvio padrão dos valores de rugosidade (Ra e Rz) para os diferentes pares de brocas ..... 55

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\mu\text{m}$	Micrometro
CAD/CAM	<i>Computer Aided Design/ Computer Aided Machining</i>
GPa	Gigapascal
JCDD/JCPDS	<i>International Center Diffraction Data/Joint Committee for Power Diffraction Studies</i>
$m$	Módulo de Weibull
mm	Milímetros
mm/min	Milímetros por minuto
MPa	Megapascal
N	Newton
n	Número de amostras por grupo
nm	Nanômetros
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Grau Celsius por minuto
$r_s$	Coefficiente de Spearman
Tg	Temperatura de transição vítrea
Y-TZP	<i>Yttria tetragonal zirconia polycrystal</i>
$\alpha$	Coefficiente de expansão térmica
$\nu$	Coefficiente de Poisson
$\sigma_0$	Resistência característica

## LISTA DE ANEXOS

Anexo A - Normas para publicação no periódico <i>Dental Materials</i> .....	68
---	----



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1 As cerâmicas como materiais odontológicos restauradores .....</b>	<b>18</b>
2.1.1 Cerâmica vítrea reforçada por leucita .....	18
2.1.2 Propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos.....	20
<b>2.2 Emprego da tecnologia CAD/CAM na confecção de restaurações cerâmicas .....</b>	<b>21</b>
2.2.1 Impacto da usinagem na resistência de cerâmicas CAD/CAM .....	21
<b>2.3 Tratamento térmico .....</b>	<b>23</b>
2.3.1 Efeito do tratamento térmico na resistência dos materiais cerâmicos .....	23
2.3.2 Efeito do tratamento térmico na microestrutura de cerâmicas reforçadas por leucita .....	25
<b>2.4 Condicionamento ácido .....</b>	<b>25</b>
2.4.1 Efeito do condicionamento ácido na resistência dos materiais cerâmicos..	26
<b>2.5 Rugosidade superficial .....</b>	<b>27</b>
<b>2.6 Difração de raios-x .....</b>	<b>30</b>
<b>2.7 Configurações de ensaios flexurais para resistência à fratura de materiais cerâmicos .....</b>	<b>31</b>
<b>3 ARTIGO - USINAGEM DE CORTE DURO, CICLO TÉRMICO DE GLAZEAMENTO E CONDICIONAMENTO ÁCIDO: COMO ESSES PROCEDIMENTOS AFETAM A RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA CERÂMICA VÍTREA REFORÇADA POR LEUCITA? .....</b>	<b>33</b>
Resumo .....	35
Introdução .....	36
Materiais e métodos .....	38
Resultados .....	44
Discussão .....	45
Conclusão .....	50
Referências .....	51
<b>4 CONCLUSÃO .....</b>	<b>61</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>62</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>68</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Reconhecidas pelas excelentes propriedades ópticas, as cerâmicas odontológicas têm ganhado papel de destaque como materiais restauradores indiretos, sendo crescente a confecção de trabalhos protéticos totalmente cerâmicos. Em virtude da natureza frágil, as cerâmicas são sensíveis a presença de defeitos e apresentam baixa resistência à tração, fatores que influenciam diretamente sua resistência à fratura (HONDRUM, 1992).

A implementação da tecnologia CAD/CAM (*Computer Aided Design; Computer Aided Machining*) na Odontologia Restauradora possibilitou a automação da produção e o desenvolvimento de restaurações cerâmicas a partir de materiais e procedimentos altamente controlados. Essa tecnologia emprega blocos cerâmicos pré-fabricados que são usinados por instrumentos diamantados de corte, nas dimensões e no formato previamente informados a um programa compatível com o sistema de usinagem (BEUER; SCHWEIGER; EDELHOFF, 2008). A usinagem pode ser realizada a partir de blocos cerâmicos totalmente sinterizados (corte duro), ou utilizando-se blocos parcialmente sinterizados (corte macio).

Apesar de reduzir as chances de incorporação de falhas geradas durante o processamento da cerâmica (GIORDANO, 2006), a usinagem tem potencial para criar microtrincas e defeitos na superfície da mesma, com possível efeito negativo sobre a resistência e o tempo de vida desses materiais (KELLY et al., 1991; DENRY, 2013). Um entendimento da natureza do dano gerado é, portanto, um pré-requisito essencial para avaliar a confiabilidade de restaurações confeccionadas pelos sistemas CAD/CAM. Salienta-se que o conhecimento acerca da influência de variáveis relacionadas à usinagem, como ordem de fresagem e brocas utilizadas, sobre a rugosidade superficial e a resistência à fratura das cerâmicas odontológicas ainda é muito restrito (ADDISON et al., 2012).

Seguindo-se a usinagem de restaurações cerâmicas vítreas e seus ajustes clínicos, o glazeamento é um dos procedimentos recomendados pelos fabricantes para melhorar o brilho e a lisura superficial da peça. Durante esse procedimento, a restauração é submetida a um regime de temperaturas que pode englobar a temperatura de transição vítrea da cerâmica, com diferentes efeitos sobre a

resistência do material. Giordano, Cima e Pober (1995) encontraram redução da resistência após tratamento térmico, o que foi atribuído ao alívio de tensões compressivas decorrentes do polimento. Para Addison et al. (2012), o protocolo térmico, seguido de resfriamento lento, não alterou a resistência de discos de cerâmica feldspática obtidos por usinagem, enquanto que Fischer et al. (2005) observaram uma melhora na resistência flexural de cerâmicas vítreas. Diante disso, o efeito do ciclo térmico adotado no glazeamento sobre a resistência à fratura dos materiais cerâmicos deve ser investigado.

Tido como um procedimento imprescindível para o sucesso da cimentação adesiva de restaurações cerâmicas a base de sílica, os efeitos do condicionamento ácido sobre a resistência desses materiais também deve ser considerado. Sabe-se que o ácido hidrofúorídrico atua promovendo a formação de irregularidades na superfície da cerâmica (BOTTINO; VALANDRO, 2009), com possível efeito negativo sobre a resistência do material (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007; HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008). Destaca-se que, até o momento, não foi encontrado estudo que avaliasse o efeito isolado do condicionamento ácido na resistência de corpos de prova usinados.

Danos superficiais, quer sejam oriundos da usinagem, do condicionamento ácido ou de outro procedimento clínico/laboratorial, quando presentes na região de cimentação da peça protética, podem ser considerados especialmente críticos, uma vez que é na superfície de cimentação que se concentram grande parte das tensões de tração que poderão originar a fratura clínica da coroa cerâmica (KELLY et al., 1990).

Assim, diante de um contexto de ascensão da tecnologia CAD/CAM na Odontologia Restauradora, em que a usinagem mostra-se capaz de introduzir uma nova textura na superfície de cimentação da peça protética, o presente trabalho visou dimensionar o efeito da usinagem de corte duro na rugosidade superficial e na resistência flexural de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita. Aliado a isso, buscou-se verificar os possíveis efeitos adicionais do ciclo térmico empregado durante o glazeamento e do condicionamento ácido sobre a rugosidade superficial e a resistência flexural de corpos de prova usinados. As influências da ordem de usinagem e do par de brocas utilizado sobre a rugosidade pós-usinagem também foram investigadas.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 As cerâmicas como materiais odontológicos restauradores

As cerâmicas odontológicas podem ser definidas como composições de duas ou mais fases, em que uma matriz vítrea é reforçada por partículas cristalinas ou vítreas de alta fusão. Nas cerâmicas policristalinas, as quais não possuem conteúdo vítreo, a matriz é constituída por óxido de alumínio ou zircônio, sendo acrescentados átomos modificadores ou estabilizadores de fase (KELLY, 2008).

A primeira formulação de cerâmica para fins odontológicos data de 1774, e correspondia a uma mistura de argila, feldspato e sílica, resultando em uma massa bastante opaca. Avanços foram realizados no sentido de remover a argila e aumentar o conteúdo de feldspato, fato que resultou em uma cerâmica com melhores propriedades de translucidez. Em 1950, a adição de leucita à formulação, permitiu a confecção de porcelanas com propriedades adequadas para serem queimadas em subestruturas metálicas, o que resultou na ascensão dos sistemas metalocerâmicos. Já nas últimas décadas, o crescente interesse pelos sistemas totalmente cerâmicos tem contribuído para o desenvolvimento de materiais com maior tenacidade à fratura (KELLY; NISHIMURA; CAMPBELL, 1996).

De acordo com a microestrutura, as cerâmicas podem ser classificadas em predominantemente vítreas, vítreas reforçadas por partículas e policristalinas. O aumento do conteúdo cristalino é acompanhado por melhora na resistência à fratura e diminuição da translucidez, ao passo que cerâmicas com alto conteúdo vítreo caracterizam-se por excelentes propriedades ópticas, mas baixa resistência à fratura (KELLY, 2004).

#### 2.1.1 Cerâmica vítrea reforçada por leucita

O presente estudo foi conduzido em uma cerâmica vítrea reforçada por leucita para CAD/CAM (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein), indicada pelo

fabricante para confecção de facetas, *inlays*, *onlays* e coroas. Essa cerâmica caracteriza-se por uma matriz vítrea de aluminossilicato, na qual ficam impregnados cristais de leucita ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ), com diâmetros de 1 a 5  $\mu m$ , totalizando 35-45% de volume da fase cristalina (IVOCLAR VIVADENT, 2006).

Historicamente, a leucita foi introduzida nas porcelanas a fim de melhorar a compatibilidade térmica desses materiais com as ligas metálicas usadas em coroas metalocerâmicas (KELLY, 2004). Atualmente, esses cristais são empregados nos sistemas totalmente cerâmicos, com o intuito de melhorar suas propriedades mecânicas, uma vez que as partículas de leucita atuam nos mecanismos de tenacificação de fratura, por promoverem o desvio da trajetória de propagação da trinca (CESAR et al., 2005).

A composição química e algumas das principais propriedades mecânicas e térmicas da cerâmica IPS Empress CAD® estão listadas no quadro 1.

Quadro 1 – Composição química e principais propriedades mecânicas e térmicas da cerâmica IPS Empress CAD

Composição química	$SiO_2$ (60 – 65%) $Al_2O_3$ (16 – 20%) $K_2O$ (10 – 14%) $Na_2O$ (3,5 – 6,5%) outros óxidos (0,5 – 7%) pigmentos (0,2 – 1%)
Módulo de elasticidade	62 GPa
Coeficiente de Poisson	0,25
Coeficiente de expansão térmica (100 – 500°C)	$17,5 \times 10^{-6} K^{-1}$
Temperatura de transição vítrea (Tg)	$625 \pm 20^\circ C$

Fonte: IVOCLAR VIVADENT. IPS Empress® System: Scientific Documentation. 2006.

### 2.1.2 Propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos

As cerâmicas caracterizam-se por serem materiais frágeis, ou seja, suportam pouca ou nenhuma deformação plástica antes de fraturar. Em função disso, são sensíveis a presença de defeitos e apresentam baixa resistência à tração (HONDRUM, 1992).

De acordo com a teoria de Griffith, os defeitos presentes no material poderão atuar como pontos de concentração de tensões, dando início a propagação de uma trinca quando a energia elástica armazenada exceder a energia requerida para a formação de uma nova superfície (KELLY, 1995). As falhas que influenciam a resistência das cerâmicas podem ser geradas durante o processo de confecção da cerâmica, como poros e inclusões, ou serem introduzidas após sua fabricação, a exemplo de falhas superficiais decorrentes de desgaste e usinagem (QUINN, 2007).

A presença de defeitos pode ser considerada especialmente crítica quando os mesmos localizam-se em áreas de concentração de tensão de tração, como é o caso da superfície de cimentação de coroas cerâmicas. A análise fractográfica de coroas totalmente cerâmicas que falharam clinicamente mostrou que, na maioria dos casos, as falhas tiveram início na superfície de cimentação, indicando alta concentração de tensões de tração e/ou presença de defeitos críticos nessa região (KELLY et al., 1990).

A resistência à fratura dos materiais cerâmicos é considerada uma medida condicional, uma vez que seus resultados são influenciados pelo modo de preparo, geometria e volume do corpo de prova, condições de carregamento do ensaio, concentração de tensões e tenacidade à fratura do material testado (KELLY, 1995).

Tendo-se em vista a natureza frágil e a grande influência que a presença de defeitos exerce sobre a resistência da cerâmica, características manifestadas na ampla dispersão dos valores de resistência para corpos de prova idênticos de um mesmo material, os dados de resistência de cerâmicas são adequadamente representados pela análise de Weibull. Tal análise permite calcular a probabilidade de falha do material quando submetido a uma determinada tensão, bem como estabelecer parâmetros de módulo de Weibull ( $m$ ) e resistência característica ( $\sigma_0$ ). O módulo de Weibull representa a dispersão dos dados de resistência, refletindo a distribuição de defeitos e a confiabilidade do material. Quanto maior o valor de  $m$ ,

maior a confiabilidade e menor a dispersão dos dados. A resistência característica é um parâmetro escalar que corresponde ao valor de tensão no qual a probabilidade do corpo de prova falhar é de 63,21% (QUINN; QUINN, 2010).

## **2.2 Emprego da tecnologia CAD/CAM na confecção de restaurações cerâmicas**

A implementação da tecnologia CAD/CAM na Odontologia Restauradora permitiu o desenvolvimento de restaurações a partir de materiais obtidos por um processo padronizado e reproduzível, o que poderia resultar em uma cerâmica mais homogênea e confiável, quando comparada aquela obtida de forma convencional (GIORDANO, 2006).

O CEREC (Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha) foi um dos primeiros sistemas CAD/CAM desenvolvidos para fins odontológicos, em 1983. Inicialmente, permitia apenas a confecção de restaurações do tipo *inlay* por meio do desgaste de blocos cerâmicos por discos diamantados. Atualmente, esse sistema utiliza pontas diamantadas específicas para a usinagem, permitindo a confecção dos mais variados tipos de restaurações indiretas como *inlays*, *onlays*, coroas e próteses parciais fixas (MÖRMANN, 2006).

### **2.2.1 Impacto da usinagem na resistência de cerâmicas CAD/CAM**

A usinagem pode ser realizada a partir de blocos cerâmicos totalmente sinterizados (corte duro), ou utilizando-se blocos parcialmente sinterizados (corte macio). Cerâmicas feldspática, vítrea reforçada por leucita e dissilicato de lítio são alguns dos materiais disponíveis para confecção de restaurações a partir de fresagem de corte duro (DENRY, 2013). Já a cerâmica policristalina à base de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com óxido de ítrio pode ser usinada por fresagem de corte macio, a partir de blocos parcialmente sinterizados, ou por meio de fresagem de corte duro, utilizando-se blocos densamente sinterizados (FILSER, 2001).

De uma forma geral, a usinagem da cerâmica por instrumentos diamantados de corte compreende cinco estágios. Primeiramente tem-se a indução de um campo de concentração de tensões na cerâmica, em função do impacto gerado pelo primeiro contato entre o instrumento de corte e a cerâmica. Em um segundo momento, a movimentação do instrumento provoca o acúmulo de energia e o início da formação de trincas nas regiões de alta concentração de tensão. O terceiro estágio compreende a propagação das trincas em função do progresso da usinagem. O processo de propagação de trincas é completado em um quarto estágio, quando múltiplas microtrincas se fundem e promovem a remoção do material cerâmico, culminando com o alívio da energia armazenada. Por fim, ter-se-á, em um quinto momento, a formação de uma nova textura de superfície na cerâmica usinada, a qual contará com a presença de danos superficiais e sub-superficiais (ZHANG; SATISH; KO, 1994), cuja extensão foi estimada em 60  $\mu\text{m}$  para uma cerâmica feldspática usinada pelo sistema CEREC1® (SINDEL et al., 1998).

Pelo potencial de gerar danos, a usinagem pode comprometer a resistência da cerâmica. A análise fractográfica de barras de cerâmica feldspática e vítrea reforçada por partículas, submetidas a ensaio de flexão três pontos, mostraram que todas as 72 barras analisadas falharam devido a defeito introduzido pela usinagem. O tamanho médio da falha que deu origem à fratura foi estimado em 9-15  $\mu\text{m}$  para a cerâmica vítrea e 15-30  $\mu\text{m}$  para a cerâmica feldspática (KELLY et al., 1991). Em ensaio de flexão uniaxial, barras de Y-TZP obtidas por usinagem pelo sistema Cercon (Degudent GmbH, Alemanha) apresentaram resistência característica de 820,65 MPa e o módulo de Weibull de 3,99, valores inferiores ao grupo que recebeu apenas polimento, os quais mostraram uma resistência característica de 1244,17 MPa e módulo de Weibull de 7,26. O valor médio de Ra após usinagem foi de 1,91  $\mu\text{m}$ , enquanto para os corpos de prova polidos foi de 0,04  $\mu\text{m}$  (WANG; ABOUSHELIB; FEILZER, 2008).

Também tem sido relatado na literatura que a usinagem poderia gerar uma fina faixa de tensão compressiva sobre a superfície da cerâmica, dificultando a propagação de trincas e promovendo melhoria na resistência do material (MARSHALL et al., 1983).

No que tange ao impacto de variáveis relacionadas à usinagem sobre as propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos, Addison et al. (2012) observaram



que a rugosidade superficial e a resistência flexural de discos de cerâmica feldspática confeccionados por usinagem em sistema CEREC MC XL® foi influenciada pelo par de brocas usado na usinagem. Mesmo sendo idênticas em composição e geometria, diferenças na distribuição e orientação das partículas de diamante impregnadas na superfície das brocas podem explicar tais resultados. Não foi encontrada correlação significativa entre ordem de usinagem com rugosidade superficial e resistência flexural.

## 2.3 Tratamento térmico

A superfície de uma restauração cerâmica pode ser finalizada pelos procedimentos de polimento ou glazeamento, os quais possibilitam a criação de uma superfície lisa e brilhosa (KELLY, 2004). A literatura reporta dois métodos principais de glazeamento: o *overglaze* e o *self-glaze*. O *overglaze* consiste na aplicação de uma fina película de porcelana de baixa fusão sobre a superfície externa da restauração. Já no *self-glaze*, não há aplicação de uma porcelana de baixa fusão. A restauração cerâmica é exposta a uma temperatura igual ou ligeiramente superior a sua temperatura de queima, pelo tempo de 1 a 2 minutos, a fim de promover o brilho superficial desejado (YILMAZ; ÖZKAN, 2010).

### 2.3.1 Efeito do tratamento térmico na resistência dos materiais cerâmicos

Diferentes efeitos sobre a resistência da cerâmica têm sido relatados após tratamento térmico, dependendo da temperatura e do tipo de resfriamento adotado.

Fairhurst et al. (1992) verificaram redução na resistência de discos de porcelana polidos, quando submetidos ao *self-glaze*. Tal tratamento foi realizado com temperaturas entre 593°C e 946°C, sendo a cerâmica removida do forno imediatamente após o ciclo térmico.

Griggs, Thompson e Anusavice (1996) repetiram o estudo de Fairhurst et al. (1992), entretanto induzindo uma população de falhas maiores, por meio de

indentação Vickers gerada com diferentes intensidades de carga. Acreditava-se que o tratamento térmico poderia promover a cicatrização de defeitos maiores e, portanto, melhoraria a resistência da cerâmica. A temperatura de glazeamento variou de 593°C a 996°C e, após o ciclo térmico, os corpos de prova foram retirados do forno e resfriados em uma bancada. Ao contrário do que era esperado, o *self-glaze* não alterou a resistência dos espécimes.

*Annealing* é um processo físico que consiste em submeter a cerâmica, por um determinado tempo, a uma temperatura compreendida entre a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e a temperatura de amolecimento, seguido de resfriamento lento (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999). Esse procedimento tem sido aplicado em cerâmicas odontológicas no intuito de promover o alívio de tensões oriundas do processamento (FISCHER et al., 2005) e cicatrização de defeitos (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999).

Giordano, Cima e Pober (1995) compararam a resistência flexural de uma cerâmica feldspática convencional submetida a diferentes tratamentos superficiais: *overglaze*, com aplicação de uma película de cerâmica de baixa fusão (920°C por 1 minuto); *self-glaze* (queima na presença de ar, a 940°C por 1 minuto); abrasão (através de disco diamantado com partículas de 30  $\mu\text{m}$ ); abrasão seguida de *annealing* (940°C por 2 minutos); polimento e polimento seguido de *annealing* (940°C por 2 minutos). Espécimes sem nenhum tratamento foram usados como controle. No trabalho não é mencionado se o resfriamento após os tratamentos térmicos foi rápido ou lento. O *overglaze*, o polimento e a abrasão aumentaram significativamente a resistência quando comparados ao grupo sem tratamento superficial. A realização de *annealing* reduziu significativamente os valores de resistência. Esse último resultado foi atribuído ao fato do *annealing* ter aliviado tensões compressivas induzidas na superfície da cerâmica pelos procedimentos de polimento e abrasão.

Apesar do protocolo de tratamento térmico a 900°C por 2 horas, com resfriamento lento, ter reduzido o tamanho do defeito gerado por indentação Vickers em cerâmica feldspática para CAD/CAM, o mesmo não se mostrou efetivo para melhorar a resistência de espécimes apenas polidos (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999).

Addison et al. (2012) observaram que a resistência e a rugosidade superficial de discos de cerâmica feldspática CAD/CAM usinados pelo sistema CEREC inLab

MC XL® não foram influenciados pela realização de *annealing* a temperatura de 900°C pelo tempo de 1 hora e resfriamento lento.

### 2.3.2 Efeito do tratamento térmico na microestrutura de cerâmicas reforçadas por leucita

A leucita é um mineral a base de sílica, alumina e potássio. É encontrada, em temperatura ambiente, sob a forma tetragonal, a qual possui coeficiente de expansão térmica ( $\alpha$ ) superior ao da matriz vítrea. Quando aquecida, sua estrutura tetraédrica expande-se lentamente até atingir uma simetria cúbica, o que pode ocorrer em temperaturas a partir de 400°C. Essa transformação é reversível e, durante o resfriamento até a temperatura ambiente, o regresso da fase cúbica para a tetragonal ocasiona uma maior contração dos cristais em relação à matriz vítrea ( $\alpha_{\text{cristal}} > \alpha_{\text{matriz}}$ ) (MACKERT; BUTTS; FAIRHURST, 1986).

Sabe-se que, quando o coeficiente de expansão térmica do precipitado (cristal) é superior ao da matriz, após tratamento térmico, tem-se desenvolvimento de tensão radial de tração e tensão tangencial compressiva na matriz, bem como a formação de microtrincas concêntricas em torno dos cristais (SERBENA; ZANOTTO, 2012).

## 2.4 Condicionamento ácido

O condicionamento com ácido hidrofluorídrico é um tratamento pré-cimentação adesiva consolidado para cerâmicas que possuem sílica em sua composição (cerâmicas feldspáticas, leucíticas e baseadas em dissilicato de lítio) (BOTTINO; VALANDRO, 2009).

O ácido hidrofluorídrico atua dissolvendo a sílica presente na matriz cerâmica, por meio da formação de hexafluorsilicato. Em cerâmicas reforçadas por conteúdo cristalino, a dissolução ocorre preferencialmente em torno dos grãos cristalinos (MIKESKA; BENNISON; GRISE, 2000; HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008).

Esse processo dá origem a irregularidades superficiais, as quais viabilizam a união micromecânica com os cimentos resinosos, associada à união química pelo emprego do agente silano (BOTTINO; VALANDRO, 2009).

A cinética da reação entre ácido hidrófluorídrico e cerâmica parece ser dependente da microestrutura da mesma (HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008), da concentração e do tempo de aplicação do ácido (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007), o que torna improcedente o desenvolvimento de um protocolo único de condicionamento ácido para todas as cerâmicas vítreas.

#### 2.4.1 Efeito do condicionamento ácido na resistência dos materiais cerâmicos

Apesar de ser aceito como um tratamento necessário para adequada união entre cimento resinoso e cerâmica, poucos trabalhos abordam o efeito isolado do condicionamento ácido sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas vítreas.

Em estudo realizado por Yen, Blackman e Baez (1993), o condicionamento com ácido hidrófluorídrico pelos tempos de 30, 60 e 90 segundos, seguido da aplicação de agente silano e cimento resinoso, não afetou significativamente a resistência flexural de uma cerâmica feldspática. Os autores atribuíram esses resultados ao fato da resistência do material ter sido mais influenciada pela presença de defeitos internos. A concentração do ácido utilizado não é mencionada. Resultados semelhantes foram encontrados por Posritong (2012), em que o condicionamento com ácido hidrófluorídrico 5% por diferentes tempos (30, 60, 90 e 120 segundos) não alterou os valores de resistência flexural biaxial de uma cerâmica vítrea reforçada por fluorapatita, quando comparado com corpos de prova apenas polidos.

Em contrapartida, Addison, Marquis e Fleming (2007) observaram que o condicionamento com ácido hidrófluorídrico, realizado em diferentes concentrações (5, 10 e 20%) e tempos de aplicação (45, 60 e 180 segundos), reduziu significativamente a resistência, quando comparado a discos de porcelana feldspática sem tratamento, redução essa acompanhada por aumento no parâmetro de rugosidade Ra. Resultados semelhantes foram relatados para cerâmica leucítica e dissilicato de lítio, em que a resistência de discos condicionados com ácido

hidrofluorídrico 9% por 2 minutos foi inferior a de discos apenas polidos (HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008).

## 2.5 Rugosidade superficial

Rugosidade pode ser definida como o conjunto de saliências e reentrâncias presentes em uma superfície (WHITEHOUSE, 2002). A rugosidade superficial desempenha um papel de grande relevância nas propriedades ópticas e mecânicas das cerâmicas odontológicas, uma vez que a presença de reentrâncias e saliências afeta a transmissão e reflexão da luz (WANG; XIONG; ZHENHUA, 2011), a estabilidade da cor (MOTRO; KURSOGLU; KAZAZOGLU, 2012) e pode atuar como pontos de concentração de tensão (JAGER; FEILZER; DAVIDSON, 2000).

Existem três tipos principais de instrumentos para determinar a rugosidade: perfilômetros de contato, perfilômetros ópticos e sondas de varredura microscópica (WENNERBERG; ALBREKTSSON, 2000).

No perfilômetro de contato, uma agulha com ponta de diamante, geralmente com raio de 2 a 10  $\mu\text{m}$ , percorre a superfície do corpo de prova na direção do eixo X, com velocidade e pressão constantes. Os movimentos verticais da agulha são registrados em um sinal analógico ou digital, e o perfil da superfície é estabelecido. Essa técnica destaca-se por ser direta e reproduzível. Suas desvantagens residem no fato de ser limitada pelo tamanho da ponta utilizada na detecção e pelo fato do contato físico poder provocar distorção no material durante a análise (WENNERBERG; ALBREKTSSON, 2000).

A topografia de uma superfície é composta por forma, ondulações e rugosidade. O perfil de rugosidade é obtido quando todos os erros de forma e ondulações são removidos, o que é realizado por meio da filtragem (WHITEHOUSE, 2002). O tipo de filtro e o comprimento de amostragem (*cut-off*) são os principais fatores que influenciam na filtragem. Um dos filtros mais comumente empregados nos equipamentos é o filtro de Gauss, o qual permite adequada exatidão no momento da separação e reduz a ocorrência de distorções. O comprimento de amostragem (*cut-off*) minimiza o desvio de forma na avaliação da rugosidade, uma vez que determina o comprimento da frequência de onda acima do qual a ondulação

será eliminada. Um valor de *cut-off* maior que o necessário poderá incluir valores do perfil de ondulação, que, por sua vez, tendem a aumentar a rugosidade (figura 1) (MACHADO, 2009).

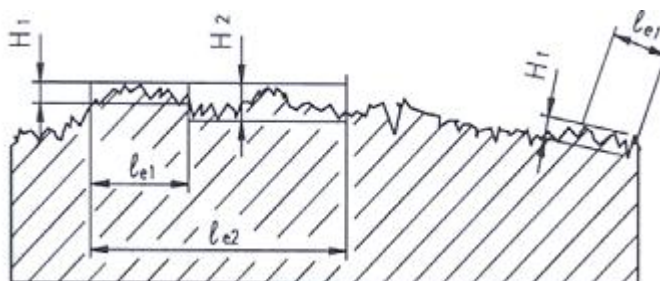


Figura 1 – A rugosidade  $H_2$  tende a ser superior a  $H_1$ , uma vez que o comprimento de amostragem  $l_{e2}$ , por ser maior do que o necessário, incorpora erros de ondulação  
Fonte: Camargo (2002 apud MACHADO, 2009).

Nos instrumentos de medição, os valores de *cut-off* são escolhidos conforme recomendação da norma seguida, em função da distância entre sulcos, para superfícies com perfil de rugosidade uniforme, ou pela rugosidade esperada, para superfícies com perfil de rugosidade disforme (MACHADO, 2009). O comprimento de medição é usualmente constituído por cinco *cut-off* para fornecer uma melhor estimativa do parâmetro avaliado (WENNERBERG; ALBREKTSSON, 2000; MACHADO, 2009). O comprimento de medição não deve ser confundido com a distância total percorrida pelo instrumento medidor sobre a superfície, a qual deve ser igual a cinco vezes o valor do *cut-off* (idealmente) somados a distância necessária para atingir a velocidade de medição e para garantir a parada do instrumento (WHITEHOUSE, 2002; MACHADO, 2009).

Um dos sistemas bastante utilizado na medição da rugosidade é o sistema da linha média (sistema M), no qual a rugosidade é determinada em função de uma linha de referência, a linha média. Essa é traçada paralelamente à direção geral do perfil, no comprimento da amostragem, de tal forma que a soma das áreas superiores seja igual à soma das áreas inferiores (WHITEHOUSE, 2002; MACHADO, 2009).

Existe uma ampla gama de parâmetros para expressar a rugosidade de uma superfície. Comumente os trabalhos acerca de rugosidade e resistência de cerâmicas utilizam parâmetros de amplitude, como  $R_a$ ,  $R_z$  e  $R_{max}$  (JAGER;

FEILZER; DAVIDSON, 2000; FISCHER; SCHÄFER; MARX, 2003; WANG; ABOUSHELIB; FEILZER, 2008; FLURY; PEUTZFELDT; LUSSI, 2012).

O parâmetro Ra (figura 2) corresponde à amplitude média do perfil, representando a média aritmética da magnitude do desvio em relação a uma linha média. Por não realizar distinção entre picos e vales, o parâmetro Ra, de forma isolada, não é suficiente para descrever a rugosidade de uma superfície (WHITEHOUSE, 2002; MACHADO, 2009).

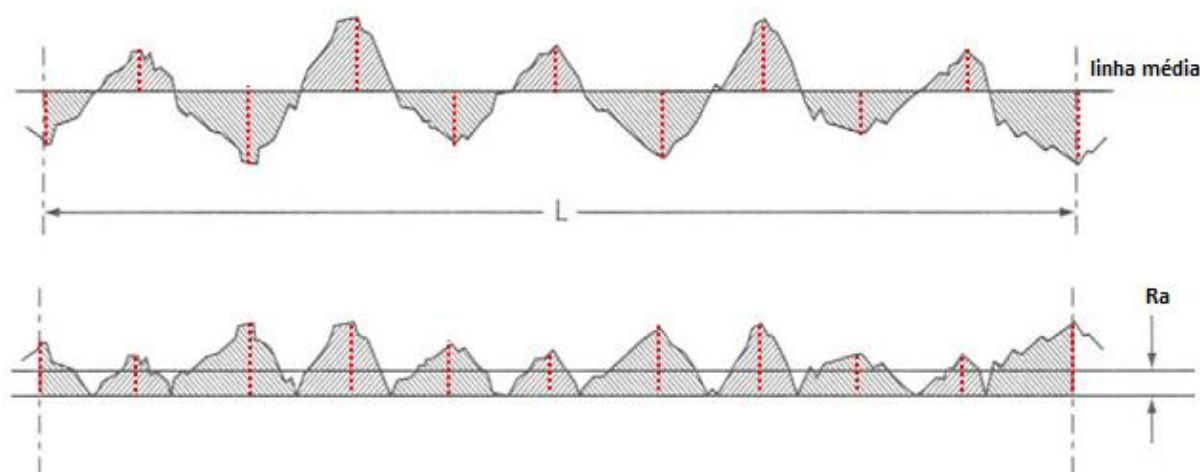


Figura 2 – representação esquemática do parâmetro Ra

Fonte: adaptação de Whitehouse (2002).

O parâmetro Rz (figura 3) é representado pela distância vertical entre o maior pico e o vale mais profundo, não necessariamente contínuos, em um comprimento de amostragem. Como, geralmente, são adotados cinco *cut-off* para a realização da mensuração, o valor obtido corresponderá a média do Rz alcançado nos cinco comprimentos avaliados (WHITEHOUSE, 2002; MACHADO, 2009). Logo:

$$Rz = \frac{Rz1 + Rz2 + Rz3 + Rz4 + Rz5}{5}$$

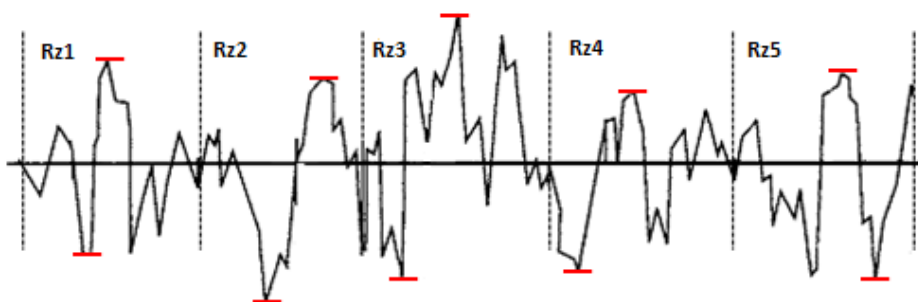


Figura 3 – representação esquemática do parâmetro Rz

Fonte: adaptação de Whitehouse (2002).

O  $R_{max}$  é definido como o maior valor das rugosidades parciais (distância pico/vale dentro de cada *cut-off*) ao longo do percurso de medição (WHITEHOUSE, 2002; MACHADO, 2009). Assim, no exemplo da figura 3, o  $R_{max}$  corresponderá ao valor de  $Rz3$ , uma vez que esse representa a maior rugosidade parcial.

## 2.6 Difração de raios-x

A difração de raios-x é uma técnica amplamente empregada na identificação e análise da estrutura de materiais cristalinos, os quais apresentam um arranjo ordenado e periódico de átomos no espaço. Esse experimento consiste em incidir um feixe monocromático de raios-x, com comprimento de onda ( $\lambda$ ) conhecido, na superfície de uma amostra, e analisar a intensidade da radiação refletida pelos planos cristalinos da amostra, com o ângulo de incidência do feixe. Os picos de difração são observados quando há interferência construtiva entre os feixes espalhados pelos planos atômicos do cristal, fato que ocorre quando o espalhamento obedece algumas condições geométricas, designadas pela Lei de Bragg (CULLITY, 1978).

A identificação da estrutura cristalina de uma amostra é feita comparando-se a localização dos picos de difração com os valores de uma ficha de padrão difratométrico mantido pelo International Center Diffraction Data/Joint Committee for Powder Diffraction Studies (JCDD/JCPDS) (SILVA, 2010).

Os dados obtidos com a difração de raios-x também podem ser empregados para determinar-se uma estimativa do tamanho médio dos cristais que constituem uma amostra. Para tanto, aplica-se a relação de Debye (Equação 1):

$$T = 0,9\lambda/\beta\cos\theta \quad \text{Equação (1)}$$

sendo  $T$  o diâmetro médio dos cristais,  $\lambda$  o comprimento de onda dos raios-x,  $\theta$  a localização do pico e  $\beta$  a largura da meia altura do pico selecionado, em radianos. O real valor de  $\beta$  é calculado por meio da Equação 2, a qual desconta do valor de  $\beta$  obtido na difratometria do corpo de prova ( $\beta_M$ ), a curva de erro de medição do



aparelho, estimada pelo cálculo de  $\beta$  para um cristal com dimensão superior a 1000 Å, como o silício ( $\beta_s$ ) (CULLITY, 1978).

$$\beta^2 = \beta_M^2 - \beta_S^2 \quad \text{Equação (2)}$$

## 2.7 Configurações de ensaios flexurais para resistência à fratura de materiais cerâmicos

A resistência à fratura de materiais frágeis, como as cerâmicas, pode ser adequadamente investigada por meio de ensaios flexurais, os quais permitem o estabelecimento de uma condição de tensão de tração pura na superfície inferior do corpo de prova (BERENBAUM; BRODIE, 1959).

A norma ISO 6872/2008 para cerâmicas odontológicas preconiza a utilização dos testes uniaxiais de três e quatro pontos, bem como do teste biaxial *piston-on-three ball* para avaliar a resistência das cerâmicas (ISO 6872, 2008).

Os ensaios flexurais uniaxiais utilizam corpos de prova no formato de barras, as quais são biapoizadas em um dispositivo para a realização do ensaio. A carga pode ser aplicada apenas no centro da barra (ensaio de três pontos) ou em dois pontos equidistantes do centro (ensaio de quatro pontos) (SADIGHPOUR; GERAMIPARAH; RAEESI, 2006). Por utilizarem corpos de prova de secção retangular, os ensaios uniaxiais são sensíveis à fratura de bordos, ou seja, a fratura pode não ter origem de um defeito intrínseco do material (BAN; ANUSAVICE, 1990). Para amenizar esse efeito, a ISO 6872/2008 recomenda que os bordos sejam chanfrados (ISO 6872, 2008).

O ensaio de flexão biaxial *piston-on-three ball* é realizado com corpo de prova no formato de disco, o qual é posicionado sobre três esferas dispostas de forma concêntrica em um círculo com raio variando de 10 a 12 mm. A carga é aplicada por um pistão cilíndrico de superfície plana no centro do disco. Dessa forma, evitam-se as indesejáveis fraturas de bordo, uma vez que a tensão de tração se concentrará na área central da superfície inferior do disco (BAN; ANUSAVICE, 1990; SADIGHPOUR; GERAMIPARAH; RAEESI, 2006). A ISO 6872/2008 prevê uma

tolerância de 0,05 mm no paralelismo das superfícies superior e inferior disco, o que facilita a confecção dos corpos de prova.

Por reproduzir uma condição de carregamento biaxial, os ensaios flexurais biaxiais produzem resultados de resistência à fratura mais confiáveis, uma vez que defeitos existentes no material podem afetar sua resistência, independentemente da direção dos mesmos. Já nos ensaios uniaxiais, a presença de um defeito paralelo à direção de tensão de tração desenvolvida no corpo de prova pode não interferir nos resultados do teste (JEONG; PARK; LEE, 2002).

### 3 ARTIGO

## **USINAGEM DE CORTE DURO, CICLO TÉRMICO DE GLAZEAMENTO E CONDICIONAMENTO ÁCIDO: COMO ESSES PROCEDIMENTOS AFETAM A RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA CERÂMICA VÍTREA REFORÇADA POR LEUCITA?**

Este artigo será submetido à publicação no periódico *Dental Materials*, Elsevier, ISSN 0109-5641. As normas para publicação estão descritas no anexo A.

**Usinagem de corte duro, ciclo térmico de glazeamento e condicionamento ácido: como esses procedimentos afetam a resistência flexural de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita?**

*Título resumido: Resistência flexural de cerâmica vítrea CAD/CAM*

Sara Fraga<sup>1</sup>, Luiz F. Valandro<sup>2</sup>, Marco A. Bottino<sup>3</sup>, Liliana G. May<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil

<sup>2</sup> Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil

<sup>3</sup> Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, Brasil

*Autor correspondente:*

Sara Fraga

Endereço: Rua Major Duarte, 855/902, CEP 97050-460, Menino Jesus, Santa Maria, RS, Brasil

Telefone: +55(55)9134-4516

E-mail: sara.odonto@yahoo.com.br

## Resumo

**Objetivos:** avaliar o efeito da usinagem de corte duro, do ciclo térmico de glazeamento e do condicionamento ácido na rugosidade e na resistência flexural de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita; investigar se a rugosidade após usinagem é influenciada pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado.

**Métodos:** seis pares de brocas foram empregados na confecção de 144 discos por usinagem automatizada, os quais foram divididos nos grupos (n=24): usinagem (U); usinagem e tratamento térmico (UT); usinagem e condicionamento ácido (UCA); usinagem, tratamento térmico e condicionamento ácido (UTCA); usinagem e polimento (UP); usinagem, polimento e condicionamento ácido (UPCA). A rugosidade (Ra e Rz) após os tratamentos foi mensurada. Os discos foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial (ISO 6872/2008) e os resultados avaliados pela análise de Weibull com determinação de resistência característica ( $\sigma_0$ ) e módulo de Weibull.

**Resultados:** a usinagem (U) reduziu a  $\sigma_0$ , quando comparada ao polimento (UP). O tratamento térmico não alterou a rugosidade, mas reduziu a  $\sigma_0$ . O condicionamento ácido aumentou a rugosidade, sem alterar a  $\sigma_0$ . Coeficiente de Spearman ( $r_s$ ) apontou correlação forte e significativa entre ordem de usinagem e rugosidade ( $r_{sRa} = -0,66$ ;  $r_{sRz} = -0,73$ ), a qual diferiu significativamente conforme o par de broca empregado ( $p < 0,05$ ).

**Significância:** a usinagem de corte duro e o ciclo térmico de glazeamento tem efeito negativo na resistência da cerâmica estudada, entretanto, o condicionamento ácido não afeta sua resistência. Variabilidade dos dados de rugosidade pode ser esperada após usinagem, uma vez que Ra e Rz parecem ser influenciados pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado.

**Palavras-chave:** CAD/CAM; cerâmica vítrea; leucita; tratamento térmico; ácido hidrófluorídrico; rugosidade; resistência flexural biaxial; piston-on-three ball.

## INTRODUÇÃO

Em função da natureza frágil, a resistência das cerâmicas é fortemente influenciada pela presença de defeitos, os quais, quando na superfície de cimentação da peça protética, podem ser considerados especialmente críticos, uma vez que é nessa região que se concentram grande parte das tensões de tração que poderão originar a fratura clínica da restauração cerâmica [1,2].

A introdução da tecnologia CAD/CAM (*Computer-Aided Designer; Computer-Aided Machine*) na Odontologia Restauradora permitiu a confecção de complexas restaurações indiretas a partir de blocos cerâmicos pré-fabricados, os quais são reduzidos por instrumentos diamantados de corte nas dimensões e na anatomia previamente informadas a um programa compatível com o sistema de usinagem [3]. Apesar de diminuir as chances de incorporação de defeitos decorrentes do processamento, a usinagem desencadeia uma complexa rede de eventos na superfície da cerâmica, com geração de tensões residuais, trincas radiais e laterais, lascamento e, até mesmo, deformação plástica [4,5]. Um entendimento do efeito do dano ocasionado pela usinagem sobre a resistência da cerâmica é, portanto, um pré-requisito essencial para avaliar a confiabilidade de restaurações CAD/CAM.

A usinagem pode ser realizada a partir de blocos densamente sinterizados (corte duro), como é o caso das cerâmicas feldspática, vítrea reforçada por leucita e dissilicato de lítio, ou utilizando blocos parcialmente sinterizados (corte macio), a exemplo da zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP). Dependendo do tipo de corte, diferentes efeitos sobre a resistência mecânica dos materiais podem ser esperados [6].

Em restaurações de cerâmicas vítreas CAD/CAM, após os procedimentos de usinagem e ajustes clínicos, a realização de glazeamento é uma das opções recomendadas pelos fabricantes para melhorar o brilho e a lisura superficial da peça. Durante este procedimento, a restauração usinada é submetida a um regime de temperaturas que pode englobar a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) da cerâmica. Alívio de tensões residuais tem sido relatado após realização de protocolo térmico, com diferentes efeitos sobre a resistência das cerâmicas. Giordano, Cima e Pober (1995) [7] encontraram redução da resistência após tratamento térmico, o que foi atribuído ao alívio de tensões compressivas decorrentes do polimento. Para

Addison et al. (2012) [8], o protocolo térmico, seguido de resfriamento lento, não alterou a resistência de discos de cerâmica feldspática obtidos por usinagem, enquanto que Fischer et al. (2005) [9] observaram uma melhora na resistência flexural de cerâmicas vítreas.

Tido como um procedimento imprescindível para o sucesso da cimentação adesiva de restaurações cerâmicas a base de sílica, os efeitos do condicionamento ácido sobre a resistência mecânica desses materiais também devem ser considerados. Sabe-se que o ácido hidrofluorídrico atua criando irregularidades na superfície da cerâmica, as quais podem reduzir a resistência do material [10]. Destaca-se que, até o momento, não foi encontrado estudo que avaliasse o efeito isolado do condicionamento ácido na resistência flexural biaxial de corpos de prova usinados por corte duro.

Assim, diante de um contexto de ascensão da tecnologia CAD/CAM na Odontologia Restauradora, em que a usinagem mostra-se capaz de introduzir uma nova textura na superfície de cimentação da peça protética, o presente trabalho visou dimensionar o efeito da usinagem de corte duro na resistência flexural biaxial de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita. Além disso, buscou-se investigar o efeito de procedimentos que antecedem a cimentação da peça cerâmica, como o ciclo térmico empregado no glazeamento e o condicionamento ácido, na resistência de corpos de prova obtidos por usinagem. As hipóteses testadas foram de que todos os tratamentos (usinagem, ciclo térmico de glazeamento e condicionamento ácido) reduziriam a resistência flexural da cerâmica estudada.

Adicionalmente, investigou-se se a rugosidade após usinagem seria influenciada pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado, testando-se as hipóteses de que diferentes pares de brocas resultariam em diferentes valores de rugosidade, os quais não teriam correlação significativa com a ordem de usinagem.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Confecção de discos cerâmicos por CAD/CAM**

Blocos totalmente sinterizados de cerâmica vítrea reforçada por leucita (IPS Empress CAD C14L, Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein), nas dimensões 14 mm x 14 mm x 18 mm, foram usinados no formato de discos por meio do sistema CEREC inLab MC XL (Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha).

Para tanto, um padrão metálico cilíndrico simulando coroa dentária com preparo interno circular de 13,5 mm de diâmetro e 1,4 mm de profundidade, e um segundo padrão metálico representando coroa dentária íntegra de geometria simplificada, com superfície oclusal circular e plana de mesmas dimensões, foram individualmente moldados com silicona de adição (Express Standard, 3M ESPE, Estados Unidos) e os moldes vasados com gesso pedra especial (Fuji Rock, GC Europe, Bélgica). Tal procedimento foi repetido cinco vezes para o padrão simulando coroa de geometria simplificada. Por meio do arranjo dos padrões individuais em gesso, obtiveram-se dois modelos distintos: um modelo de preparo (figura 1a) e um modelo de referência (figura 1b). O modelo de preparo representava, ao centro, a coroa com preparo interno circular, e adjacente a mesma, duas coroas com superfície circular e plana. O modelo de referência foi composto por três padrões simulando coroa íntegra de geometria simplificada. Os modelos em gesso foram digitalizados (Scanner CEREC inLab, Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha) e as imagens tridimensionais obtidas processadas no programa CAD CEREC inLab 3D versão 3.85 (Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha). Na interface do programa, estabeleceu-se uma relação de igualdade entre os modelos, indicando que a restauração a ser criada no modelo de preparo deveria seguir a mesma anatomia do modelo de referência. Dessa forma, foi possível obter-se uma restauração no formato de um disco, com diâmetro de 13,5 mm e espessura de 1,4 mm (figura 1c). A figura 1d ilustra o disco inserido no bloco cerâmico, pronto para a usinagem.

Os blocos cerâmicos foram reduzidos no formato de disco no equipamento CEREC inLab MC XL (Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha), por meio de par de brocas diamantadas específicas para cerâmicas vítreas, sendo uma delas de geometria cilíndrica (Cylinder pointed bur 12S, Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha) e a outra escalar (Step



bur 12S, Sirona Dental Systems GmbH, Alemanha). Seis pares de brocas (A-F) foram empregados na usinagem de 154 blocos cerâmicos. Cada bloco permitiu a confecção de um disco, o qual, findada a usinagem, era nominado de acordo com o par de brocas utilizado e a ordem de usinagem correspondente. O número máximo de discos obtidos por par de brocas foi estipulado em 28, tendo-se em vista que, no primeiro par de brocas utilizado, a broca cilíndrica fraturou durante a usinagem do 29º disco. Assim, após a usinagem do 28º disco, as brocas eram substituídas. O último par de brocas (F) foi utilizado para a obtenção de 13 discos, número limitado pela quantidade de blocos restantes. Do total usinado, nove discos foram empregados em estudo piloto, um disco foi descartado devido à ruptura da broca durante a usinagem, enquanto que os 144 discos restantes foram distribuídos de forma randomizada em seis grupos experimentais (n=24).

#### **Grupos experimentais: tratamentos aplicados à cerâmica**

Os grupos experimentais consistiram de corpos de prova usinados submetidos aos tratamentos: 1) usinagem (U), 2) usinagem e tratamento térmico (UT), 3) usinagem e condicionamento ácido (UCA), 4) usinagem, tratamento térmico e condicionamento ácido (UTCA), 5) usinagem e polimento (UP), 6) usinagem, polimento e condicionamento ácido (UPCA).

O tratamento térmico foi realizado em forno Vita Vacumat 6000 MP (Vita Zahnfabrik, Alemanha) e seguiu a recomendação do fabricante para realização de glaze na cerâmica IPS Empress CAD® (temperatura inicial de 403°C, tempo de pré-aquecimento de 6 minutos, taxa de aumento de temperatura de 100°C/min, temperatura de manutenção de 790°C durante 90 segundos, conexão de vácuo entre 450°C e 789°C) [11]. Dez minutos após a abertura do forno, os discos foram removidos do mesmo e colocados sobre uma bancada para resfriar.

O polimento, realizado manualmente na face inferior dos discos usinados, com lixas de carbetto de silício nas granulações 400, 600 e 1200, em presença de água, foi controlado pela remoção de 80 µm da espessura da superfície usinada, a fim de eliminarem-se os defeitos superficiais oriundos da usinagem.

Para o condicionamento ácido da superfície inferior do disco, foi empregado ácido hidrófluorídrico 10% (Condac Porcelana, FGM, Brasil), por 60 segundos. Após, a superfície foi lavada com água destilada durante 60 segundos e seca com jato de ar por 30 segundos.

A espessura final dos corpos de prova, mensurada por micrômetro (210 MAP, Starrett, Estados Unidos), foi ajustada na superfície superior dos discos em  $1,32 \pm 0,02$  mm, por meio de lixas de carbetto de silício nas granulações 240, 400 e 600.

O cabo de ligação gerado pela usinagem na face lateral do disco foi mantido para auxiliar na orientação das leituras de rugosidade, sendo removido com ponta diamantada em alta rotação para o ensaio de flexão biaxial.

#### **Determinação da rugosidade superficial**

A rugosidade da superfície inferior dos discos foi medida após a usinagem (rugosidade inicial) e ao fim de cada tratamento (rugosidade final), por meio de perfilômetro de contato (SJ-410, Mitutoyo, Japão).

Os valores de  $R_a$  e  $R_z$  foram obtidos a partir da média de três leituras, transversais ao caminho percorrido pelas brocas durante a usinagem. O comprimento de cada leitura equivaleu a cinco vezes o valor do *cut-off* ( $\lambda_c$ ), definido de acordo com a norma ISO 4287:1997 [12], tendo-se por referência os valores de  $R_a$  alcançados em uma primeira leitura. Assim, para a medição da rugosidade final do grupo UP, o valor de  $\lambda_c$  foi de 0,25 mm (valor tabelado para  $0,02 < R_a \leq 0,1$ ), perfazendo um comprimento total de medição de 1,25 mm, enquanto que as medições iniciais e finais para os demais grupos foram realizadas com  $\lambda_c$  de 0,8 mm (valor tabelado para  $0,1 < R_a \leq 2,0$ ), resultando em um comprimento total de medição de 4 mm. Filtro de Gauss também foi empregado para a separação de defeitos de forma do perfil de rugosidade.

#### **Análise dos cristais de leucita: difração de raios-x**

A fim de avaliar o efeito do tratamento térmico sobre os cristais de leucita, dois discos foram submetidos à difração de raios-x (D8 Advanced XRD, Bruker AXS GmbH, Alemanha) antes e após o tratamento térmico, com varredura de  $10^\circ$  à  $90^\circ$ , passo de  $0,02^\circ$ , tempo de 187 segundos. O comprimento de onda utilizado foi o  $K_\alpha$ Cu com  $\lambda = 1,5416$  Å. A localização dos picos em cada uma das análises foi comparada aos valores disponíveis para a leucita na ficha do padrão difratométrico mantida pelo *International Center Diffraction Data/Joint Committee for Powder Diffraction Studies*.

O tamanho médio dos cristais de leucita foi determinado para os picos mais intensos (004 e 400) antes e após o tratamento térmico, por meio da equação de Debye (Equação 1) [13].

$$T = 0,9\lambda/\beta\cos\theta \quad (1)$$

em que T é o diâmetro médio dos cristais,  $\lambda$  o comprimento de onda dos raios-x (1,5416 Å),  $\theta$  é a localização do pico e  $\beta$  é a largura da meia altura do pico selecionado, em radianos. O real valor de  $\beta$  foi calculado por meio da Equação 2 [13], a qual desconta do valor de  $\beta$  obtido na difratometria da cerâmica ( $\beta_M$ ), a curva de erro de medição do aparelho, estimada pelo cálculo de  $\beta$  para um cristal com dimensão superior a 1000 Å, nesse caso, o silício ( $\beta_s$ ).

$$\beta^2 = \beta_M^2 - \beta_s^2 \quad (2)$$

### **Ensaio de flexão biaxial *piston-on-three ball***

O ensaio de flexão biaxial *piston-on-three ball* foi realizado de acordo com a norma ISO 6872/2008 [14], em máquina de ensaios universais (DL-1000 Emic, Brasil), a uma taxa de carregamento de 1 mm/min. A face inferior do disco (correspondente à superfície que recebeu os tratamentos) foi posicionada sobre três esferas equidistantes de 2,5 mm de diâmetro, separadas a um ângulo de 120°, sobre um círculo de 10 mm de diâmetro. A carga foi aplicada no centro da superfície superior do disco por um pistão cilíndrico de superfície plana com raio de 0,7 mm. A tensão de fratura, em MPa ( $\sigma$ ), foi calculada por meio das equações:

$$\sigma = -0,2387P(X - Y)/d^2 \quad (3)$$

$$X = (1 + \nu) \ln(B/C)^2 + [(1 - \nu)/2](B/C)^2 \quad (4)$$

$$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(A/C)^2] + (1 - \nu)(A/C)^2 \quad (5)$$

sendo P, a carga para fratura somada a 0,42 N (peso do pistão); d, a espessura do disco;  $\nu$ , o coeficiente de Poisson (0,25); A, o raio do círculo de suporte das esferas (5 mm); B, o raio do pistão (0,7 mm); C, o raio do disco (6,75 mm).

O número de fragmentos gerados na fratura dos discos foi registrado.

### **Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Para verificar a efetividade do protocolo de polimento, um disco usinado e um disco polido, confeccionados para o estudo piloto, foram embutidos em resina acrílica autopolimerizável e cortados, com disco diamantado em máquina de corte de precisão (IsoMet 1000, Buehler, EUA), no sentido perpendicular a superfície usinada e polida. As amostras provenientes dos cortes foram polidas com lixas de carvão de silício (granulações 400, 600 e

1200), e, posteriormente, metalizadas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM 5400, Japão).

Após o teste flexural, alguns dos discos foram aleatoriamente escolhidos para avaliação da superfície da fratura em MEV e identificação da região correspondente à origem da falha.

### **Análise estatística**

Os dados de rugosidade final dos grupos experimentais foram comparados por teste Kruskal-Wallis e *post hoc* LSD ( $\alpha=0,05$ ), tendo-se em vista que apresentaram distribuição não normal ( $p<0,05$  para teste de Shapiro-Wilk) e heterogeneidade das variâncias ( $p<0,05$  para teste de Levene).

Coefficiente de Spearman ( $r_s$ ) foi usado para correlacionar resistência à fratura e número de fragmentos gerados, sendo a correlação considerada forte quando  $r_s>0,6$  [15].

Análise de Weibull [16, 17] foi empregada para comparar-se os grupos quanto à resistência flexural, através do parâmetro escalar  $\sigma_0$ , também denominado resistência característica, o qual representa a tensão em que a probabilidade de falha é de 63,2%. Ainda foi utilizada para determinar-se o parâmetro angular ou módulo de Weibull ( $m$ ), o qual fornece uma estimativa do grau de confiabilidade do material.

Os valores de módulo de Weibull e de resistência característica foram determinados por meio da Equação 6:

$$P_f = 1 - \exp[-(\sigma/\sigma_0)^m] \quad (6)$$

sendo  $P_f$  a probabilidade de fratura,  $\sigma$  a tensão de fratura,  $m$  o módulo de Weibull e  $\sigma_0$  a resistência característica.

A probabilidade de falha para cada valor de tensão ( $P_{f(\sigma_i)}$ ) foi calculada através da Equação 7:

$$P_{f\sigma_i} = (i - 0,5)/N \quad (7)$$

sendo que  $i$  a ordem de ranqueamento do valor de tensão e  $N$  o número de corpos de prova.

Os limites superior e inferior dos intervalos de confiança de 95% para a resistência característica e para o módulo de Weibull foram calculados por meio das Equações 8 e 9, e Equações 10 e 11, respectivamente, sendo  $t_u$ ,  $t_l$ ,  $l_u$  e  $l_l$  obtidos a partir de valores tabelados para

o número amostral e para o intervalo de confiança de 95% [18]. A sobreposição dos intervalos de confiança denota semelhança estatística entre os grupos.

$$\sigma_{0superior} = \sigma_0 \exp(-t_u/m) \quad (8)$$

$$\sigma_{0inferior} = \sigma_0 \exp(-t_l/m) \quad (9)$$

$$m_{superior} = m/l_u \quad (10)$$

$$m_{inferior} = m/l_l \quad (11)$$

Coeficiente de Spearman foi usado para estabelecer correlação entre ordem de usinagem e rugosidade superficial, sendo a correlação considerada forte quando  $r_s > 0,6$  [15].

Os valores de Ra e Rz obtidos para os diferentes pares de brocas foram comparados por meio de teste Kruskal-Wallis ( $\alpha=0,05$ ), pois os dados distribuíram-se de forma não normal ( $p < 0,05$  para teste de Shapiro-Wilk), com heterogeneidade das variâncias ( $p < 0,05$  para teste de Levene).

## RESULTADOS

### Efeitos dos tratamentos aplicados à cerâmica

O grupo U apresentou valores de rugosidade mais elevados e resistência característica significativamente inferior em relação ao grupo UP (tabela 1). Na figura 2 estão ilustradas as imagens em MEV da secção transversal de um disco usinado e de um disco polido.

O tratamento térmico não alterou os parâmetros de rugosidade. Entretanto, ocasionou redução significativa na resistência característica, como pode ser observado na comparação entre os grupos U vs UT, e UCA vs UTCA (tabela 1). Os gráficos de difração de raios-x indicaram que, após o tratamento térmico, houve aumento no conteúdo amorfo da superfície da cerâmica (figura 3), sem ocorrência de alteração expressiva na dimensão dos grãos de leucita, os quais variaram, no pico 004, de 54 nm para 51,8 nm, e, no pico 400, de 35,8 nm para 35,65 nm.

O condicionamento com ácido hidrófluídrico (UCA, UPCA e UTCA) produziu superfícies significativamente mais rugosas quando comparadas aos grupos correspondentes não condicionados (U, UP, UT), sem, no entanto, alterar os valores de  $\sigma_0$  (tabela 1).

Os grupos comportaram-se de forma similar quanto a dispersão dos dados de resistência, uma vez que não houve diferença significativa no módulo de Weibull (tabela 1).

Na figura 4 estão retratados os perfis de rugosidade de cada grupo experimental.

Análise dos discos fraturados em MEV mostrou que as falhas pareceram ter origem a partir da superfície dos discos (figura 5).

Correlação forte e significativa ( $p < 0,01$ ) foi encontrada entre tensão de fratura e número de fragmentos gerados ( $r_s = 0,86$ ). A mediana do número de fragmentos para os grupos de menor resistência, UT e UTCA, foi de 3 fragmentos, enquanto que para os grupos de maior resistência, UP e UPCA, foi de 5 fragmentos.

### Efeito da ordem de usinagem e do par de brocas utilizado na rugosidade inicial

Correlação forte e significativa ( $p < 0,01$ ) foi encontrada entre ordem de usinagem vs. Ra ( $r_{sRa} = -0,66$ ) e vs. Rz ( $r_{sRz} = -0,73$ ). Os valores de rugosidade para os diferentes pares de brocas, descritos na tabela 2, diferiram significativamente conforme o par de brocas utilizado ( $p < 0,05$ ).

## DISCUSSÃO

### Efeitos dos tratamentos aplicados à cerâmica

As imagens em MEV (figura 2) e os perfis de rugosidade (figura 4) dos discos com superfície usinada e polida mostraram que a usinagem introduziu defeitos na superfície da cerâmica, os quais foram removidos após o polimento. Como consequência, para um mesmo nível de probabilidade de falha (63,2%), o grupo U apresentou uma resistência significativamente inferior (128,2 MPa) quando comparado ao grupo UP (177,2 MPa). Portanto, a hipótese de que a usinagem reduziria a resistência flexural biaxial, quando comparada a corpos de prova totalmente polidos, foi aceita. Achados similares foram encontrados para a cerâmica policristalina Y-TZP, em que corpos de prova obtidos por usinagem de corte macio apresentaram resistência flexural uniaxial significativamente inferior a corpos de prova polidos [19].

Por meio do protocolo de polimento, com remoção de uma espessura de 80  $\mu\text{m}$  da superfície usinada, procurou-se garantir, com margem de segurança, que os defeitos oriundos da usinagem fossem removidos. Em estudo realizado por Kelly et al. (1991) [20], defeitos introduzidos pela usinagem em sistema CEREC® foram apontados como a origem da falha em cerâmicas submetidas a ensaio de flexão uniaxial. O dano residual superficial e a profundidade do sulco gerado pela usinagem pareceram ter definido o tamanho do defeito que originou a falha, o qual foi estimado em 9-15  $\mu\text{m}$  para a cerâmica vítrea e em 15-30  $\mu\text{m}$  para a cerâmica feldspática. Já Sindel et al. (1998) [21] aferiram em 60  $\mu\text{m}$  a extensão do dano ocasionado pela usinagem no sistema CEREC1® em uma cerâmica feldspática. Salienta-se que, no equipamento CEREC® utilizado nos trabalhos mencionados, a usinagem era realizada de forma mais robusta por meio de discos diamantados, os quais possibilitavam apenas a confecção de restaurações tipo *inlay* [22]. Em contrapartida, no sistema CEREC MC XL®, utilizado no presente estudo, a usinagem é realizada por brocas diamantadas específicas em diferentes configurações, o que permite o desenvolvimento de trabalhos protéticos com anatomia bastante complexa e, possivelmente, acarrete um menor dano na superfície da cerâmica.

Aponta-se para a necessidade de novos estudos, utilizando os sistemas de usinagem atualmente disponíveis no mercado, que avaliem o impacto da usinagem nas propriedades

mecânicas de cerâmicas com diferentes microestruturas e submetidas a técnicas de fresagem distintas (corte duro e corte macio).

O ciclo térmico empregado para realização do glazeamento reduziu significativamente a resistência da cerâmica. Alívio de tensões compressivas originadas pela usinagem [4,7], alterações na microestrutura do material, bem como o desenvolvimento de tensões residuais e microtrincas, decorrentes da diferença no coeficiente de expansão térmica dos cristais de leucita ( $\alpha_c$ ) e da matriz vítrea ( $\alpha_m$ ) [24, 25], são alguns dos eventos que podem ter colaborado para a diminuição da resistência.

Segundo Marshall et al. (1983) [4], a usinagem seria capaz de introduzir uma fina faixa de tensões compressivas na superfície da cerâmica, com efeito positivo sobre sua resistência. Giordano, Cima e Pober (1995) [7] observaram redução na resistência flexural de uma cerâmica feldspática convencional após tratamento térmico, fato atribuído ao alívio de tensões compressivas originadas pelo polimento. Dessa forma, o ciclo térmico de glazeamento poderia ter atuado no sentido de promover alívio de tensões compressivas decorrentes da usinagem, reduzindo a resistência da cerâmica. Salienta-se, contudo, que a análise de possível alívio de tensões após tratamento térmico não foi objeto de estudo do presente trabalho.

O gráfico de difração de raios-x (figura 3) apontou alteração na microestrutura da cerâmica após o ciclo térmico, indicando a presença de leucita tetragonal, em picos estreitos característicos de materiais cristalinos, mas também de um pico bastante largo, representativo de material com arranjo irregular de átomos, ou seja, amorfo [23]. Os cálculos do tamanho dos grãos de leucita não apontaram alterações expressivas na dimensão desse cristal para os picos mais intensos (004 e 400), indicando que, possivelmente, o material amorfo teve origem a partir da redução de tamanho de outras partículas presentes na cerâmica. Tais alterações na microestrutura do material podem ter repercutido de forma negativa sobre sua resistência.

Tensões residuais e desenvolvimento de microtrincas também podem ser esperadas em virtude da diferença no coeficiente de expansão térmica dos cristais de leucita ( $\alpha_c$ ) e da matriz vítrea ( $\alpha_m$ ), em que  $\alpha_c > \alpha_m$  [24, 25], com possível efeito negativo sobre a resistência da cerâmica.



A ausência de diferença significativa entre os valores de rugosidade dos grupos U e UT mostrou que o ciclo térmico de glazeamento não foi suficiente para cicatrizar irregularidades superficiais oriundas da usinagem. Esses dados estão em concordância com o trabalho de Addison et al. (2012) [8], em que a realização de tratamento com temperaturas muito próximas ao ponto de amolecimento do material, não alterou os valores de rugosidade de discos de cerâmica feldspática obtidos por usinagem em CEREC MC XL®.

Os interessantes resultados obtidos para o ciclo térmico de glazeamento assinalam a importância de se investigar a influência de diferentes protocolos de tratamento térmico, adotados na confecção das restaurações cerâmicas, sobre a microestrutura e a resistência à fratura desses materiais. Sugere-se atenção principalmente aos protocolos de taxa de resfriamento e abertura de forno utilizados nos ciclos de glazeamento, uma vez que esta etapa pode não constar nos ciclos de glazeamento fornecidos pelos fabricantes.

O protocolo de condicionamento adotado no presente estudo consistiu da aplicação de ácido hidrófluorídrico 10% por 60 segundos, diferentemente do que é preconizado pelo fabricante da cerâmica IPS Empress CAD®, o qual recomenda o uso do ácido na concentração de 5% [11]. Em estudo de Addison, Marquis e Fleming (2007) [10], o aumento na concentração do ácido de 5% para 10% não se traduziu em diferença significativa na resistência flexural de uma cerâmica feldspática, indicando que um efeito similar sobre a resistência da cerâmica pode ser esperado quando da aplicação de ácido hidrófluorídrico nas concentrações 5% e 10%.

A hipótese de que o condicionamento ácido reduziria a resistência da cerâmica foi rejeitada. Diferença significativa nos valores de Ra e Rz entre os grupos com e sem condicionamento (U vs UCA; UP vs UPCA; UT vs UTCA), e a análise dos perfis de rugosidade dos grupos UP e UPCA (figura 4), indicaram que o ácido hidrófluorídrico foi capaz de introduzir novas irregularidades na superfície da cerâmica sem, entretanto, afetar significativamente a resistência característica do material. Uma das possíveis explicações para esses resultados reside no fato do ácido hidrófluorídrico produzir superfícies com distribuição uniforme de defeitos, na forma de microporosidades [26], podendo também atuar no arredondamento da ponta de trincas, reduzindo, dessa forma, a concentração de tensões em torno dos defeitos [27]. De encontro aos achados de resistência, Addison, Marquis e Fleming (2007) [10]

observaram que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, realizado em diferentes concentrações (5, 10 e 20%) e tempos de aplicação (45, 60 e 180 segundos), reduziu significativamente a resistência, quando comparado a discos de cerâmica feldspática convencional sem tratamento, redução acompanhada por aumento no parâmetro de rugosidade Ra. Resultados semelhantes foram relatados para cerâmica vítrea reforçada por leucita e cerâmica de dissilicato de lítio, em que a resistência de discos condicionados com ácido hidrofúorídrico 9% por 2 minutos foi inferior a de discos apenas polidos [28].

O módulo de Weibull ( $m$ ) relaciona-se com a dispersão dos dados de resistência, refletindo a distribuição de defeitos na cerâmica [29]. Como o valor de  $m$  não diferiu significativamente entre os grupos, pode-se dizer que os diferentes tratamentos aplicados na cerâmica resultaram em distribuição similar de defeitos. Ao contrário do que seria esperado, o grupo UP apresentou o mais baixo valor de  $m$  (7,5). O fato do polimento ter sido realizado manualmente pode ter colaborado para esse resultado, uma vez que o procedimento manual não possibilita controle e padronização de carga e de velocidade. Além disso, apesar do cuidado adotado para padronizar o desgaste da superfície da cerâmica, algum dano residual da usinagem pode ter permanecido.

A forte correlação encontrada entre a tensão de fratura e o número de fragmentos gerados ( $r_s = 0,86$ ) está de acordo com a literatura, em que maiores valores de resistência são associados a maior energia de fratura e, portanto, maior número de fragmentos [30]. Esta forte correlação pode ser considerada um indicativo de que o teste flexural proporcionou sensibilidade adequada para a avaliação da resistência à fratura do material.

Nas imagens em MEV da superfície de fratura dos discos (figura 5) foi possível observar alguns aspectos característicos da falha em materiais cerâmicos, como a presença “*wake-hackles*”, apontando para origem da falha [30]. Tais imagens indicaram que a fratura da cerâmica iniciou a partir da superfície submetida a tensão de tração durante ensaio, sendo, portanto, mais um indício de confiabilidade do ensaio mecânico utilizado.

#### **Efeito da ordem de usinagem e do par de brocas utilizado na rugosidade inicial**

No presente trabalho, correlação forte e significativa foi estabelecida entre ordem de usinagem vs Ra ( $r_{Ra} = -0,66$ ) e vs Rz ( $r_{Rz} = -0,73$ ), sendo que, a medida que a ordem de

usinagem aumentou, os valores de rugosidade tenderam a diminuir. Tais achados foram contrários ao estudo de Addison et al. (2012) [8], em que seis pares de brocas foram empregados na confecção de discos de cerâmica feldspática por usinagem de corte duro em CEREC inLab MC XL®, e não foi encontrada correlação entre ordem de usinagem e rugosidade. Esta contradição entre os resultados encontrados por Addison et al. (2012) [8] e os do presente estudo, pode ser devido ao menor número de discos produzidos por broca no primeiro trabalho (n=14) em comparação à este (n=28).

Tendo-se em vista que houve correlação entre a ordem de usinagem e a rugosidade da superfície, o último par de brocas, com o qual foi obtido um menor número de discos (13), foi eliminado da análise de comparação de médias dos valores de Ra e Rz obtidos com os diferentes pares de brocas. Teste de Kruskal-Wallis apontou que a rugosidade pós usinagem variou de acordo com o par de broca utilizado (A-E). Tais achados estão de acordo com estudo de Addison et al. (2012) [8], os quais sugerem que diferenças na distribuição e orientação das partículas de diamante podem ser esperadas para brocas de mesma composição e geometria, influenciando não apenas na rugosidade, mas também na resistência da cerâmica usinada.

Frente ao efeito da ordem de usinagem e do par de brocas utilizado sobre a rugosidade superficial, sugere-se que o impacto dessas variáveis na resistência da cerâmica usinada seja investigado.

## CONCLUSÕES

Procedimentos que antecedem a cimentação de restaurações confeccionadas por CAD/CAM, a partir do corte duro de cerâmica vítrea reforçada por leucita, repercutem de forma diferente sobre a sua resistência, visto que: 1) a usinagem mostra-se capaz de induzir alterações na superfície da cerâmica, com efeito negativo na resistência do material; 2) o ciclo térmico de glazeamento tem potencial para alterar a microestrutura da cerâmica, por meio da formação de material amorfo, e reduzir sua resistência; 3) o condicionamento com ácido hidrófluídrico 10% por 60s, apesar que atuar na criação de defeitos superficiais, não interfere negativamente na resistência do material.

Além disso, a rugosidade pós-usinagem parece ser influenciada pela ordem de usinagem e pelo par de brocas empregado.

**REFERÊNCIAS**

1. Kelly JR, Giordano R, Pober R and Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont*, 1990; 3:430-440.
2. May LG, Kelly JR, Bottino MA and Hill T. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dent Mater*, 2012; 28:e99-e109.
3. Giordano R. Materials for chairside CAD/CAM-produced restorations. *JADA*, 2006; 137 (9 supplement):14S-21S.
4. Marshall DB, Evans AG, Khuri Yakub BT, Tien JW and Kino GS. The nature of machining damage in brittle materials. *Proc R Soc Lond A*, 1983; 385:461-475.
5. Zhang GM, Satish KG and Ko WK. The mechanics of material removal mechanisms in machining ceramics. Technical Report TR 94-22r1. Institute for Systems Research (NIST), Maryland; 1994.
6. Denry I. How and when does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? *Dent Mater*, 2013; 29:85-96.
7. Giordano R, Cima M and Pober R. Effect of surface finish on the flexural strength of feldspathic and aluminous dental ceramics. *Int J Prosthodont*, 1995; 8:311-319.
8. Addison O, Cao X, Sunnar P and Fleming GJP. Machining variability impacts on the strength of a 'chair-side' CAD-CAM ceramic. *Dent Mater*, 2012; 28:880-887.
9. Fischer H, Hemelik M, Telle R and Marx R. Influence of annealing temperature on the strength of dental glass ceramic materials. *Dent Mater*, 2005; 21:671-677.
10. Addison O, Marquis PM and Fleming GJP. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater*, 2007; 23:461-468.
11. Ivoclar Vivadent. IPS Empress® CAD: instructions for use labside. 2006.
12. ISO 4287: Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface Texture: Profile Method, Terms, Definitions and Surface Texture Parameters. Geneva: International Organization for Standardization; 1997.
13. Cullity BD. Elements of x-ray diffraction. 2. ed. Addison-Wesley Publishing Company; 1978.

14. ISO 6872, Dentistry – Ceramic Materials. 3<sup>rd</sup> ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008.
15. Crespo AA. Estatística fácil. 15.ed. São Paulo:Saraiva; 1997.
16. Weibull W. A statistical theory of the strength of materials. Swed Inst Eng Res,1939; 151:1-45
17. Weibull W. A statistical distribution of wide applicability. J Appl Mechan, 1951;18:293-297.
18. ENV 843-5. Advanced technical ceramics – monolithic ceramics – mechanical tests at room temperature – Part 5: Statistical analysis. European Standards, 1996.
19. Wang H, Aboushelib MN and Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. Dent Mater, 2008; 24:633-638.
20. Kelly JR, Lüthy H, Gougoulakis A, Pober RL and Mörmann WR. Machining effects on feldspathic porcelain and glass ceramic: fractographic analysis. In: International Symposium on Computer Restorations (Switzerland). Editor: Mörmann WH. Quintessence Publishing: Berlin, 1991; 253-273.
21. Sindel J, Petschelt A, Grellner F, Dierken C and Greil P. Evaluation of subsurface damage in CAD/CAM machined dental ceramics. J Mater Sci Mater Med, 1998; 9: 291-295.
22. Mörmann W. The evolution of the CEREC system. JADA, 2006; 137: 7S-13S.
23. Guinier A. X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals and amorphous bodies. Dover (ed); 1994.
24. Mackert JR, Rueggeberg FA, Lockwood PE, Evans AL and Thompson WO. Isothermal anneal effect on microcrack density around leucite particles in dental porcelain. J Dent Res, 1994;73:1221-1227.
25. Serbena FC and Zanotto ED. Internal residual stresses in glass-ceramics: a review. J Non-Crystalline Solids, 2012; 358: 975-984.
26. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthodont, 2002; 15:159-167.
27. Kobayashi K. Crystallized fused SiO<sub>2</sub> glass strength improvement by etching. Phys Chem Glasses, 1962; 3:7-27 apud: Addison O, Marquis PM and Fleming GJP. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. Dent Mater, 2007; 23:461-468.

28. Hooshmand T, Parvizi S and Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. *J Prosthodont*, 2008; 17:415-419.
29. Quinn JB and Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*, 2010; 26: 135-147.
30. Quinn GD. A NIST recommended practice guide. *Fractography of ceramics and glasses*. Washington, DC: National Institute of Standards and Technology; 2007.

Tabela 1 – Média e desvio padrão dos valores de rugosidade (Ra e Rz), resistência característica e módulo de Weibull para os grupos experimentais. Letras iguais denotam semelhança estatística para os dados de rugosidade em teste Kruskal-Wallis e *post hoc* LSD ( $p < 0,05$ ), e para os valores de resistência característica ( $\sigma_0$ ) e módulo de Weibull ( $m$ ), com indicação de sobreposição dos intervalos de confiança (IC).

	Grupos					
	U	UT	UCA	UTCA	UP	UPCA
Ra - $\mu\text{m}$	1,37 <sup>a</sup> (0,18)	1,29 <sup>a</sup> (0,27)	1,67 <sup>b</sup> (0,20)	1,75 <sup>b</sup> (0,30)	0,04 <sup>c</sup> (0,01)	0,61 <sup>d</sup> (0,06)
Rz - $\mu\text{m}$	8,80 <sup>e</sup> (1,22)	8,32 <sup>e</sup> (1,74)	10,99 <sup>f</sup> (1,32)	11,67 <sup>f</sup> (1,74)	0,30 <sup>g</sup> (0,06)	4,65 <sup>h</sup> (0,47)
$\sigma_0$ - MPa (IC = 95%)	128,2 <sup>A</sup> 122,2-134,4	109,3 <sup>B,C</sup> 104,6-114,2	123,3 <sup>A</sup> 117,7-129,0	110,1 <sup>C</sup> 105,9-114,5	177,2 <sup>D</sup> 166,0-189,0	169,1 <sup>D</sup> 161,6-176,8
$m$ (IC = 95%)	10,3 <sup>E</sup> 6,8-13,5	11,1 <sup>E</sup> 7,4-14,6	10,7 <sup>E</sup> 7,1-14,0	12,6 <sup>E</sup> 8,4-16,6	7,5 <sup>E</sup> 5,0-9,9	10,9 <sup>E</sup> 7,3-14,4



Tabela 2 – Média e desvio padrão dos valores rugosidade (Ra e Rz) para os diferentes pares de brocas.

	Broca					
	A	B	C	D	E	F
Ra ( $\mu\text{m}$ )	1,31 (0,11)	1,46 (0,16)	1,20 (0,25)	1,38 (0,14)	1,46 (0,28)	1,55 (0,16)
Rz ( $\mu\text{m}$ )	8,39 (0,75)	9,33 (1,16)	7,71 (1,77)	8,89 (0,83)	9,31 (1,60)	10,23 (0,99)

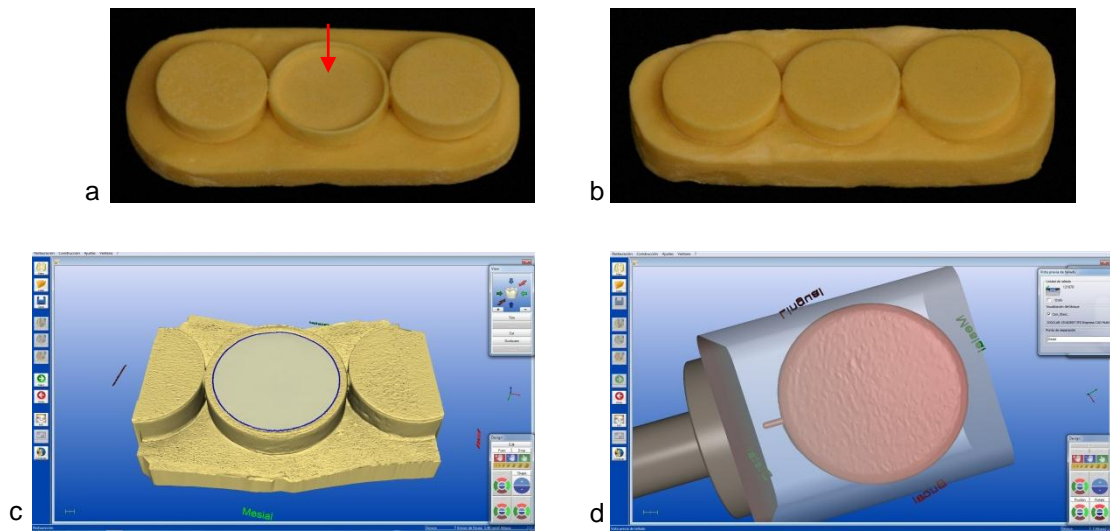


Figura 1 – (a) Modelo de preparo, formado ao centro por padrão de gesso simulando coroa com preparo interno circular, indicado pela seta; (b) modelo de referência, formado por padrões circulares de superfície plana e geometria simplificada; (c) interface do programa CAD CEREC inLab 3D®, em que foi possível desenvolver uma restauração no formato de disco, ocupando a cavidade presente no modelo de preparo; (d) imagem do disco inserido no bloco cerâmico, pronto para a usinagem.

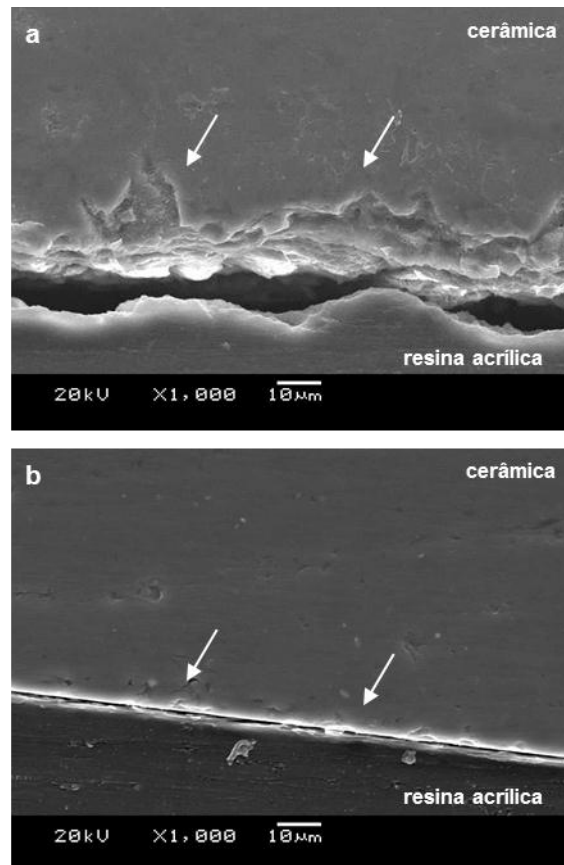


Figura 2 – Imagem em MEV da secção transversal de um disco (a) usinado, mostrando os defeitos criados pela usinagem; (b) usinado e posteriormente polido, em que é possível observar uma maior lisura superficial.

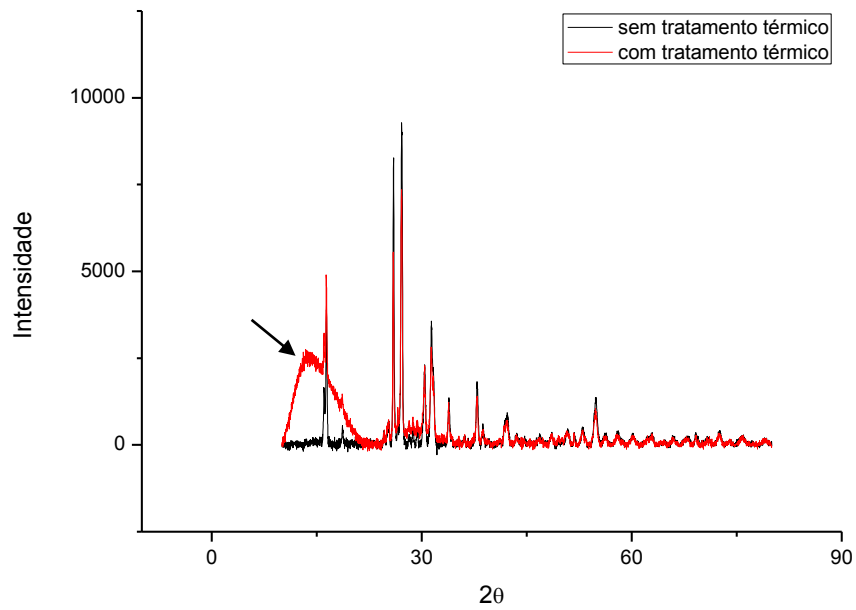


Figura 3 – Gráfico de difração de raios-x: antes do tratamento térmico observa-se a presença de leucita tetragonal em picos estreitos característicos de material cristalino; após o tratamento térmico, além de leucita tetragonal, tem-se a presença de um pico bastante largo, característico de material amorfo (seta).

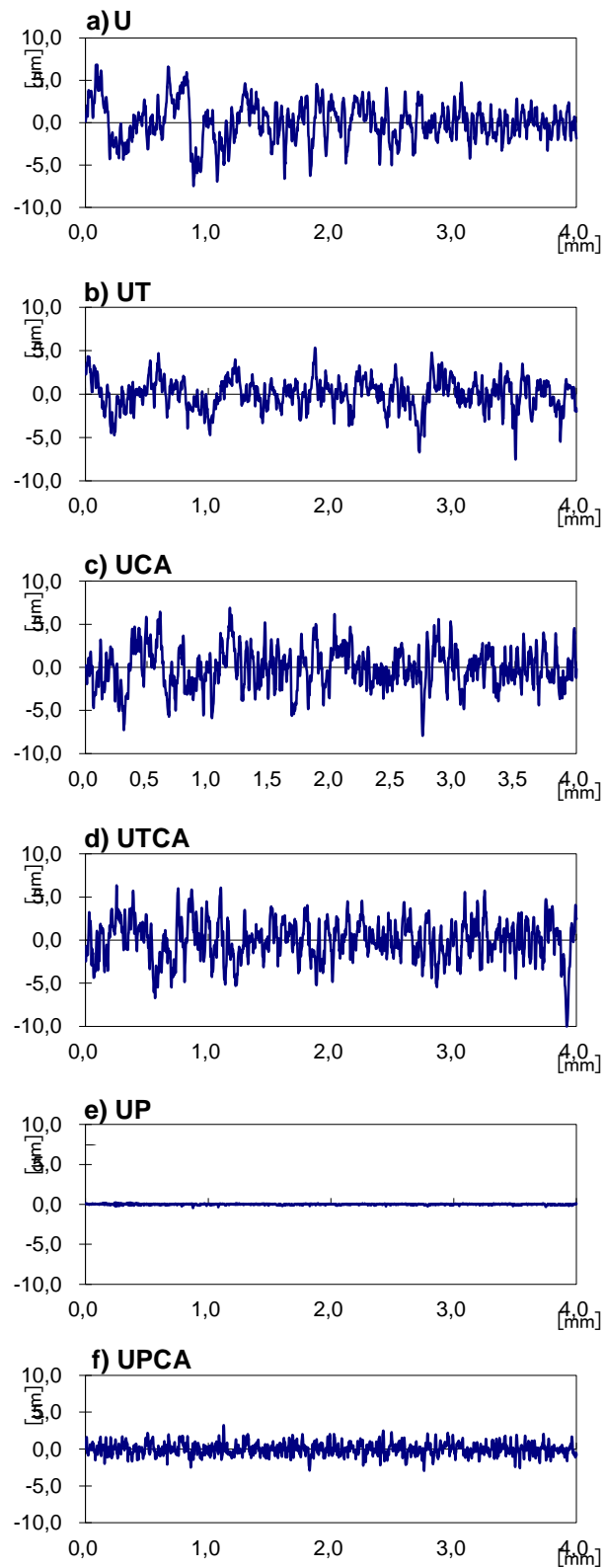


Figura 4 – Perfil de rugosidade gerado pelos diferentes tratamentos: (a) U; (b) UT; (c) UCA; (d) UTCA; (e) UP; (f) UPCA

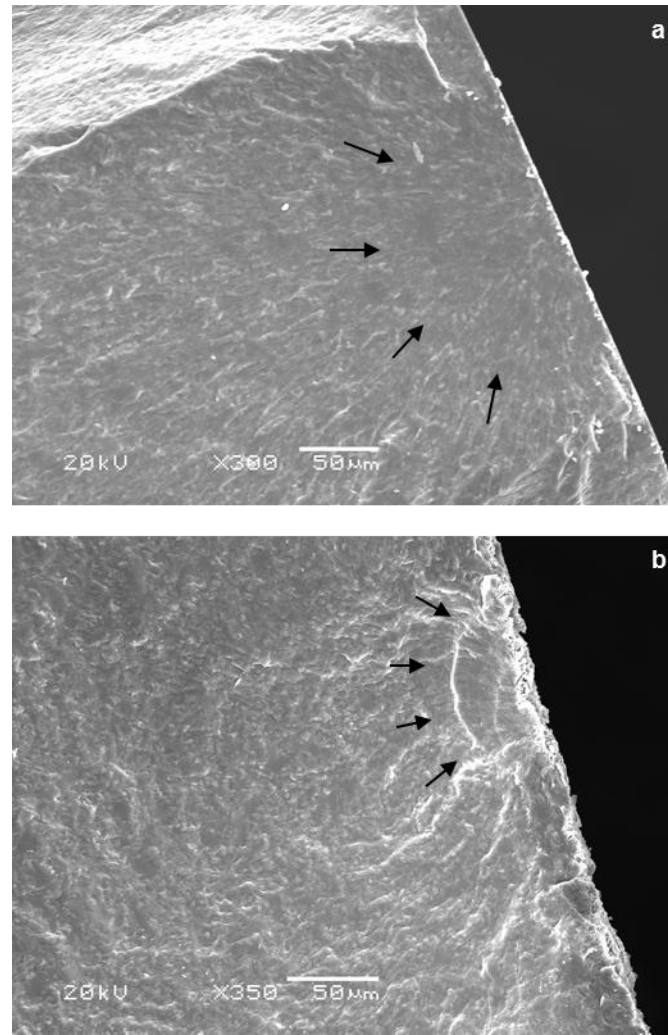


Figura 5 – Imagens em MEV da superfície de fratura em que é possível observar a presença de “wake-hackles” apontando para o origem da falha na superfície de um disco do grupo UP (a) e de um disco do grupo UTCA (b).

## 4 CONCLUSÃO

Os procedimentos que antecedem a cimentação de restaurações de cerâmica vítrea reforçada por leucita para CAD/CAM repercutem de forma diferente sobre a rugosidade superficial e a resistência do material. A usinagem de corte duro mostra-se capaz de introduzir defeitos na superfície da cerâmica, com efeito negativo sobre sua resistência. O ciclo térmico de glazeamento não altera a rugosidade superficial da cerâmica, mas contribui para a formação de material amorfo e para a redução da resistência dos corpos de prova. Já o condicionamento ácido, apesar de criar irregularidades superficiais, aumentando significativamente a rugosidade, não compromete a resistência do material.

No que diz respeito ao efeito de variáveis relacionadas à usinagem na rugosidade, variabilidade dos dados de rugosidade pode ser esperada após usinagem, uma vez que os valores de Ra e Rz parecem ser influenciados pela ordem de usinagem e pelo par de brocas utilizado.

## REFERÊNCIAS

ADDISON, O. et al. Machining variability impacts on the strength of a 'chair-side' CAD-CAM ceramic. **Dental Materials**, v.28, n.8, p.880-7, 2012.

ADDISON, O.; MARQUIS, P.M.; FLEMING, G.J. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. **Dental Materials**, v.23, n.4, p.461-8, 2007.

BAN, S.; ANUSAVICE, K.J. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. **Journal of Dental Research**, v.69, n.12, p.1791-9, 1990.

BERENBAUM, R.; BRODIE, I. Measurement of the tensile strength of brittle materials. *British Journal of Applied Physics*, v.10, n.6, p.281-7, 1959.

BEUER, F.; SCHWEIGER, J.; EDELHOFF, D. Digital dentistry: an overview of recent developments for CAD/CAM generated restorations. **British Dental Journal**, v.204, n.9, p.505-11, 2008.

BOTTINO, M.A.; VALANDRO, L.F. Cimentação adesiva de restaurações cerâmicas. In: BOTTINO, M.A.; FARIA, R.; VALANDRO, L.F. **Percepção: estética em próteses livres de metal em dentes naturais e implantes**. Artes Médicas, 2009. cap.7, p.470-539.

CAMARGO, R. **Rugosidade Superficial nas Operações de Torneamento**. Santa Bárbara d'Oeste, Centro SENAI – Fundação Romi Formação de Formadores, 2002 apud: MACHADO, A. Avaliação da rugosidade em superfícies complexas. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Sociedade Educacional de Santa Catarina – Instituto Superior Tupy, Joinville, 2009.

CESAR, P.F. et al. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. **Journal of Dentistry**, v.33, n.9, p.721-9, 2005.

CRESPO, A.A. **Estatística fácil**. 15.ed. São Paulo:Saraiva, 1997.

CULLITY, B.D. **Elements of x-ray diffraction**. 2. ed. Addison-Wesley Publishing Company, 1978.



DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. **The International Journal of Prosthodontics**, v.15, n.2, p.159-67, 2002.

DENRY, I. How and does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? **Dental Materials**, v.29, n.1, p.85-96, 2013.

DENRY, I.L.; HOLLOWAY, J.A.; TARR, L.A. Effect of heat treatment on microcrack healing behavior of a machinable dental ceramic. **Journal of Biomedical Material Research**, v.48, n.6, p.791-6, 1999.

ENV 843-5. **Advanced technical ceramics – monolithic ceramics – mechanical tests at room temperature** – Part 5: Statistical analysis. European Standards, 1996.

FAIRHURST, C.W. et al. The effect of glaze on porcelain strength. **Dental Materials**, v.8, n.3, p.203-7, 1992.

FILSER, F.T. **Direct ceramic machining of ceramic dental restorations**. 2001. Dissertation (Doctor of Technical Science) – Swiss Federal Institute of Technology Zurich, Alemanha, 2001.

FISCHER, H. et al. Influence of annealing temperature on the strength of dental glass ceramic materials. **Dental Materials**, v.21, n.7, p.671-7, 2005.

FISCHER, H.; SCHÄFER, M.; MARX, R. Effect of surface roughness on flexural strength of veneer ceramics. **Journal of Dental Research**, v.82, n.12, 2003.

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. **Operative Dentistry**, p.37-4, 2012.

GIORDANO, R. Materials for chairside CAD/CAM-produced restorations. **JADA**, v.137, n.9, p.14S-21S, 2006.

GIORDANO, R.; CIMA, M.; POBER, R. Effect of surface finish on the flexural strength of feldspathic and aluminous dental ceramics. **The International Journal of Prosthodontics**, v.8, n.4, p.311-9, 1995.

GRIGGS, J.A.; THOMPSON, J.K.; ANUSAVICE, K.J. Effects of flaw size and auto-glaze treatment on porcelain strength. **Journal of Dental Research**, v.75, n.6, p.1414-7, 1996.

GUINIER, A. **X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals and amorphous bodies**. Dover, 1994.

HONDRUM, S.O. A review of the strength properties of dental ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.67, n.6, p.859-65, 1992.

HOOSHMAND, T.; PARVIZI, S.; KESHVAD, A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. **Journal of Prosthodontics**, v.17, n.5, p.415-9, 2008.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 4287: **Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface Texture: Profile Method, Terms, Definitions and Surface Texture Parameters**. Geneva: The Organization, 1997.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 6872: **Dental Ceramics**, Geneva: The Organization, 3 ed., 2008.

IVOCLAR VIVADENT. IPS Empress® CAD: Instructions for use labside, 2006. (pdf file) [homepage na internet]. Disponível em: <[www.ivoclarvivadent.com/en/products/all-ceramics/ips-empress-system-technicians/ips-empress-cad](http://www.ivoclarvivadent.com/en/products/all-ceramics/ips-empress-system-technicians/ips-empress-cad)>. Acesso em: 27 de outubro de 2012.

JAGER, N; FEILZER, A.J.; DAVIDSON, C.L. The influence of surface roughness on porcelain strength. **Dental Materials**, v.16, n.6, p.381-8, 2000.

JEONG, S.M.; PARK, S.E.; LEE, H.L. Fracture behavior of alumina ceramics by biaxial ball-on-3-ball test. **Journal of the European Ceramic Society**, v.22, n.7, p.1129-35, 2002.

KELLY, J.R. Dental ceramics: what is this stuff anyway? **JADA**, v.139, n.4, p.4S-7S, 2008.

KELLY, J.R. Dental ceramics: current thinking and trends. **The Dental Clinics of North America**, v.48, n.2, p.513-30, 2004.

KELLY, J.R. et al. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. **The International Journal of Prosthodontics**, v.3, n.5, p.430-40, 1990.

KELLY, J.R. et al. Machining effects on feldspathic porcelain and glass ceramic: fractographic analysis. In: **International Symposium on Computer Restorations** (Switzerland). Editor: Mörmann WH. Quintessence Publishing: Berlim, 1991, 253-73.

KELLY, J.R. Perspectives on strength. **Dental Materials**, v.11, n.2, p.103-10, 1995.

KELLY, J.R.; NISHIMURA, I.; CAMPBELL, S.D. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.75, n.1, p.18-32, 1996.

KOBAYASHI, K. Crystallized fused SiO<sub>2</sub> glass strength improvement by etching. **Physics and Chemistry of Glasses**, v.3, p. 7-27, 1962 apud ADDISON, O.; MARQUIS, P.M.; FLEMING, G.J. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. **Dental Materials**, v.23, n.4, p.461-8, 2007

MACHADO, A. **Avaliação da rugosidade em superfícies complexas**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Sociedade Educacional de Santa Catarina – Instituto Superior Tupy, Joinville, 2009.

MACKERT, J.R. et al. Isothermal anneal effect on microcrack density around leucite particles in dental porcelain. **Journal of Dental Research**, v.73, n.6, p.1221-7, 1994.

MACKERT, J.R.; BUTTS, M.B.; FAIRHURST, C.W. The effect of the leucite transformation on dental porcelain expansion. **Dental Materials**, v.2, n.1, p.32-6, 1986.

MARSHALL, D.B. et al. The nature of machining damage in brittle materials. **Proceedings the Royal of Society A**, v.385, n.1789, p.461-75, 1983.

MAY, L.G. et al. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. **Dental Materials**, v.28, n.8, p.e99-e109, 2012.

MIKESKA, K.R.; BENNISON, S.J.; GRISE, S.L. Corrosion of ceramic in aqueous hydrofluoric acid. **Journal of the American Ceramic Society**, v.83, n.5, p.1160-64, 2000.

MÖRMANN, W.H. The evolution of the CEREC system. **JADA**, v.137, n.9, p.7S-13S, 2006.

MOTRO, P.F.K.; KURSOGLU, P.; KAZAZOGLU, E. Effects of different surface treatments on stain ability of ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.108, n.4, p.231-7, 2012.

POSRITONG, S. **Effect of hydrofluoric acid etching followed by infilled resin application on the biaxial flexural strength of a glass-based ceramic**. 2012. Dissertation (Master of Science in Dentistry) – Indiana University School of Dentistry, Indiana, 2012.

QUINN, J.B.; QUINN, G.D. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. **Dental Materials**, v.26, n.2, p.135-47, 2010.

QUINN, G.D. **Fractography of ceramics and glasses**. Washington: National Institute of Standards and Technology, 2007.

SADIGHPOUR, L.; GERAMIPANAH, F.; RAEESI, B. In vitro mechanical tests for modern dental ceramics. **Journal of Dentistry**, v.3, n.3, p.143-52, 2006.

SERBENA, F.C.; ZANOTTO, E.D. Internal residual stresses in glass-ceramics: a review. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v.358, n. 6-7, p.975-84, 2012.

SILVA, L.J.V. **Produção e caracterização de filmes finos de ZnO**. 2010. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2010.

SINDEL, J. et al. Evaluation of subsurface damage in CAD/CAM machined dental ceramics. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v.9, n.5, p.291-5, 1998.

WANG, H.; ABOUSHELIB, M.N.; FEILZER, A.J. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. **Dental Materials**, v.24, n.5, p.633-8, 2008.

WANG, H.; XIONG, F.; ZHENHUA, L. Influence of varied surface texture of dentin porcelain on optical properties of porcelain specimens. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.105, n.4, p.242-8, 2011.

WEIBULL, W. A statistical distribution function of wide applicability. **Journal of Applied Mechanics**, v.18, p.293-7, 1951.

WEIBULL, W. A statistical theory of the strength of materials. **Swedish Institute for Engineering Research**, v.151, p.1-45, 1939.

WENNERBERG, A.; ALBREKTSSON, T. Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. **The International Journal of Oral & Maxillofacial Implants**, v.15, n.3, p.331-44, 2000.

WHITEHOUSE, D. **Surfaces and their measurement**. London: Hermes Penton Science, 2002.

YEN, T.W.; BLACKMAN, R.B.; BAEZ, R.J. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and castable glass ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.70, n.3, p.224-33, 1993.

YILMAZ, K.; ÖZKAN, P. The methods for the generation of smoothness in dental ceramics. **Compendium of Continuing Education in Dentistry**, v.31, n.1, p.30-41, 2010.

ZHANG, G.M.; SATISH, K.G.; KO, W.F. The mechanics of material removal mechanisms in the machining of ceramics. Technical Report TR 94-22r1. **Institute for Systems Research (NIST)**, Maryland; 1994.

## ANEXO A – Normas para publicação no periódico *Dental Materials*

### Guide for Authors

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for *Dental Materials*. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/dema>.

*Dental Materials* now only accepts online submissions.

The Artwork Quality Control Tool is now available to users of the online submission system. To help authors submit high-quality artwork early in the process, this tool checks the submitted artwork and other file types against the artwork requirements outlined in the Artwork Instructions to Authors on [www.elsevier.com/artworkinstructions](http://www.elsevier.com/artworkinstructions). The Artwork Quality Control Tool automatically checks all artwork files when they are first uploaded. Each figure/file is checked only once, so further along in the process only new uploaded files will be checked.

### Manuscripts

The journal is principally for publication of Original Research Reports, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables.

Systematic Reviews will however be considered. Intending authors should communicate with the Editor beforehand, by email, outlining the proposed scope of the review. Maximum length 10 journal pages (approximately 33 double-spaced typescript pages) including figures and tables.

Three copies of the manuscript should be submitted: each accompanied by a set of illustrations. The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals", *Annals of Internal Medicine*, 1997,126, 36-47. All manuscripts must be written in American English. Authors are urged to write as concisely as possible.

The Editor and Publisher reserve the right to make minimal literary corrections for the sake of clarity. Authors for whom English is not the first language should have their manuscripts read by colleagues fluent in English. If extensive English corrections are needed, authors may be charged for the cost of editing. For additional reference, consult issues of *Dental Materials* published after January 1999 or the Council of Biology Editors Style Manual (1995 ed.).

All manuscripts should be accompanied by a letter of transmittal, signed by each author, and stating that the manuscript is not concurrently under consideration for publication in another journal, that all of the named authors were involved in the work leading to the publication of the paper, and that all the named authors have read the paper before it is submitted for publication.

Always keep a backup copy of the electronic file for reference and safety.

Manuscripts not conforming to the journal style will be returned. In addition, manuscripts which are not written in fluent English will be rejected automatically without refereeing.

### Format

#### General

- number all pages consecutively.
- type double-spaced on A4 or 8.5 x 11-inch bond paper, with margins of 30 mm.
- double-space references.
- indent or space paragraphs.
- arrange article in the following order: Title, Abstract, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusion, Acknowledgements, References, Tables, Figures, Captions.
- start each section on a separate page.

#### Title page

- Title (capitalize the first letter of the first word) e.g. Comparison of the color stability of ten new composites.
- Authors (first name, middle initial, surname) e.g. Kenneth J. Anusavice 1, Victoria Marker 2
- Authors' addresses (abbreviated) e.g.
  - 1 Department of Biomaterials, University of Florida, Gainesville, Florida, USA
  - 2 Department of Biomaterials Science, Baylor College of Dentistry, Dallas, Texas, USA
- Short Title (45 characters) e.g. Color stability of composites
- Corresponding Author details (essential): Name, complete address, phone, fax, and E-mail numbers

**Abstract (structured format)**

- 250 words or less.
- subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

**Keywords**

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

**Introduction**

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

**Materials and methods**

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g.

"The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."

"... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."

- specify statistical significance test methods.

**Results**

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

**Discussion**

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.
- suggest directions for future research.

**Conclusion (if included)**

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

**Acknowledgements**

As appropriate, e.g.:

"Based on a thesis submitted to the graduate faculty, University of Virginia, in partial fulfilment of the requirements for the M.S. degree."

"This investigation was supported in part by Research Grant DE 00000 from the National Institute of Dental Research, Bethesda, MD 20892."

**References** - must now be given according to the following numeric system:

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-spaced, without indents. For example:

1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. *J Dent*, 1999; 27:79-87.

2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1989; 5:157-160.

Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows:

3. Demarest VA and Greener EH. Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. *J Dent Res*, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

**Tables and figures**

All tables and figures must be thoroughly discussed in the text of the manuscript.

**Tables**

- one table to a page, each with a title.
- number tables in order of mention using Arabic numerals.
- must be able to "stand alone" apart from text.
- when appropriate, standard deviations of values should be indicated in parentheses; (do NOT use  $\pm$  notation).

- results of statistical analysis must be included, use superscript letters to indicate significant differences.
- for explanatory footnotes, use symbols (\*, #, \*\*, ##).

### **Figures**

- Do not import the figures into the text file but, instead, indicate their approximate locations directly in the electronic text. Images to be supplied separately in jpg, gif or other graphics file.
- only black and white photographs for print publication.
- omit titles and other information contained in the figure caption.
- maximum of 6 figures per manuscript.
- figures grouped together should have similar dimensions and be labelled "a, b, c", etc.
- place magnification markers directly on the micrographs.
- authors should consider that the majority of figures will be reduced to the width of a single column (approximately 85 mm). Preferably figures should exactly match, or be no more than 1.5 times that width.
- authors can indicate if they feel a figure should be full page width.

Dental Materials has been selected for inclusion in a new 'colourful e-products' workflow. Figures that appear in black and white in the printed version of the journal can be IN COLOUR, online, in ScienceDirect. Authors wishing to make use of this facility should ensure that 1. the artwork is in an acceptable format (TIFF, EPS or MS Office files) and at the correct resolution 2. RGB colourspace is used and 3. for colour online and black and white in print, both colour and black and white artwork (file and/or hardcopy) is provided. There will be no charges to the authors for colour figures online.

### **Graphs**

- unique, concise axis labels; do not repeat the Figure caption.
- uniform size for graphs of similar type.
- type size that will be easily read when the graph is reduced to one column width.
- lines that are thick and solid (100% black).

### **Captions to tables and figures**

- list together on a separate page.
- should be complete and understandable apart from the text.
- include key for symbols or abbreviations used in Figures.
- individual teeth should be identified using the FDI two-digit system.

### **General Notes on Text**

Abbreviations and acronyms: terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

#### **Correct Usage**

- use S.I. units (International System of Units). If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.
- use correct symbols for &mgr;, L (as in &mgr;m, mL, etc.)
- put leading zeros in all numbers less than 1.0
- write out number of ten or fewer (ten rats) except when indicating inanimate quantities (10 mL)
- always use digits for dates, dimensions, degrees, doses, time, percentages, ratios, statistical results, measurements, culture cells, and teeth.
- the complete names of individual teeth must be given in the text.

### **General Policy**

- receipt of manuscripts will be acknowledged.
- after initial review, authors will be notified of status.
- every effort is made to obtain timely reviews; please remember that the referees and the editor are volunteers.
- a list of revisions and responses to reviewers' critiques must accompany resubmitted revised manuscripts.

On Submission: Agreement, by the act of ticking a box, to the statement, "This paper has been compiled with the knowledge, input and approval of all the named authors."

On acceptance, authors will be required to sign a transfer of copyright agreement. If figures, tables, or other excerpts, are included from copyrighted works the author is responsible for obtaining written permission from the copyright holder prior to submitting the final version of the paper. Full credit must be given to such sources.

Offprints and page charges: no page charges are levied on articles published in Dental Materials. Each corresponding author receives 25 offprints of their article free of charge after it has been published; they will also have the opportunity to order additional copies.



**Submission Package Checklist:**

- letter of transmittal signed by all authors.
- One electronic copy of the manuscript.
- One electronic copy of each image and table, all labelled.

For further guidance on electronic submission, please contact Author Services, Log-In Department, Elsevier Ltd, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK. E-mail: [authors@elsevier.co.uk](mailto:authors@elsevier.co.uk), fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.