

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

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA
RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA
VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Iana Lamadrid Aurélio

**Santa Maria, RS, Brasil
2014**

EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA

Iana Lamadrid Aurélio

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

2014

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

Lamadrid Aurélio, Iana
EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA FLEXURAL
DE UMA VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA / Iana
Lamadrid Aurélio.-2014.
75 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, 2014

1. Cerâmica Vítrea 2. CAD/CAM 3. Tratamento Térmico 4.
Resistência Flexural I. Gressler May, Liliana II. Título.

© 2014

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

Endereço: Rua Doutor Alberto Pasqualini, 34/72 RS, 97015-010

Fone (0xx) 55 9917 3231; End. Eletr: lamadridiana@hotmail.com

**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 DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA
FLEXURAL DE UMA VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA**
elaborada por
Iana Lamadrid Aurélio

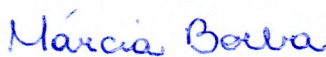
como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Ciências Odontológicas

COMISSÃO EXAMINADORA:



Liliana Gressler May, Dra.

(Presidente/Orientadora)



Márcia Borba, Dra. (UPF)



Leticia Borges Jacques, Dra. (UFSM)

Santa Maria, 6 de junho de 2014.

DEDICATÓRIA

*Com carinho,
aos meus pais, João Luiz e Helenara, à minha avó, Sonia,
e à professora Liliana.*

AGRADECIMENTOS

À Deus e à todos os espíritos de luz que me amparam sempre, que permitiram à mim e à minha família alcançarmos mais essa vitória.

Aos meus pais, João Luiz e Helenara, que em todos os momentos apoiaram as minhas escolhas. Amo vocês. Pai, obrigado pelo homem determinado, trabalhador e honesto que és, me serves de constante exemplo. Obrigado por me ajudar a alcançar meus objetivos, por me dar uma vida extremamente confortável, bem diferente da que tu tivestes quando jovem e enquanto buscava a tua formação. Obrigado, até mesmo, pelos dias de conflito. Eles me ensinaram a ser mais tolerante e a entender teu jeito “teimoso” de amar, e hoje, sei que eu te quero ao meu lado, do jeitinho que tu és, nessa e em muitas outras caminhadas. Mãe...difícil escrever palavras que estejam a altura de um ser da tua dimensão! É um privilégio ser tua filha, talvez, o melhor presente que me reservaram lá de cima...contigo tenho lições diárias de amor ao próximo, de “fazer o bem sem olhar a quem” e, principalmente, de sabedoria. Uma sabedoria gigantesca, de alguém que traz muitas cicatrizes físicas, que convive com a dor e simplesmente aceita, sem questionar, sempre com muita resignação. E que também não se acomoda e nem se vale das limitações impostas pelas doenças mundanas, para viver uma vida infeliz. Muito pelo contrário...Mãe, tu és fonte de alegria, com teus “dialeto” engraçados que acabam por contagiar todo mundo, com os apelidos sem lógica que tu inventas e por permitir que a gente sempre te associe aos acontecimentos hilários das viagens que fizemos. Obrigado, por ser meu abrigo, por ser minha grande amiga e por sempre, mas sempre mesmo, ter a palavra certa em todos os momentos, até mesmo naqueles eu que eu não quis te ouvir. E, mais uma coisa...aguenta firme...segura esses “nervos” que ainda tem o doutorado, se Deus quiser!

À minha avó, Sonia, que amo infinitamente, que abdicou da própria vida desde o dia 27 de março de 1987, para se tornar minha outra mãe, minha companheira e maior incentivadora. Que merece um diploma de Dentista e até mesmo um de Mestre. Obrigado vó, pelas tardes que dividimos juntas, lixando infinitos espécimes e que acabávamos cheias de “band-aids” nos dedos. Por ser minha plateia, quando eu te “dava aula” sobre alguma coisa que com certeza não devia ser tão divertido quanto teus programas de culinária ou tuas palavras cruzadas. E no quesito culinária, obrigado por me dar respaldo em todas as minhas aventuras na cozinha. Obrigado vó, pelos teus 87 anos com disposição de 15, por fazer tudo para me agradar e por ser referência para todos os que me rodeiam. Não há amigo, conhecido, vizinho, que não me pergunte: “E a Dona Sonia?”, ou que me diga: “Tua vó é uma figura, tá uma guria ainda”. Obrigado por ter repassado à minha mãe e à mim o amor pela docência e por ter sido (o que não deve ter sido fácil antigamente) e ainda ser uma grande mulher. Obrigado por transformar os meus pedidos em teus. Pobre Nossa Senhora, teve muito trabalho nesses dois anos.

Ao meu “pedacinho do céu”, Rodrigo, que apareceu na minha vida em pleno dia de finados, mas trouxe a ela mais vida ainda. Por, inúmeras vezes, me escutar, me amparar, e muitas vezes apenas com o olhar, de um jeito que só tu sabes, me devolver a paz. Por confiar em mim, por me valorizar, por fazer me sentir “uma gata” mesmo quando estou “acabada” e com olheiras mais profundas que o Grand Canyon. Por dar risada das minhas besteiras, por aceitar esse meu jeito “elétrica” de ser. Obrigado, meu amor, por despertar em mim a vontade de me tornar uma pessoa melhor, por me fazer sentir que vale à pena, por dividir comigo os mesmos sonhos, os mesmos ideais, por fazer da minha, a tua felicidade. Que Deus permita, que independente de qualquer coisa (isso não te isenta de me pedir em casamento até os 30 anos!), eu possa continuar a ter o privilégio de te ter por perto. Tu só veio a somar, com essa tua alma iluminada e com esse coração imenso. “Novinho” tu é o cara! Te amo.

Ao meu avô, “Xixito” que está sempre comigo e que deixou apenas lembranças carinhosas. Por ser e ter sido uma neta muito amada. Um dia a gente se vê...preciso cobrar meu consultório...e te dar uma abraço bem apertado.

À minha companheirinha Haru, que com muita facilidade me arranca sorrisos e que traz muita alegria à minha vida. Que teve seus passeios e suas brincadeiras muitas vezes sacrificados pois eu estava “ocupada”. Obrigado à esse ser de 5 kg, que jura que é um rottweiler, por ensinar o significado do mais puro amor. Obrigado, Deus, por reservar a Haru e tantos outros cachorrinhos que estiveram junto de mim e que tornaram minha vida mais doce.

À minha orientadora, professora Liliana G. May, por me dar a oportunidade de retorno, por me proporcionar a chance de voltar à UFSM, mesmo sem me conhecer. Por permitir me aprimorar, evoluir, como pessoa e como profissional. Pela doçura com que me conduzistes nestes três anos, pelo suporte emocional e intelectual, por acreditar em mim e no meu projeto “arriscado”. Por me abrir portas, por me guiar e principalmente por não deixar se apagar o sonho que existe dentro de mim. Obrigado querida mestre, por ser um exemplo constante, pela dedicação aos alunos, aos pacientes, pelo trato com os funcionários, pela professora incansável que és, com uma humildade do tamanho da galáxia. Uma vez me disseste que orientador era pra sempre...Espero que sim! Que possamos trabalhar juntas por muito tempo e que isso só fortaleça nossos laços de carinho e amizade. MUITÍSSIMO OBRIGADO PROFÊ!

Ao Professor Felipe Valandro, que muito me auxiliou na Dissertação, que me fez sentir orgulho do meu projeto. Por conduzir a coordenação da pós-graduação com excelência, sempre empenhado em resolver as tantas questões que aparecem e que, em tão pouco tempo, contribuiu enormemente para a evolução do programa e, obviamente dos alunos. Professor, devemos muito ao senhor, obrigado! À professora Karla Kantorski, que quando me viu retornar à UFSM, me recebeu com palavras de incentivo e pelo carinho que recebo de ti até hoje. À professora Letícia Jacques, que ao me dar a notícia da minha aprovação no mestrado,

deixou transparecer a alegria que sentia. Obrigado professora, pelo carinho e por contribuir com meu trabalho. À professora Katia Braun, pela confiança depositada em mim como profissional, como orientadora dos alunos na clínica de PPR e pelo carinho de sempre. À todos os demais professores do PPGCO, pelo que fazem pelo programa e por nós alunos.

Ao professor Lucio S. Dornelles, pela orientação, pela dedicação e pelo valor dado às “causas da Odontologia”, pela risada fácil, pela humildade, por me receber quase que semanalmente nesses últimos tempos para sanar minhas dúvidas, e por tornar minhas muitas idas ao campus algo muito legal! À professora Ângela Dullius pela ajuda e principalmente pelo e-mail carinhoso que me enviaste ao final da disciplina de estatística. Nunca me esquecerei. Ao professor Aleir A. F. De Paris, pela ajuda no MEV. À professora Cristiane Danesi, pela amizade, pela confiança e pelas oportunidades ofertadas. Ao professor Carlos Perez Bergmann, que me permitiu brincar de “engenheira” durante um trimestre, e que me abriu as portas, sem ao menos me conhecer. Obrigado professor, pela segurança e pelo conhecimento adquirido após “sobreviver” à disciplina de Ciência dos Materiais. Por me tornar uma “pesquisadora” mais completa. Pela consistência que deste ao meu trabalho. Por me receber às sextas-feiras com seu jeito brincalhão e por me encorajar. Terá sempre minha admiração. Ao professor Pimenta, pelo auxílio ao longo da minha formação, pelas oportunidades e por me apresentar à Prótese Dentária, uma de minhas paixões. Ao professor Henrique Hollweg, pelo carinho e pelo exemplo de profissional de excelência que és. À todos os professores que contribuíram de alguma maneira para a minha formação. Ao professor Marco Antônio Bottino, pelo papel decisivo que teve no meu trabalho, quando abriu as portas do laboratório de prótese da UNESP – São José dos Campos, permitindo que eu utilizasse o equipamento de usinagem. À Thaís Paradella e ao Marcos, pela ajuda no laboratório. Ao Rafael Domingues Della Pace, pela ajuda na difração e ao Christian Viezzer pela ajuda prestada nas análises térmicas e durante minha “estadia” na Engenharia de Materiais da UFRGS.

À Jéssica Dalcin, secretária, braço direito, esquerdo e pernas do programa. Obrigado, Jéssica querida, pela dedicação absoluta ao PPGCO, pelo suporte, pelo carinho, pelos chás de cidreira e pela mão amiga que sempre me estendestes. Aos funcionários da UFSM, principalmente ao “pessoal da portaria” que sempre me recebeu com um “bom dia” e com muito carinho.

À Sarinha, que de “inha” não tem nada. Uma gigante! Obrigado pelo amparo incondicional nesses três anos, pela paciência, pela amizade, pelos ensinamentos e por me auxiliar a chegar até aqui. O mundo seria um lugar melhor se mais “Saras” estivessem por aí... Sorte a minha de poder ter uma por perto. Espero seguir teus passos e conseguir ser pelo menos um pouco da “sarinha” que tu és. Muito, mas muito obrigado mesmo! Ao Gabriel, minha “dupla” querida, pelo companheirismo, pelo carinho, por me ajudar a me familiarizar com o laboratório e, também pela dedicação ao programa (não é fácil ser o “Severino quebra-galho”). Às minha colegas e amigas Carine Pires, Graziela Botton e Kaline Antunes, por

serem meu porto seguro, pelos almoços e cafés que me deram “gás” para seguir em frente, pelo carinho e apoio para “enfrentar todas as lagartas” e chegar às “borboletas”. Aos meus colegas e amigos do grupo de estudo, principalmente à Ana Maria, à Michele, ao Vinícius (Vilnilcius), Carol, Dessa, Catina e João. Obrigada pelo apoio, aprendizado e troca de conhecimentos. À minha amiga Priscila Kist, pelo carinho, pelos momentos agradáveis que dividimos, por me aceitar de “intrusa” no teu projeto, por confiar em mim e por ser essa “gringa” amada que tu és. À Marília Rippe, pelo apoio, pelas palavras e incentivo. Por ser minha companheira, por ficar até “altas horas” comigo no laboratório. Por me doar parte do teu tempo, mesmo em meio a tanta correria. À Marina Amaral pela suporte em São José, pela ajuda na estatística, pela amizade desde os tempos de faculdade e pelos ótimos momentos que passamos juntas. Às minhas amigas Vivian Seballos, Renata Melgarejo, Paloma Viaro e Shalimar Gallon, pelo carinho e por compreender a minha ausência neste período. Vocês são mais que especiais. À todos os amigos e colegas que fizeram e fazem parte da minha trajetória e que estão sempre torcendo por mim. À todas as pessoas que contribuíram para eu chegar até aqui.

À Cláudia e à Ingrid da Sirona pelo bom trato no atendimento e pela ajuda com as brocas. À Camila Madruga, pelo incentivo e pela ajuda com a cerâmica. 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 DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA

AUTORA: IANA LAMADRID AURÉLIO

ORIENTADORA: LILIANA GRESSLER MAY

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 6 de junho de 2014.

A proposição deste estudo foi investigar o efeito de tratamentos térmicos na resistência flexural biaxial, na rugosidade superficial e na estrutura cristalina de uma vitrocerâmica reforçada por leucita (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein). Para tanto, 150 discos foram obtidos por usinagem em equipamento CEREC inLab MC XL (Sirona, Alemanha) e distribuídos em cinco grupos, de $n=30$: C (controle, sem tratamento térmico), A-575 (*annealing* à 575°C por 15 min, seguido de resfriamento lento com abertura do forno em 200°C), A-790 (*annealing* à 790°C por 15 min, seguido de resfriamento lento com abertura do forno em 200°C), G (glazeamento à 790°C por 1,5 min, seguido de resfriamento rápido com abertura imediata do forno) e GM (glazeamento modificado à 790°C por 1,5 min, seguido de resfriamento lento com abertura do forno em 200°C). A resistência flexural dos discos foi determinada pelo teste *piston-on-three ball*, conforme normas da ISO 6872/2008 e os dados submetidos à análise de Weibull para cálculo do módulo de Weibull (m) e da resistência característica (σ_0). A rugosidade superficial (R_a e R_z) antes e após os tratamentos foi mensurada. Um espécime de cada grupo foi utilizado para difração de raios-X. O regime A-790 produziu os maiores valores de resistência à fratura (211,7 MPa). Os valores de σ_0 promovidos pelos demais ciclos testados (A-575: 167,9 MPa, GM: 157,7 MPa e G: 153,7 MPa) foram inferiores aos do grupo controle (187,7 MPa). O valor de m não diferiu significativamente entre os grupos. Todos os tratamentos térmicos foram capazes de reduzir a rugosidade média (R_a) dos espécimes. Já os valores de amplitude média do perfil (R_z), apresentaram redução significativa apenas para os grupos submetidos à *annealing* (A-575 e A-790). A análise de difração de raios-x revelou não ter havido mudanças de fase cristalina (leucita tetragonal) do material após os tratamentos térmicos. As alterações no tamanho dos cristalitos de leucita após a realização dos ciclos térmicos não foram expressivas. Sendo assim, maiores valores de resistência à fratura e diminuição da rugosidade superficial para uma vitrocerâmica reforçada por leucita puderam ser conseguidos através de *annealing* acima da transição vítrea ($T_g=625 \pm 20^\circ\text{C}$) após a usinagem. Tal regime (A-790) foi capaz de produzir reorganização estrutural favorável do material, sem contudo modificar sua estrutura cristalina original. *Annealing* abaixo da transição vítrea (A-575) e regimes de glazeamento (G e GM) reduziram significativamente a resistência do material.

Palavras-chave: Palavras-chave: Cerâmica Vítrea. Leucita. CAD-CAM. Usinagem. Rugosidade. Ciclo Térmico. Resistência Flexural Biaxial.

ABSTRACT

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

EFFECT OF HEAT TREATMENTS ON FLEXURAL STRENGTH OF A LEUCITE REINFORCED GLASS CERAMIC

AUTHOR: IANA LAMADRID AURÉLIO

ADVISER: LILIANA GRESSLER MAY

Defense Place and Date: Santa Maria, June 6nd, 2014.

The aim of this study was to investigate the effect of heat treatments on the flexural strength, surface roughness and crystalline structure of a leucite reinforced glass ceramic (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein). A hundred fifty (150) discs were machined by CEREC inLab MC XL (Sirona, Alemanha) and distributed into five groups, n=30: C (control, no heat treatment), A-575 (annealed at 575°C during 15 min, followed by slow cooling and furnace opening at 200°C), A-790 (annealed at 790°C during 15 min, followed by slow cooling and furnace opening at 200°C), G (glazed at 790°C during 1,5 min, followed by fast cooling - immediate furnace opening) and GM (modified glaze, at 790°C during 1,5 min, followed by slow cooling and furnace opening at 200°C). Biaxial flexural strength was determined by the piston-on-three ball test (ISO 6872/2008). Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) were calculated from the results. The surface roughness (Ra and Rz) was measured before and after the treatments. One specimen from each group was used for X-ray diffraction. A-790 produced the highest values of fracture strength (211.7 MPa). The values of σ_0 obtained for the other tested regimens (A-575: 167.9 MPa, GM: 157.7 MPa and G: 153.7 MPa) were lower than those from the control group (187.7 MPa). The value of m was statistically similar between the groups. All heat treatments were able to reduce the mean roughness (Ra) of the specimens. The mean amplitude (Rz), showed a significant reduction only for the groups submitted to the annealing treatments (A-575 e A-790). The X-ray diffraction analysis revealed no changes in the crystalline phase (tetragonal leucite) of the material after the different heat treatments. Variations in the size of the leucite crystallites after thermal cycles were not significant. Thus, high values of fracture strength and decreased surface roughness for a leucite reinforced glass ceramic are achieved by annealing above the glass transition ($T_g=625 \pm 20^\circ\text{C}$) after machining. This regimen (A-790) was capable to produce favorable structural reorganization of the material, without modifying its original crystalline structure. Annealing below the glass transition (A-575) and thermal cycle for glazing (G and GM) significantly reduced the strength of the material.

Keywords: Glass Ceramic. Leucite. CAD-CAM. Machining. Roughness. Thermal Cycle. Biaxial Flexure Strength.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

ARTIGO

Figura 1 -	Curva de Análise Térmica Diferencial (ATD) obtida a partir da vitrocerâmica reforçada por leucita (IPS Empress® CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein).....	63
Figura 2 -	Gráfico de difração de raios-x após os tratamentos térmicos.....	64

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Composição química e principais propriedades mecânicas e térmicas da cerâmica IPS Empress CAD.....	21
---	----

ARTIGO

Tabela 1 - Descrição dos grupos experimentais e dos protocolos térmicos.....	59
Tabela 2 - Valores de resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) para os grupos experimentais.....	60
Tabela 3 - Média e desvio padrão para os valores de rugosidade superficial (Ra e Rz) antes e após o tratamento térmico e comparação entre os grupos (T-pareado 5%).....	61
Tabela 4 - Tamanho dos cristalitos de leucita (nm) antes e após a realização dos tratamentos térmicos e variação dos mesmos (nm e %) após a realização dos tratamentos térmicos.....	62

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μm	Micrometro
CAD-CAM	<i>Computer Aided Design-Computer Aided Machining</i>
ATD	Análise Térmica Diferencial
JCDD/JCPDS	<i>International Center Diffraction Data/Joint Committee for Power Diffraction Studies</i>
m	Módulo de Weibull
min	Minutos
mm	Milímetros
mm/min	Milímetros por minuto
MPa	Megapascal
N	Newton
n	Número de amostras por grupo
nm	Nanômetros
°C	Grau Celsius
°C/min	Grau Celsius por minuto
T_g	Temperatura de transição vítrea
Y-TZP	<i>Yttria tetragonal zirconia polycrystal</i>
ν	Coefficiente de Poisson
σ_0	Resistência característica

LISTA DE ANEXOS

Anexo A - Normas para publicação no periódico <i>Dental Materials</i>	72
---	----

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1 Classificação e propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas....	19
2.1.1 Vitrocerâmica reforçada por leucita	20
2.1.2 Desempenho clínico de restaurações em vitrocêramica reforçada por leucita	21
2.2 Usinagem automatizada e seus efeitos sobre as características superficiais e mecânicas das cerâmicas.....	22
2.3 Tratamento térmico	24
2.3.1 Glazeamento	24
2.3.2 Recozimento (<i>Annealing</i>)	25
2.3.3 Efeito do tratamento térmico sobre a resistência mecânica dos materiais cerâmicos	26
2.3.4 Efeito do tratamento térmico sobre a rugosidade superficial dos materiais cerâmicos.....	28
2.3.5 Efeito do tratamento térmico sobre a microestrutura da cerâmica.....	29
3 ARTIGO - EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA VITROCERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA.....	32
Resumo	34
Introdução	35
Materiais e métodos	38
Resultados	44
Discussão	45
Conclusões.....	52
Agradecimentos.....	53
Referências	54
4 CONCLUSÃO	65
REFERÊNCIAS	66
ANEXOS	72

1 INTRODUÇÃO

As vitrocerâmicas são materiais utilizados em restaurações indiretas, as quais podem ser confeccionadas por sistemas CAD/CAM (*Computer-Aided Design/Computer-Aided Machining*) e quando reforçadas pela inclusão de cristais de leucita ($4\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$), têm sua resistência melhorada (SONG; YIN, 2010), quando comparada às porcelanas convencionais. Mesmo com a melhoria de muitas de suas propriedades mecânicas, os componentes cerâmicos mantêm sua característica de friabilidade e acumulam tensões residuais ao longo de seu processo de fabricação e pós-processamento (DENRY, 2013; TASKONAK et al., 2008; GIORDANO et al., 1995).

No âmbito do pós-processamento cerâmico, acredita-se que a usinagem possa gerar dois efeitos antagônicos: por um lado, seria capaz de introduzir defeitos superficiais ao material, e por outro, criaria uma camada de tensões compressivas na sua superfície (GARVIE et al., 1975), responsável pela melhoria de seu comportamento mecânico (MARSHALL et al., 1983; PICONI; MACCAURO, 1999). Dessa forma, deve haver um limite onde as vantagens da formação de uma camada compressiva seriam anuladas pelos prejuízos agregados aos defeitos produzidos durante o processo de usinagem, acompanhados do enfraquecimento da cerâmica (GIORDANO et al., 1995).

Uma desigual distribuição de tensões pode levar a falha prematura do material cerâmico (QUINN; QUINN, 2010; TASKONAK et al., 2008; KINGERY, 1976), e, com base nisso, diversos métodos tem sido desenvolvidos ao longo dos anos, na tentativa de minimizar tensões residuais em materiais vítreos. Muitas vezes, com o intuito de evitar concentrações heterogêneas das tensões e o conseqüente enfraquecimento de sua estrutura, vidros são recozidos num processo mais conhecido como *annealing* ou recozimento. Segundo Callister (2013), tal procedimento, nada mais é do que um tratamento térmico composto por duas etapas principais, no qual primeiramente, se aumenta a temperatura, promovendo um aquecimento do material até o "*annealing point*"¹, onde ocorre a liberação das

¹"*Annealing point*" é a temperatura na qual a viscosidade é de 10^{13} P e a difusão atômica é suficientemente rápida, e quaisquer tensões residuais podem ser removidas em um intervalo de aproximadamente 15 minutos (CALLISTER, 2013).

tensões residuais nele agregadas e, em seguida, se diminui cuidadosamente a temperatura até que os átomos reorganizem-se numa configuração de mínima energia e não sejam adicionadas novas tensões ao material. Classicamente, os tratamentos térmicos de recozimento ou *annealing* do vidro são realizados na faixa de temperaturas entre a temperatura de transição vítrea² (T_g) e o ponto de amolecimento³ (DENRY, 1999).

Não raro, mesmo que não com intuito de promover liberação de tensões, tratamentos térmicos também são realizados nas vitrocerâmicas odontológicas, e a influência dos mesmos sobre as propriedades do material deveriam ser levados em conta. Neste contexto, pode-se citar os protocolos de glaze executados em laboratórios de prótese, os quais não costumam lançar mão de longas taxas de resfriamento (CHOI et al., 2011) e o forno é aberto imediatamente ao final da etapa de aquecimento. O resfriamento não-controlado (abrupto) pode, de certa forma, induzir uma espécie de “choque térmico”, acumular tensões residuais e conseqüentemente fragilizar a cerâmica (SIGHINOLFI, 2011; TASKONAK et al., 2005). Em função disso, protocolos com taxas mais lentas de resfriamento podem ser preferíveis, no que tange à resistência e a confiabilidade final da peça cerâmica.

A literatura disponibiliza alguns achados acerca de diferentes tratamentos térmicos realizados em materiais cerâmicos, demonstrando que tais procedimentos, dependendo da maneira como são executados, podem influenciar na resistência mecânica (BRACKETT et al., 1989; FAIRHURST et al., 1992; DONG et al., 1992; GIORDANO et al., 1995), produzir alterações na superfície, como a cicatrização de defeitos (DENRY, 1999), e até mesmo modificar a microestrutura do material, a exemplo de mudanças de fases (BARREIRO; VICENTE, 1993) e alterações na porção vítrea e/ou amorfa do material (SOUZA et al., 2007; MACKERT; RUSSELL, 1996).

Addison et al. (2012) verificaram que os valores de rugosidade média de espécimes da cerâmica feldspática Vita Mark II não foram afetados pelo recozimento realizado à 900°C por 1h (T_g : 796°C) e o mesmo não promoveu alteração

² Temperatura de Transição Vítrea é a temperatura onde ocorre uma alteração notória na viscosidade do material, onde abaixo dela o mesmo é considerado vidro e acima da qual o material é primeiramente um líquido super resfriado e, finalmente um líquido (CALLISTER, 2013).

³ Temperatura ou Ponto de Amolecimento é a temperatura na qual a viscosidade do material é de 4×10^7 P, e é a temperatura máxima na qual uma peça de vidro pode ser manuseada sem que ocorram alterações significativas nas suas dimensões (CALLISTER, 2013).

significativa da resistência à flexão do material. Mackert et al. (1995) investigaram dois protocolos de recozimento em seis porcelanas dentárias comerciais: 500°C e 750°C por 4 min - 8 min - 16 min. Os autores constataram um aumento da fração volumétrica de leucita nos protocolos que atingiram 750°C, independentemente do tempo que os espécimes permaneceram nesta temperatura.

Em outro estudo, Fischer et al. (2005) indentaram espécimes de vitrocerâmica reforçada por leucita, os quais foram recozidos durante dez horas em temperaturas variando acima e abaixo da T_g . A máxima resistência foi encontrada no grupo submetido a uma temperatura de 100°C abaixo da T_g . Após tratamento térmico a temperaturas acima da T_g , foi observado amolecimento do material, modificando trincas provenientes da indentação.

Em estudo ainda não publicado⁴ desenvolvido em nossa instituição (UFSM), discos usinados de uma vitrocerâmica reforçada por leucita, submetidos ao tratamento de glaze preconizado pelo fabricante, com taxa de resfriamento “zero” (abertura imediata do forno após o final do ciclo, logo após o término do período de aquecimento), tiveram sua fase amorfa aumentada e resistência flexural reduzida significativamente. Isto sugere que talvez, um resfriamento abrupto promova uma maior concentração de tensões residuais e uma organização atômica desfavorável, reduzindo a resistência à fratura ao material.

Percebe-se a variabilidade na literatura a despeito dos diferentes protocolos térmicos aplicados em materiais cerâmicos bem como a presença de dados inconclusivos sobre a influência de tais tratamentos nas características estruturais e mecânicas do material. Diante disso, a proposição do presente estudo é investigar o efeito de protocolos de tratamento térmico, especificamente estabelecidos para uma cerâmica vítrea reforçada por leucita, na sua resistência à fratura, rugosidade superficial e estrutura cristalina (tamanho dos cristalitos e possíveis alterações de fase).

⁴ Fraga, S., May, L. G., 2013. Dados ainda não publicados.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Classificação e propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas

As cerâmicas odontológicas podem ser definidas como composições constituídas por duas fases (compósitos): uma matriz circundante, que pode ser vítrea ou cristalina e uma segunda fase composta de partículas cristalinas, vítreas de alta-fusão ou átomos modificadores. Baseado nisso, distribuem-se em três grandes grupos de acordo com sua composição: cerâmicas predominantemente vítreas, cerâmicas vítreas reforçadas por partículas e cerâmicas policristalinas. O aumento do conteúdo cristalino é vinculado à 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, 2008; KELLY, 2004).

Cerâmicas policristalinas por possuírem arranjo organizado, comportam-se como sólidos cristalinos, com ponto de fusão e mudança de fase bem delimitados e a deformação neste tipo de material ocorre de maneira regular e homogênea. Já as cerâmicas com alto teor vítreo, são constituídas de material amorfo, com estrutura molecular desorganizada, não possuindo ponto de fusão e mudanças de fase precisas. Seu comportamento mecânico está diretamente relacionado à alterações de viscosidade. Sendo assim, torna-se imprescindível compreender que a deformação, bem como os processos de acúmulo e/ou liberação de tensões estão na dependência do fluxo viscoso nesta gama de cerâmicas (CALLISTER, 2013).

Outro aspecto não menos importante, diz respeito à fragilidade ou “friabilidade”, uma característica crucial no que tange o comportamento mecânico das cerâmicas e se resume ao fato deste material suportar pouca ou nenhuma deformação plástica antes de fraturar (ANUSAVICE, 1998). As cerâmicas são bastante resistentes à compressão e relativamente fracas quando submetidas a tensões de tração. Por isso, a fratura normalmente ocorre onde as tensões trativas se concentram, através da propagação de defeitos existentes na superfície ou no interior do material (CESAR et al., 2006; MAGNE et al., 1999).

Em decorrência da natureza frágil e da sensibilidade à presença de defeitos por parte do material cerâmico, não é raro que sejam encontrados valores de resistência muito dispersos para espécimes idênticos de uma mesma cerâmica (não se poderia esperar distribuição simétrica dos valores de resistência, se os defeitos críticos não se distribuem de maneira homogênea no material), fazendo com que estes dados geralmente se enquadrem satisfatoriamente à distribuição de frequências proposta por Weibull (QUINN; QUINN, 2010), a qual permite estabelecer parâmetros como o módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0) (WEIBULL, 1951). Portanto, a análise estatística de Weibull tem sido preferencial para valores de resistência em materiais cerâmicos (QUINN; QUINN, 2010).

2.1.1 Vitrocerâmica reforçadas por leucita

O material de escolha para o presente estudo se trata de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) para usinagem em sistema CAD-CAM, previamente sinterizada e indicada pelo fabricante para confecção de facetas, inlays, onlays e coroas. Segundo o fabricante, se caracteriza por possuir uma distribuição homogênea e densa de cristais de leucita com diâmetros variando de 1 a 5 μm , em uma matriz vítrea de aluminossilicato, totalizando 35-45% de fase cristalina, em volume (IVOCLAR VIVADENT, 2006).

A leucita ($4\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$) é um mineral a base de sílica, alumina e potássio. É encontrada, em temperatura ambiente, sob a forma tetragonal. 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 polimórfica é reversível e ocorre durante o resfriamento da estrutura até a temperatura ambiente (ONG et al., 2000).

Atualmente, esses cristais são empregados nos sistemas totalmente cerâmicos, com o intuito de regular o coeficiente de expansão térmica e melhorar suas propriedades mecânicas (SOUZA et al., 2007), uma vez que as partículas de leucita atuam no reforço (DENRY et al., 1998) e nos mecanismos de tenacificação de fratura, por promoverem o desvio da trajetória de propagação da trinca (GONZAGA et al., 2011). Além disso, por apresentarem índice de refração muito próximo ao da

matriz vítrea, a adição de leucita mantém as excelentes propriedades ópticas das porcelanas (KELLY, 2004), tornando-se uma opção atraente em restaurações dentárias, pois proporcionam a produção de materiais com translucidez, opalescência, brilho e coloração análogos ao dos dentes naturais (QUEIROZ, 2005).

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

Quadro 1 – Descrição da composição química e das principais propriedades mecânicas e térmicas da cerâmica IPS Empress CAD

Composição química	SiO ₂ (60 – 65%); Al ₂ O ₃ (16 – 20%); K ₂ O (10 – 14%); Na ₂ O (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 x 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Temperatura de transição vítrea (T _g)	625 ± 20°C

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

Para os procedimentos de finalização das restaurações confeccionadas com IPS Empress CAD, o fabricante recomenda o polimento com partículas abrasivas de granulação inferior a 60 µm seguido de glazeamento utilizando Empress Universal Glazing Paste (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) (IVOCLAR VIVADENT, 2006).

2.1.2 Desempenho clínico de restaurações em vitrocerâmica reforçada por leucita

Estudos clínicos longitudinais envolvendo mais de 10 anos de acompanhamento tem investigado as taxas de sobrevida de restaurações em vitrocerâmica reforçada por leucita confeccionadas por injeção (VAN DIJKEN;

HASSELROT, 2010; FRANKENBERGER et al., 2008; FRADEANI; REDEMAGNI, 2002). Van Dijken e Hasselrot (2010) investigaram ao longo de 15 anos 228 restaurações totais e parciais confeccionadas a partir da vitrocerâmica leucítica IPS Empress (Ivoclar Vivadent). Ao final deste período, 16 restaurações (7%) haviam fraturado de maneira catastrófica. Além disso, foi relatada a ocorrência de lascamentos em outras 5 restaurações (2%), os quais não foram considerados fracassos. Frankenberger et al. (2008) avaliaram o desempenho clínico de inlays e onlays confeccionadas com a vitrocerâmica leucítica IPS Empress (Ivoclar Vivadent) após 12 anos de uso. Das 96 restaurações acompanhadas longitudinalmente, 11 delas (11%) sofreram fratura em espessura total da cerâmica. Fradeani e Redemagni (2002), reportaram a ocorrência de 4 fraturas catastróficas (3%) em um total de 125 coroas em cerâmica vítrea leucítica (IPS Empress, Ivoclar Vivadent) investigadas retrospectivamente ao longo de 11 anos.

Por possuírem composição similar, espera-se que as cerâmicas vítreas usináveis tenham desempenho clínico semelhante às vítreas injetáveis. Entretanto, estudos clínicos envolvendo restaurações usinadas a partir de blocos de vitrocerâmica leucítica são limitados. Guess et al. (2013) investigaram a performance a longo prazo de 40 coberturas parciais cimentadas em molares, confeccionadas a partir de blocos usináveis da vitrocerâmica leucítica ProCad (Ivoclar Vivadent). Ao final de 7 anos, uma restauração (2,5%) fraturou completamente e outras duas peças (5%) sofreram lascamentos, os quais não foram considerados insucessos.

2.2 Usinagem automatizada e seus efeitos sobre as características superficiais e mecânicas das cerâmicas

Importante evolução tecnológica na área dos materiais dentários tem sido perceptível ao longo das últimas décadas, tendo os processos automatizados de produção ocupado um papel de destaque e contribuído significativamente para o desenvolvimento de uma odontologia restauradora com melhores padrões de segurança e confiabilidade (VAN NOORT, 2012).

Neste panorama estão inseridos os sistemas CAD-CAM. Basicamente, três componentes principais constituem estes sistemas: uma ferramenta para a captura de imagens tridimensionais do preparo dental, como câmeras intra-orais ou scanners; um programa computacional que processa essas imagens e desenha a restauração almejada; e, por fim, um equipamento de usinagem, conectado ao programa computacional, que confecciona a peça protética desenhada (MÖRMANN, 2006; BEUER; SCHWEIGER; EDELHOFF, 2008).

Os blocos cerâmicos para fresagem em sistemas CAD-CAM são obtidos a partir de um processo automatizado, padronizado e altamente reprodutível, o que permite ao final do processo de fabricação, a obtenção de uma cerâmica praticamente livre de poros e mais confiável, segundo GIORDANO (2006). Grupos experimentais formados por este tipo de cerâmica quando comparados a grupos confeccionados de forma convencional (cerâmica pó/líquido) apresentaram resultados mais confiáveis refletidos nos maiores valores de módulo de Weibull (CHEN et al., 1999; TINSCHERT et al., 2000).

De forma geral, a usinagem da cerâmica, por instrumentos diamantados de corte, compreende alguns estágios. Inicialmente, em função do impacto gerado pelo primeiro contato entre o instrumento de corte e a cerâmica, tem-se a indução de um campo de concentração de tensões no interior da mesma. Em um segundo momento, a movimentação do instrumento provoca o acúmulo de energia no material cerâmico (deformação elástica), seguido da formação de trincas nas regiões de alta concentração de tensão. O terceiro estágio compreende a propagação e a fusão de múltiplas trincas, em função do progresso da usinagem, promovendo a remoção de parte do material cerâmico, e gerando o alívio da energia armazenada. Por fim, ter-se-á, 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 µm para uma cerâmica feldspática usinada pelo sistema CEREC1[®] (SINDEL et al., 1998).

A intensidade de tais efeitos, relativos a cada uma das etapas descritas acima, está intimamente ligado ao grau de sinterização do material a ser fresado. A usinagem pode ser realizada a partir da fresagem de blocos cerâmicos densamente sinterizados (*“hard machining”*), como é o caso da vitrocerâmica utilizada neste estudo, ou ainda, utilizando-se blocos parcialmente sinterizados (*“soft machining”*), os quais contraem cerca de 25% após sinterização total (DENRY; KELLY, 2008).

Acredita-se que o desgaste superficial das cerâmicas nos processos de usinagem possa atuar em duas direções principais e gerar dois efeitos antagônicos (KOSMAK et al., 1999). Por um lado, o desenvolvimento de uma zona de tensão compressiva, a qual poderá melhorar a resistência da cerâmica (GIORDANO et al., 1995; MARSHALL et al., 1983). Por outro, a indução de defeitos superficiais, os quais poderão atuar como áreas de concentração de tensões, reduzindo a resistência da cerâmica (QUINN, 2007; KOSMAC et al., 1999).

Kelly et al. (1991), realizaram análise fractográfica de barras de cerâmica feldspática e vítrea reforçada por partículas, submetidas a ensaio de flexão de três pontos, e mostraram que todas as 72 barras analisadas falharam devido a defeito introduzido pela usinagem. 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 (WANG; ABOUSHELIB; FEILZER, 2008). Scherrer et al. (2011) estudaram o comportamento em fadiga de barras usinadas de Y-TZP após serem jateadas com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica de 30µm. Os autores realizaram a caracterização dos defeitos críticos em MEV e constataram que as barras falharam a partir de defeitos intrínsecos e de danos promovidos pela usinagem.

2.3 Tratamento térmico

2.3.1 Glazeamento

Com o intuito de criar uma superfície lisa e brilhosa, além do polimento, a superfície de uma restauração cerâmica também pode receber tratamento térmico de glazeamento para sua finalização (KELLY, 2004). A literatura cita 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, sendo o conjunto submetido a uma temperatura entre 20°C

e 60°C abaixo da temperatura de queima da porcelana. Já no *self-glaze*, não há aplicação de uma porcelana de baixa fusão. A restauração cerâmica é exposta, sem nenhum aditivo, a uma temperatura igual ou ligeiramente superior a sua temperatura de queima, pelo tempo de 1 a 2 minutos, a fim de promover o derretimento da sua camada mais superficial e atingir o brilho desejado (YILMAZ; ÖZKAN, 2010).

O procedimento de glazamento (IPS Empress *Universal Glaze*) recomendado pelo fabricante para a finalização da vitrocerâmica utilizada neste estudo, envolve: 1) a aplicação de uma pasta à base de óxidos, glicerina e butanodiol e um líquido solvente contendo butanodiol; e 2) a exposição da restauração a uma temperatura de 790°C entre 1 à 2 minutos (IVOCLAR VIVADENT, 2006). Não constam informações detalhadas sobre como deve ser executada a etapa de resfriamento no manual do fabricante.

2.3.2 Recozimento (*Annealing*)

O recozimento, ou *annealing*, vem sendo estudado desde o início do século XX e consiste fundamentalmente de um processo físico realizado com o intuito de fazer com que um dado material que apresente tensões internas, a exemplo do vidro, diminua espontaneamente tais tensões. Esse procedimento é conduzido a uma temperatura constante, compreendida entre a temperatura de transição vítrea (T_g) e a temperatura de amolecimento (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999), e se dá por meio de um fluxo viscoso lento de partes constituintes do material, ou seja, através de autodifusão (PRESTON, 1925). Ainda, de acordo com Bertolotti e Shelby (1979), o intervalo de *annealing* compreende a faixa de temperatura acima da qual a cerâmica é tão “fluida” que é capaz de quase que instantaneamente liberar as tensões residuais, e a temperatura abaixo da qual não ocorrerão deformações plásticas e novas tensões não serão produzidas.

Segundo Callister (2013), tal procedimento, nada mais é do que um tratamento térmico composto por duas etapas principais, no qual primeiramente, se aumenta a temperatura, promovendo um aquecimento do material até que ocorra a liberação das tensões residuais nele agregadas e, em seguida, se diminui

cuidadosamente a temperatura até que os átomos rearranjam-se numa configuração de mínima energia e não sejam adicionadas novas tensões ao material. Esse procedimento tem sido aplicado em cerâmicas odontológicas no intuito de promover o alívio de tensões oriundas do processamento da cerâmica (FISCHER et al., 2005), mas também, em alguns casos, visando promover cicatrização de defeitos (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999).

2.3.3 Efeito do tratamento térmico sobre a resistência mecânica dos materiais cerâmicos

São controversas as informações encontradas na literatura no que tange aos possíveis efeitos de diferentes tratamentos térmicos sobre a resistência mecânica de materiais cerâmicos. Talvez isso se deva ao fato de não existirem protocolos de queima bem definidos, e deste tema ainda ser tratado, muitas vezes, com certo empirismo. Existe, entre os autores, uma grande variação na escolha da temperatura e da duração do banho de aquecimento, bem como, das taxas de resfriamento (lenta ou rápida), promovendo conseqüentemente resultados diversos e, por certas vezes, inconclusivos.

Um aumento significativo na resistência à fratura de cinco porcelanas utilizadas no recobrimento de infraestruturas metálicas (liga de ouro-paládio) submetidas a *overglaze* e à ensaio flexural uniaxial de três pontos foi constatado quando Brackett et al. (1989) compararam tal protocolo aos demais tratamentos superficiais (*self-glaze* e *self-glaze* seguido de polimento). O protocolo de *overglaze* foi realizado a temperatura de 900°C, pelo tempo de 1 minuto. Já para o *self-glaze*, as cerâmicas ficavam expostas, pelo mesmo período (1 min), porém à temperatura de 930°C ou 950°C.

Já, 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) realizaram estudo semelhante ao de Fairhurst et al. (1992), entretanto induzindo uma população de falhas maiores, por meio de indentação Vickers gerada com

diferentes intensidades de carga. Os resultados indicaram que o *self-glaze*, cuja temperatura está compreendida na faixa em que ocorreria o *annealing*, não alterou a resistência dos espécimes.

Dong et al., 1992 avaliaram a resistência à flexão de uma cerâmica injetável (IPS-Empress) antes e após a injeção e simularam tratamentos térmicos subsequentes a esta (queima da cerâmica de cobertura, queima de pigmentos e queima de glaze) em alguns grupos. Os grupos que sofreram tratamentos térmicos adicionais à injeção tiveram um aumento significativo dos valores finais de resistência (160 e 180 MPa) quando comparados aos que passaram somente pelo processo de injeção (em torno de 120MPa).

Giordano, Cima e Pober (1995) submeteram uma cerâmica feldspática convencional a diferentes tratamentos superficiais com o intuito de comparar os efeitos de cada um sobre a resistência flexural do material. Para o grupo com protocolo de *overglaze*, foi aplicada uma película de cerâmica de baixa fusão e a queima se deu à 920°C durante 1 minuto. Já, o *self-glaze* foi conduzido à 940°C por 1 minuto. Além dos tratamentos de glaze, outros grupos foram submetidos à procedimentos de abrasão; 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. Como resultados, foram constatados que o *overglaze*, o polimento e a abrasão aumentaram significativamente a resistência quando comparados ao grupo sem tratamento superficial; enquanto que, a realização de *annealing* reduziu significativamente os valores de resistência. Isto foi atribuído possivelmente ao fato do recozimento ter aliviado as tensões compressivas induzidas pelo polimento e acabamento; tensões estas que, segundo os autores, estão atribuídas a uma melhora na resistência cerâmica.

No estudo de Ahmad et al. (2005), a resistência de barras de cerâmica feldspática reforçada por alumina, abrasionadas com disco diamantados de granulação 70 µm, não foi alterada após os espécimes terem permanecido à 940°C por 2 minutos. Da mesma maneira, protocolo de tratamento térmico à 900°C por 2 horas não foi efetivo na melhoria da resistência de uma cerâmica feldspática para sistema CAD/CAM apenas polida, apesar de o mesmo ter sido capaz de reduzir o tamanho do defeito gerado nos espécimes (indentação Vickers) (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999).

Addison et al. (2012) usinaram, através de um sistema CAD/CAM, uma cerâmica feldspática no formato de disco e a submeteram a *annealing* realizado à 900°C pelo tempo de 1 hora. Apesar da temperatura escolhida pelos autores ter sido muito próxima ao ponto de amolecimento do material ($914 \pm 8^\circ\text{C}$), a resistência dos espécimes não foi influenciada pelo tratamento térmico.

2.3.4 Efeito do tratamento térmico sobre a rugosidade superficial dos materiais cerâmicos

A grande maioria dos estudos a despeito de alterações na rugosidade superficial de materiais cerâmicos estão relacionados a efeitos provenientes de algum tipo de tratamento mecânico (LOHBAUER; MÜLLER; PETSCHERT, 2008; NAKAMURA; HOJO; SATO, 2010; WANG, 2008). Por outro lado, alguns poucos trabalhos investigaram a possibilidade de cerâmicas tratadas termicamente apresentarem mudanças em seus parâmetros de rugosidade e até mesmo no fechamento de defeitos artificialmente gerados.

No trabalho proposto por Addison et al. (2012), já exposto no item acima, a rugosidade superficial dos discos de cerâmica feldspática usinados por sistema CAD/CAM (Vita Mark II) não foram influenciados pela realização de *annealing* à temperatura de 900°C pelo tempo de 1 hora, mesmo este valor estando bem próximo à temperatura de amolecimento do material ($914 \pm 8^\circ\text{C}$). Entretanto, quando a mesma cerâmica foi submetida à igual temperatura (900°C), porém por um período de 2 horas, houve redução no tamanho do defeito gerado por indentação Vickers nos espécimes, indicando uma possível modificação superficial do material (DENRY; HOLLOWAY; TARR, 1999).

Hung et al. (2008) simularam o desgaste clínico com broca diamantada em discos cerâmicos de dissilicato de lítio (Empress 2) e realizaram, em alguns grupos após o desgaste, tratamentos térmicos correspondentes à queima da cerâmica de cobertura e ao glaze. Mesmo não ocorrendo mudanças significativas nos valores de rugosidade, os autores detectaram a ocorrência de cicatrização de trincas e formação de uma camada de vidro após o tratamento térmico, comprovadas por fractografia. Além disso, os valores de resistência (inicialmente reduzidos devido ao

processo de desgaste à valores em torno de 233,7 MPa) foram restaurados após a realização dos ciclos térmicos, atingindo valores ao redor de 276,1 MPa, os quais se equipararam aos valores do material previamente ao desgaste (283,2 MPa).

2.3.5 Efeito do tratamento térmico sobre a microestrutura da cerâmica

É importante salientar o fato de que certas faixas de temperatura aplicadas em determinados tratamentos térmicos, por um dado período de tempo, podem ser capazes de induzir alteração no tamanho, forma e localização dos grãos (cristais) e até mesmo mudança nas fases constituintes do material (CALLISTER, 2013). Neste contexto, também pairam opiniões contraditórias e resultados inconclusivos na literatura; novamente, creditado à variabilidade de protocolos térmicos utilizados.

Barreiro e Vicente (1993), estudaram a cinética das transformações de fase da leucita em uma típica porcelana para a restaurações metalo-cerâmicas. Os autores lançaram mão de protocolos a partir de 800°C, passando por 850°C, 900°C, 950°C, a até 1000°C, por períodos de tempo que variaram, para cada um dos ciclos térmicos, entre 10 até 1460 minutos (24 horas). Alguns dos tratamentos propostos, foram capazes de promover alterações das fases constituintes, como por exemplo, protocolo à 800°C a partir de 60 minutos, o qual induziu a precipitação de sanidina, uma segunda fase cristalina presente no diagrama de fases do sistema potássio - feldspato - $K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$; sendo tal condição perpetuada durante os demais tratamentos à temperaturas mais elevadas. Apesar dos ciclos adotados serem mais longos que os laboratoriais, tais achados demonstram que tratamentos térmicos feitos de maneira não-controlada podem produzir alterações da fase cristalina (leucita) em porcelanas dentárias.

Difração de raios-x foi utilizada para analisar as fases cristalinas de três porcelanas comerciais submetidas a resfriamento convencional, resfriamento rápido (têmpera) em água, e recozimento (com resfriamento lento e controlado) após a queima normal (BAN et al.,1999). Entretanto, neste estudo, não houveram diferenças notáveis no conteúdo de leucita nos discos de porcelana preparadas de acordo com as três condições de resfriamento. Os autores acreditam que a cristalização da leucita à altas temperaturas e sua estabilização por aditivos durante

o processamento da porcelana promova uma microestrutura estável e que, talvez por isso, a condição de resfriamento tenha pouco efeito sobre as alterações microestruturais dos cristais de leucita nas porcelanas dentais.

Diferentes taxas de resfriamento também se mostraram, por certas vezes, capazes de alterar as porções das fases constituintes do material. Souza, Nascimento e Martinelli (2007) estudaram o efeito da condensação e da queima na formação de defeitos microestruturais em cerâmicas feldspáticas dentárias e observaram que as amostras que foram submetidas a quatro queimas apresentaram um menor volume de poros, porém com o aparecimento de trincas geradas durante o resfriamento. A formação destas trincas, foi creditada à alteração volumétrica das fases constituintes (amorfa e cristalina) da porcelana e aos efeitos resultantes de seus diferentes coeficientes de expansão térmica.

Em estudo ainda não publicado⁵, discos usinados de uma vitrocerâmica reforçada por leucita, submetidos ao tratamento de glaze preconizado pelo fabricante (790°C por 1 minuto em meio), seguido de resfriamento rápido, tiveram sua fase amorfa aumentada (difração de raio-x) e resistência flexural reduzida significativamente.

A fração volumétrica de leucita em uma porcelana dentária pode ser alterada durante os vários tratamentos térmicos utilizados na fabricação de peças protéticas. Aumentos no conteúdo de leucita foram detectados como uma consequência do resfriamento lento (Mackert e Evans, 1991a) e do recozimento (Mackert e Evans, 1991b) do material. Mackert and Russell (1996) investigaram o mecanismo de reforço que ocorre durante o processo de injeção de uma vitrocerâmica reforçada por leucita (IPS Empress), através da cristalização adicional da mesma. Além da injeção propriamente dita, os autores também simularam, em alguns espécimes, queimas de pigmentos e de glaze. Os resultados revelaram que o conteúdo de leucita não foi alterado após o processo de injeção (não houve cristalização adicional de leucita), entretanto, o mesmo aumentou significativamente após a primeira queima de pigmentos, e tal situação se perpetuou em queimas adicionais e nas queimas de glaze. Diminuições no conteúdo de leucita também foram medidos em procedimentos envolvendo queimas múltiplas de porcelanas dentárias (Mackert e Evans, 1991b; Mackert e Evans, 1992).

⁵ Fraga, S., May, L.G., 2013. Dados ainda não publicados.

Durante o resfriamento da porcelana, após o cozimento, os grãos de leucita contraem mais do que a matriz envolvente de vidro, devido ao seu maior coeficiente de expansão térmica e, também a sua transformação da fase cúbica para tetragonal (MACKERT; BUTTS; FAIRHURST, 1986). Em alguma temperatura abaixo da transição vítrea da matriz de vidro, as trincas ao redor das partículas de leucita passam a se separar devido à contração destes cristais. A partir desse ponto até à temperatura ambiente, a tensão da contração das partículas de leucita não é completamente transmitida na matriz de vidro envolvente, e, em vez disso, a tensão é aliviada através da abertura destas fissuras ao redor dos cristais (SERBENA; ZANOTTO, 2012).

Mackert et al. (1994), analisaram a densidade de microtrincas em uma porcelana dentária, após submetê-la à tratamento térmico. Para isso, dez espécimes de uma porcelana dentária comercial foram preparados e divididos em dois grupos: o grupo experimental sofreu *annealing* e foi aquecido a 750°C e mantido Durante 16 minutos a essa temperatura; e o grupo controle, que por sua vez, não recebeu nenhum tratamento térmico. As amostras tratadas termicamente a 750°C tiveram uma densidade de microtrincas significativamente inferior ($p < 0,001$) do que aquelas que não receberam recozimento. Acredita-se que o grupo que recebeu recozimento, possa ter sofrido uma reorganização das moléculas em seu arranjo mais denso (menor energia) durante o resfriamento (realizado lentamente em protocolos de *annealing*) e que as tensões residuais tenham sido aliviadas, reduzindo a formação de microfissuras na porcelana.

3 ARTIGO

EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NA RESISTÊNCIA FLEXURAL DE UMA VITROCERÂMICA 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.

**Efeito de tratamentos térmicos na resistência flexural de uma vitrocerâmica reforçada
por leucita**

Título resumido: Resistência flexural de vitrocerâmica CAD/CAM

Iana L. Aurélio¹, Sara Fraga¹, Lucio S. Dornelles², Marco A. Bottino³, Liliana G. May⁴

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

² Departamento de Física, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil

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

⁴ Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil

Autor correspondente:

Liliana Gressler May

Endereço: Rua Marechal Floriano Peixoto, 1184, CEP 97015-372, Centro, Santa Maria, Brasil.

Telefone: +55-55-3220-9276, Fax: +55-55-3220-9272

E-mail: liligmay@gmail.com (Dr. LG May)

Resumo

Objetivos: investigar o efeito de tratamentos térmicos na resistência à fratura, na rugosidade superficial e na estrutura cristalina de uma vitrocerâmica reforçada por leucita.

Métodos: 150 discos foram obtidos por usinagem automatizada e distribuídos nos grupos (n=30): C (controle - sem tratamento térmico), A-575 (*annealing* à 575°C), A-790 (*annealing* à 790°C), G (glaze à 790°C com abertura imediata do forno) e GM (glaze à 790°C - modificado por resfriamento lento). Os discos foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial (ISO 6872/2008) e os resultados avaliados pela análise de Weibull. A rugosidade (Ra e Rz) antes e após os tratamentos foi mensurada. Um espécime de cada grupo foi utilizado para difração de raios-X (DRX).

Resultados: o grupo A-790 produziu os maiores valores de resistência à fratura (211,7 MPa); os demais (A-575, G e GM) permaneceram abaixo do controle (187,7 MPa). O valor de m não diferiu entre os grupos. Todos os tratamentos reduziram a rugosidade média (Ra) dos espécimes. Apenas os grupos de *annealing* diminuíram a amplitude média (Rz). A DRX revelou não ter havido mudanças de fase cristalina (leucita tetragonal). Alterações no tamanho dos cristalitos de leucita não foram expressivas.

Significância: maiores valores de resistência à fratura e diminuição da rugosidade superficial para uma vitrocerâmica reforçada por leucita são conseguidos através de *annealing* acima da transição vítrea ($T_g = 625 \pm 20^\circ\text{C}$) após a usinagem. Tal regime é capaz de reestruturar favoravelmente o material, sem modificar sua estrutura cristalina original. *Annealing* abaixo da transição vítrea e regimes de glazeamento reduzem significativamente a resistência do material.

Palavras-chave: Cerâmica Vítrea. Leucita. CAD-CAM. Usinagem. Rugosidade. Ciclo Térmico. Resistência Flexural Biaxial.

INTRODUÇÃO

Estudos clínicos envolvendo longos períodos de acompanhamento (> 5 anos) relatam taxas de sobrevivência, entre 76 e 97%, para restaurações vitrocerâmicas leucíticas. A fratura completa da cerâmica ("*Bulk fracture*") figura entre as principais causas de falha das restaurações, totalizando de 3 à 11% delas [1,2,3,4]. Lascamentos coesivos da vitrocerâmica também são citados, porém não são computados como insucesso, já que este tipo de defeito não inviabilizou a manutenção das restaurações em função [1,2,4].

As vitrocerâmicas são amplamente utilizadas em restaurações indiretas com alto apelo estético, onde busca-se, além de mimetização dos tecidos dentais, uma resistência mecânica superior a das cerâmicas feldspáticas. As melhorias nas propriedades mecânicas desses materiais foram possibilitadas graças à inclusão de partículas, tais como a leucita [5,6,7], e ao desenvolvimento dos sistemas Cad-Cam (Computer Aided Design; Computer Aided Machining), os quais permitem a confecção de peças protéticas a partir de blocos cerâmicos pré-fabricados obtidos por um processo padronizado e reproduzível, com menor incorporação de defeitos ao material. Entretanto, mesmo com a implementação de mecanismos de tenacificação de fratura, os componentes cerâmicos que constituem esses blocos, mantêm seu comportamento friável, acumulando tensões residuais e sendo sensíveis a diversos danos ao longo do processo de usinagem [8,9,10]. Por outro lado, acredita-se que a usinagem seria capaz de introduzir uma fina faixa de tensões compressivas na superfície da cerâmica, com efeito positivo sobre sua resistência [11,12]. Assim, o entendimento destes efeitos são requisitos fundamentais para prever os possíveis mecanismos de falha e avaliar a confiabilidade de restaurações confeccionadas pelos sistemas Cad-Cam.

Diferentes tratamentos térmicos vem sendo empregados em materiais viscoelásticos, como as cerâmicas vítreas, na tentativa de controlar as tensões residuais [13,14], e até mesmo reduzir alguns dos danos acumulados ao longo das diversas etapas de confecção das restaurações, visando com isso melhorar o comportamento mecânico destes materiais. Tais tratamentos normalmente compreendem o recozimento da cerâmica (*annealing*) e são conduzidos em temperaturas que oscilam em torno da temperatura de transição do vidro (T_g), onde a viscosidade do material encontra-se reduzida e ideal para que ocorra a autodifusão das

moléculas e relaxamento das tensões internas da cerâmica [15,16]. Porém, ciclos atingindo temperaturas próximas ao ponto de amolecimento do material [17,18], com o intuito de promover uma possível cicatrização de defeitos também tem sido relatados.

A maneira como é conduzida a etapa do resfriamento, também é um aspecto relevante neste tipo de tratamento, já que é a taxa (rápida ou lenta) em que este processo ocorre que irá determinar o quanto de tensão será liberada ou acumulada [14,19]. Quando um material vítreo é resfriado a partir de uma temperatura acima de sua T_g para uma abaixo, um estado de desequilíbrio termodinâmico é instalado no interior da matriz vítrea, a partir do qual as suas propriedades (termodinâmicas, mecânicas, etc.) retornam aos poucos aos seus valores de equilíbrio [14,20]. Caso o resfriamento seja conduzido de maneira rápida, tal equilíbrio poderá não ser restaurado, fazendo com que tensões residuais desiguais sejam geradas [14,19], fragilizando o material.

Materiais constituídos por diferentes fases, como as vitrocerâmicas reforçadas por leucita (com uma fase vítrea e outra cristalina), devem ser tratados com extremo cuidado pois estas fases comportam-se de maneira diferente frente ao tratamento térmico [20,21,22], necessitando de regimes que atendam os requisitos para o equilíbrio estrutural de cada uma delas. Alguns estudos demonstram que, dependendo do regime térmico adotado, este pode levar a alterações nos cristais e até mesmo das fases constituintes do material [23,24].

Existem trabalhos demonstrando que até mesmo tratamentos térmicos rotineiros na prática laboratorial, como os ciclos de glazeamento, possam estar associados a alterações mecânicas e estruturais, vindo a interferir na resistência à fratura dos materiais cerâmicos [9,25,26,27,28]. Dessa maneira, tais regimes devem ser levados em conta para predizer com maior precisão o desempenho a longo prazo das restaurações. No entanto, existe uma inconsistência na literatura a respeito dos diversos protocolos térmicos aplicados em materiais cerâmicos. Os dados existentes sobre a influência de tais tratamentos nas características estruturais e mecânicas do material são inconclusivos.

Diante do exposto, o presente trabalho visou investigar o efeito de tratamentos térmicos de *annealing* e de glazeamento na resistência à fratura de uma cerâmica vítrea reforçada por leucita. A primeira hipótese testada foi de que ciclos que adotassem banhos de

aquecimento com temperaturas acima da temperatura de transição vítrea, associados a taxas lentas de resfriamento, seriam capazes de produzir maiores valores de resistência à fratura do material, quando comparados aos tratamentos que abrissem mão de algum desses quesitos. Adicionalmente, buscou-se avaliar o efeito desses tratamentos na rugosidade superficial e na estrutura cristalina da vitrocerâmica (tamanho dos cristalitos e mudanças de fase), testando-se uma segunda hipótese de que prováveis acréscimos nos valores de resistência, estariam associados à redução na rugosidade superficial; e uma terceira hipótese, de que possíveis decréscimos nos valores de resistência estariam associados ao aumento no tamanho dos cristalitos e à mudanças de fase cristalina.

MATERIAIS E MÉTODOS

Confecção dos espécimes por usinagem (sistema CEREC®)

Discos com 13,5 mm de diâmetro e 1,4 mm de espessura foram confeccionados a partir de blocos totalmente sinterizados de cerâmica vítrea reforçada por leucita (IPS Empress® CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) com dimensões 14 x 14 x 18 mm, por meio de usinagem pelo sistema CEREC inLab MC XL (Sirona, Alemanha), utilizando-se par de brocas diamantadas específicas para cerâmicas vítreas (Step Bur 12S e Cylinder Pointed Bur 12S, Sirona, Alemanha), sob intensa refrigeração. A substituição dos pares de brocas foi realizada por solicitação da máquina ou devido à falha da broca.

Finalizado o processo de usinagem, os 150 discos receberam polimento apenas na superfície superior, correspondente à face oclusal de uma coroa cerâmica. O polimento foi realizado com lixas de carbetto de silício nas granulações 400, 600 e na presença de água, até que o espécime atingisse a espessura final de 1,4 mm ($\pm 0,05$ mm), a qual foi verificada por meio de micrômetro (210 MAP, Starrett, Estados Unidos).

Os discos foram distribuídos de forma randomizada entre os cinco grupos experimentais, utilizando-se do programa Random Allocation, versão 1.0 (desenvolvido por M. Saghaei, Department of Anesthesia, Isfahan University of Medical Sciences, Isfahan, Iran).

Determinação da temperatura de transição vítrea (T_g)

Análise Térmica Diferencial (ATD) [29] foi realizada com o intuito de estimar a T_g da cerâmica e confirmar a informação fornecida pelo fabricante, referente a este valor ($625 \pm 20^\circ\text{C}$) [30]. A análise foi realizada em aparelho específico (Mettler TGA/SDTA 851e), com cerca de 20mg do material a uma taxa de aquecimento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$, desde a temperatura ambiente até 1000°C , em atmosfera de oxigênio. A T_g foi determinada pela interseção de uma reta traçada à meia altura das linhas-base (representativas dos limites inferior e superior da reação endotérmica), com a linha tangente ao ponto de inflexão da curva gerada pelo gradiente de fluxo de calor [31].

A figura 1 ilustra a curva de ATD obtida para a vitrocerâmica, bem como o método para a obtenção da T_g . O valor estimado de T_g obtido pela ATD foi compatível com o proposto pelo fabricante ($625 \pm 20^\circ\text{C}$) [30], demonstrando ser este um valor “confiável” para guiar o

delineamento dos grupos experimentais. A partir disso, tornou-se possível elaborar diferentes protocolos de tratamento térmico, variando-se a temperatura de forma relativa à T_g .

Grupos experimentais: tratamentos aplicados à cerâmica

Os grupos experimentais e os protocolos de queima previamente estabelecidos estão descritos na Tabela 1. No grupo controle (C), os espécimes foram somente usinados e não receberam tratamento térmico. Nos demais grupos, os espécimes usinados sofreram algum tipo de tratamento térmico, realizado em forno de queima VITA VACUMAT 6000 MP (VITA – Alemanha).

O ciclo térmico de glazeamento (G), com duração média de 11 min, seguiu estritamente as recomendações do fabricante: temperatura inicial de 403°C, tempo de pré-aquecimento de 6 min, taxa de aumento de temperatura de 100°C/min, temperatura de manutenção de 790°C durante 1,5 min, conexão de vácuo durante 3 min e 20 seg, entre 450°C e 789°C [30]. A abertura do forno se deu ao final da etapa de aquecimento, caracterizando um resfriamento abrupto. Os ciclos de *annealing* (A-575 e A-790) foram conduzidos com a mesma temperatura inicial (403°C), tempo de pré-aquecimento (6 min) e taxa de aumento de temperatura (100°C/min) que o ciclo G. A partir daí, estes regimes foram delineados variando-se a temperatura do banho de aquecimento, acima (790°C) e abaixo (575°C) da T_g do material ($625 \pm 20^\circ\text{C}$), na qual o material permaneceu 15 minutos. Em ambos os regimes A-575 e A-790 foi realizado resfriamento lento. Esta etapa se caracterizou pela manutenção do forno fechado até que o material atingisse a temperatura de 200°C. O período prolongado de banho de aquecimento, juntamente com o resfriamento lento, resultaram em ciclos térmicos com duração média de 1 h e 30 min para o grupo A-575 e 2 hs e 20 min para o regime A-790. O ciclo de glazeamento modificado (GM) diferiu do ciclo adotado pelo grupo G somente na etapa de resfriamento, o qual foi conduzido lentamente (manutenção do forno fechado até que o material atingisse a temperatura de 200°C). Esta modificação acrescentou pouco mais de 1h ao tempo total do ciclo original (grupo G).

Apesar de os ciclos de *annealing* não necessitarem da presença de vácuo, este foi utilizado, com o intuito de propiciar uma atmosfera idêntica para todos os grupos, já que os regimes de glazeamento necessitam deste ambiente em determinada parte do ciclo. Assim, o

vácuo foi mantido durante a etapa de aquecimento dos ciclos de *annealing* pelo mesmo período de duração (3 min e 20 seg) e a partir da mesma temperatura (450°C) daquele realizado nos grupos G e GM.

O número de repetições por grupo foi de 30, para que se pudesse realizar a verificação da probabilidade de falha do material e o cálculo do módulo de Weibull para os diferentes tratamentos. Um espécime adicional, representativo de cada grupo, foi necessário para realização das análises microestruturais, por meio de difração de raios X.

Ensaio de flexão biaxial “*piston-on-three ball*”

O ensaio monotônico de resistência à fratura foi realizado em conformidade com as normas do teste de flexão biaxial “*piston-on-three-ball*” para cerâmicas, descrito na ISO 6872/2008 [32], em máquina de ensaios universais (DL-1000 Emic, Brasil), a uma taxa de carregamento de 0,5 mm/min. O espécime foi posicionado sobre três esferas equidistantes de 2,5 mm de diâmetro, separadas por um ângulo de 120°, sobre um círculo de 10 mm de diâmetro, de forma que a superfície usinada representativa da face interna do disco (entenda-se da restauração) fosse submetida à tensão de tração (voltada para baixo). Uma tira de polietileno foi posicionada entre o suporte metálico e o disco, bem como entre o disco e o pistão a fim de distribuir uniformemente as pressões de contato [33]. A carga foi aplicada no centro da superfície superior do disco por um pistão cilíndrico de superfície plana com raio de 0,7 mm.

Os valores de carga para fratura foram utilizados no cálculo da resistência flexural, em MPa, levando-se em conta a espessura dos discos, segundo as equações 1, 2 e 3.

$$\sigma = -0.2387 \cdot P \cdot (X - Y) / d^2 \quad \text{Equação 1}$$

$$X = (1 + \nu) \cdot \ln(B/C)^2 + [(1 - \nu)/2] \cdot (B/C)^2 \quad \text{Equação 2}$$

$$Y = (1 + \nu) \cdot [1 + \ln(A/C)^2] + (1 - \nu) \cdot (A/C)^2 \quad \text{Equação 3}$$

Sendo P, a carga para fratura somada a 0,42 N (peso do pistão); d, a espessura do disco; ν , 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).

Análises complementares

Rugosidade Superficial

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

Os parâmetros adotados para a análise da rugosidade superficial foram os parâmetros Ra (rugosidade média do perfil) e Rz (médias das cinco maiores amplitudes do perfil) [34]. Os valores de Ra e Rz 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* (λ_c), estabelecido de acordo com a norma ISO 4287:1997 [35], adotando-se por referência os valores de Ra alcançados em uma primeira leitura. O valor de λ_c foi de 0,8 mm (valor tabelado para $0,1 < Ra \leq 2,0$), 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.

Difração de Raios X

A difratometria foi realizada com a intenção de caracterizar a estrutura cristalina da vitrocerâmica antes e depois dos tratamentos térmicos e analisar o efeito do tratamento térmico sobre os cristalitos (partículas sub-micrométricas) de leucita.

Um disco adicional de cada grupo foi submetido à difração de raios X (D8 Advanced XRD, Bruker AXS GmbH, Alemanha), antes e após o respectivo regime térmico, com varredura de 20° à 45°, passo de 0,02°, tempo de 187 segundos. O comprimento de onda utilizado foi o K_α Cu com $\lambda = 1,5416 \text{ \AA}$. 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 cristalitos foi determinado para o pico (404) - localizado em 2θ , $\cong 38^\circ$ e FWHM (*full width at half maximum*) $\cong 0,3^\circ$ - antes e após o tratamento térmico, por meio da equação de Debye (Equação 4) [36].

$$T = 0,9\lambda / \beta \cos\theta$$

Equação 4

Em que T é o diâmetro médio dos cristais, λ o comprimento de onda dos raios-x (1,5416 Å), Θ é a localização do pico e β é a largura da meia altura do pico selecionado, em radianos. O real valor de β foi calculado por meio da Equação 5 [36], a qual desconta do valor de β obtido na difratometria da cerâmica (β_M), o valor medido em um cristal com dimensão superior a 1000 Å, nesse caso, o silício (β_S).

$$\beta^2 = \beta_M^2 - \beta_S^2 \quad \text{Equação 5}$$

Análise estatística

Os dados de rugosidade superficial foram submetidos a teste T- Pareado (grupos dependentes) para comparação intra-grupos das médias antes e após cada tratamento térmico, tendo-se em vista que apresentaram distribuição não normal ($p < 0,05$ para teste de Shapiro-Wilk), mas com homogeneidade das variâncias ($p > 0,05$ para teste de Levene).

Análise de Weibull [37,38] foi empregada para comparar-se os grupos quanto à resistência flexural, através do parâmetro escalar σ_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 informações sobre a dispersão dos dados de onde pode-se extrair 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.

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

Sendo P_f a probabilidade de fratura, σ a tensão de fratura, m o módulo de Weibull e σ_0 a resistência característica. A probabilidade de falha para cada valor de tensão ($P_{f(\sigma)}$) foi calculada através da Equação 7.

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

Sendo que i é 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% [39]. A sobreposição dos intervalos de confiança denota semelhança estatística entre os grupos.

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

Equação 8

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

Equação 9

$$m_{\text{superior}} = m / l_u$$

Equação 10

$$m_{\text{inferior}} = m / l_l$$

Equação 11

RESULTADOS

A resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) dos grupos testados podem ser visualizados na tabela 2. Os grupos G e GM apresentaram valores de resistência característica similares entre si, mas significativamente inferiores ao grupo controle (C). O grupo A-575 atingiu valores de resistência superiores em relação aos grupos submetidos às diferentes modalidades de glazeamento (G e GM). Porém, ainda assim, este ciclo de *annealing* (A-575) apresentou resistência inferior à do grupo controle (C). Já o grupo A-790 produziu o melhor resultado no que tange à resistência flexural da vitrocerâmica, superior à dos demais grupos testados (A-575, G e GM) e, inclusive, significativamente maior que os alcançados pelo grupo controle (C). 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 2).

A comparação intra-grupos dos parâmetros de rugosidade (R_a e R_z) antes e após os tratamentos térmicos encontram-se na tabela 3. Todos os tratamentos térmicos foram capazes de reduzir significativamente a rugosidade média (R_a) dos espécimes. Já os valores de amplitude média do perfil, representados pelo parâmetro R_z , apresentaram redução significativa apenas para os grupos submetidos à tratamentos de *annealing* (A-575 e A-790).

A análise de difração de raios X revelou não ter havido mudanças de fase cristalina no material após os tratamentos térmicos, tendo a leucita permanecido em seu arranjo cristalino estável, na forma tetragonal (Figura 2). O tamanho dos cristalitos de leucita antes e após a realização dos ciclos térmicos pode ser visualizado na tabela 4. O tamanho médio inicial dos cristalitos foi de 28,8 nm, variando após o tratamento, desde reduções na ordem de 0,8 nm para o grupo GM até aumento de no máximo 2,1 nm para o grupo A-790.

DISCUSSÃO

Regimes térmicos envolvendo procedimentos laboratoriais rotineiros, como o glazeamento, até protocolos mais complexos como os de recozimento (*annealing*), tem sido investigados em relação a possíveis efeitos sobre a resistência mecânica de materiais cerâmicos [9,13,25,26,27,28] inclusive em espécimes usinados [17,18]. Estudos demonstram ainda, que fatores vinculados à falha de restaurações vitrocerâmicas, como o acúmulo de tensões residuais, podem ser manejados através do uso de tratamentos térmicos, graças às propriedades viscoelásticas destes materiais [14,19]. Dentro desta abordagem, o presente trabalho visou analisar o efeito de ciclos térmicos de *annealing* e de glazeamento na resistência à fratura de uma vitrocerâmica reforçada por leucita. Os espécimes, de geometria simplificada, foram obtidos a partir de usinagem automatizada, na tentativa de simular os efeitos reais que a mesma traz às restaurações.

A hipótese testada foi a de que ciclos térmicos que adotassem temperaturas de aquecimento acima da T_g , associados a taxas lentas de resfriamento, seriam capazes de liberar tensões residuais e rearranjar o material na sua configuração mais homogênea e equilibrada, de maneira que este não acumulasse novas tensões. Como consequência, maiores valores de resistência à fratura seriam esperados, quando comparados aos regimes realizados abaixo da T_g , ou com resfriamento rápido.

Os maiores valores de resistência vinculados ao grupo A-790 (211,7 MPa) foram ao encontro da hipótese apresentada, podendo ser creditados ao fato de que talvez este regime térmico tenha conseguido atingir o “ponto de *annealing*” [16,40]. Em temperaturas acima da T_g , como no caso dos 790°C, adotados no banho de aquecimento do grupo A-790, há energia térmica suficiente [41], a viscosidade é bem mais baixa e a matriz vítrea se estabiliza rapidamente, devido à intensa difusão molecular, induzindo o relaxamento das tensões [14,42,43]. No ciclo realizado para o grupo A-790, a temperatura foi diminuída cuidadosamente, até que os átomos pudessem se rearranjar numa configuração de mínima energia e não fossem adicionadas novas tensões ao material [16]. O tratamento térmico proposto para o grupo A-790 parece ter promovido um rearranjo estrutural favorável do material, já que o valor de resistência flexural biaxial por ele atingido (211,7 MPa) é maior que o sugerido pelo

fabricante (160 MPa) [44], e também maior que o obtido no grupo controle (187,7 MPa), em espécimes usinados, sem tratamento térmico.

No regime adotado para o grupo GM, submeteu-se a cerâmica à 790°C por 1,5 minutos, como sugerido em protocolos de glaze indicados para esta cerâmica [30], enquanto que no grupo A-790, manteve-se esta temperatura durante 15 minutos. Em ambos os grupos foram adotadas taxas lentas de resfriamento. Portanto, estes regimes diferiram apenas em relação ao tempo em que o material permaneceu à 790°C. Entretanto, o grupo GM não apresentou melhora nos valores de resistência à fratura, contrariando a primeira hipótese do estudo. Os valores de resistência alcançados foram em torno de 157,7 MPa, sendo estes significativamente inferiores aos do grupo A-790 (211,7 MPa) e similares aos do grupo G (153,7 MPa), onde os espécimes foram resfriados rapidamente. Tais achados demonstram que talvez o período de 1,5 minutos em que a cerâmica permaneceu à temperatura de 790°C não tenha sido suficiente para que a mesma atingisse as condições ideais de viscosidade e recebesse energia térmica suficiente a ponto de promover difusão molecular e o relaxamento das tensões acumuladas após a usinagem. É sabido que ao atingir o “ponto de *annealing*”, um material vítreo pode levar aproximadamente 15 minutos para que suas tensões sejam efetivamente reduzidas [16,40]. Tensões residuais, que neste caso não puderam ser suficientemente relaxadas devido ao tempo de aquecimento reduzido, podem ser aprisionadas após o material ser resfriado abaixo da T_g [42,43]. Então, para que se possa manter o material por mais tempo em um estágio menos viscoso; e, dessa forma, promover efetivamente o alívio das tensões é necessário não só a escolha adequada de uma faixa de temperatura, como também o tempo que o material precisará permanecer nela [40].

O período em que o material permanece aquecido à uma temperatura constante também parece ser crucial quando o procedimento é realizado abaixo da T_g , como por exemplo, os 575°C utilizados no ciclo térmico do grupo A-575. A cerâmica submetida a este regime também permaneceu, aparentemente tempo insuficiente na etapa de aquecimento, impossibilitando que todas as suas tensões fossem relaxadas, refletindo em valores de resistência flexural inferiores (tabela 2) quando comparados aos grupo A-790 e C. Uma explicação plausível é de que nos 575°C adotados para o ciclo A-575 a viscosidade da matriz

vítrea é mais alta, e os movimentos moleculares são muito lentos [14] e, segundo Bertolotti and Shelby (1979) [45], como forma de compensar o uso de uma temperatura abaixo da transição vítrea, um longo tempo de banho de aquecimento seria necessário para que o vidro se estabilizasse e liberasse adequadamente as tensões. Tal fato também ocorreu no estudo de Fischer et al. 2005 [13], onde foram necessárias dez horas de queima para que o relaxamento das tensões da vitrocerâmica ocorresse em protocolos à temperaturas abaixo da T_g do material tratado. Além disso, a temperatura alcançada pelo ciclo A-575 (575°C), parece ter promovido movimentação molecular, sem no entanto ter conseguido alcançar energia térmica suficiente para romper as ligações atômicas e permitir a autodifusão e a reorganização estrutural do material [16,40].

Outra explicação plausível para a redução dos valores de resistência (tabela 2) nos grupo A-575, G e GM é que talvez os ciclos térmicos empregados, devido à menor temperatura ou ao menor tempo de banho de aquecimento, possam ter promovido apenas o alívio de tensões compressivas superficiais originadas pela usinagem [12]. Segundo Marshall et al. (1983) [11], 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) [9] observaram redução na resistência flexural de uma cerâmica feldspática convencional após tratamento térmico, fato atribuído ao alívio de tensões compressivas originadas pelo polimento. O ciclo utilizado no grupo A-790 parece ter sido capaz de manejar adequadamente as tensões residuais do material, repercutindo em maiores valores de resistência à fratura. Talvez um possível rearranjo estrutural favorável alcançado no material, em toda sua espessura, tenha sobrepujado os possíveis prejuízos associados ao alívio das tensões compressivas provenientes da usinagem.

Diante do exposto até o momento, tanto a temperatura do banho de aquecimento quanto o tempo em que os espécimes permaneceram neste processo demonstraram ter influência na resistência flexural da vitrocerâmica. A etapa de resfriamento mesmo que conduzida lentamente, pareceu não ser eficaz quando associada à períodos insuficientes de banho de aquecimento, tanto acima (grupo GM - 790°C) quanto abaixo (grupo A-575 - 575°C) da T_g da vitrocerâmica (625±20°C). O grupo G apresentou valores de resistência à fratura em torno de

153,7 MPa, os quais foram estatisticamente inferiores aos grupos C, A-575 e A-790, entretanto similares aos do grupo GM (157,7 MPa), indicando que talvez a maneira como é conduzido o resfriamento (lento ou rápido), apesar de importante segundo alguns estudos [46,47], não seja tão crucial quando comparada às etapas que envolvem o banho de aquecimento (tempo e temperatura em que ele ocorre) na busca por regimes térmicos que melhorem a resistência à fratura da vitrocerâmica após o processo de usinagem.

De maneira complementar buscou-se investigar o efeito dos tratamentos térmicos na rugosidade superficial da vitrocerâmica (tabela 3). A hipótese testada foi de que possíveis aumentos nos valores de resistência, estariam associados ao fato de que os tratamentos térmicos pudessem reduzir a rugosidade superficial. O grupo A-790, além de apresentar valores de resistência expressivos (211,7 MPa), também conferiu, após a realização do tratamento térmico, valores de rugosidade superficial significativamente menores aos espécimes ($Ra_{\text{depois}} = 1,47\mu\text{m}$ e $Rz_{\text{depois}} = 9,39\mu\text{m}$), do que aqueles promovidos pela usinagem ($Ra_{\text{antes}} = 1,54\mu\text{m}$ e $Rz_{\text{antes}} = 10,03\mu\text{m}$), confirmando parcialmente a segunda hipótese. Tal comportamento, não se perpetuou de igual forma nos demais grupos. Os tratamentos G, GM apesar de reduzirem a rugosidade média (Ra) da cerâmica, não foram capazes de alterar o parâmetro Rz, corresponde à amplitude média dos defeitos, nem otimizar os valores de resistência do material. O grupo A-575 reduziu significativamente ambos os parâmetros Ra e Rz, porém esta melhora no perfil de rugosidade não foi acompanhado pelos valores de resistência. Assim, a segunda hipótese foi rejeitada para os grupos A-575, G e GM pois, apesar da redução dos valores de rugosidade superficial por eles alcançada, diminuição da resistência à fratura da cerâmica foi constatada.

Denry (2013) [8], acredita que embora as restaurações feitas a partir de blocos de vitrocerâmica à base de leucita sejam submetidas a tratamentos térmicos, e que este possa ser capaz de reduzir o grau de tensões acumuladas após usinagem, é provável que os defeitos sub-superficiais e superficiais produzidos nesta fase não seja minimizados após o glazeamento, e acabem por se tornar a origem da fratura depois de algum tempo em serviço. Nessa linha de pensamento, acredita-se que os tratamentos térmicos aplicados à cerâmica, apesar de terem reduzido os valores de rugosidade superficial (pelo menos em um de seus

parâmetros) nos grupos testados, não foram capazes de minimizar os defeitos críticos, possíveis responsáveis pela falha dos espécimes. Isto se reflete nos valores de módulo de Weibull (m) similares entre os grupos (tabela 2), indicando que nenhum dos tratamentos térmicos foi capaz de modificar a população de falhas do material, quando comparados ao grupo sem tratamento (C). O módulo de Weibull (m) relaciona-se com a dispersão dos dados de resistência, refletindo a distribuição de defeitos na cerâmica [48]. Assim, as reduções sofridas nos parâmetros de rugosidade parecem não ter associação com o aumento dos valores de resistência alcançados pelo grupo A-790.

Poucos trabalhos investigaram a possibilidade de cerâmicas tratadas termicamente apresentarem mudanças em seus parâmetros de rugosidade e até mesmo no fechamento de defeitos artificialmente gerados. Lenz et al. (2002) [49], sugerem que em temperaturas ao redor da T_g , o comportamento viscoelástico da porcelana pode favorecer o fechamento de microtrincas e produzir valores de resistência mecânica mais elevados. No trabalho proposto por Addison et al. (2012) [18], a rugosidade superficial dos discos de cerâmica feldspática usinados por sistema CAD/CAM (Vita Mark II) não foram influenciados pela realização de *annealing* (à 900°C por 1 hora), mesmo este valor estando bem próximo à temperatura de amolecimento do material ($914 \pm 8^\circ\text{C}$). Entretanto, quando a mesma cerâmica foi submetida à igual temperatura (900°C), porém por um período de 2 horas, houve redução no tamanho do defeito gerado por indentação Vickers nos espécimes, indicando uma possível modificação superficial, que no entanto não foi seguida do aumento dos valores de resistência no material [17]. Análise em MEV de espécimes obtidos a partir de diferentes cerâmicas usináveis (Vita Mark II, ProCAD, IPS Empress CAD, e IPS e.max CAD) revelou que, independente da cerâmica testada, as superfícies submetidas a *overglaze* eram homoganeamente lisas em oposição às superfícies estriadas das amostras que foram polidas. Entretanto, o *overglaze* produziu valores de resistência à compressão similares estatisticamente aos produzidos pelos grupos polidos [50]. A análise complementar em microscopia eletrônica, a fim de investigar possíveis “cicatrizações” de defeitos por meio de aplicação de tratamentos térmicos pode ajudar a esclarecer esta questão.

Por fim, por meio de difração de raios X buscou-se caracterizar a vitrocerâmica termicamente tratada, a fim de investigar qualquer alteração microestrutural que os regimes térmicos pudessem vir a causar em cada um dos grupos. As propriedades dos materiais podem ser altamente dependentes de sua estrutura cristalina [16] e do tamanho do cristalito [51], estando este associado, por exemplo, à resistência à flexão, ao desgaste [52], e às características estéticas do material [53]. A transparência alcançada por algumas cerâmicas vítreas é proveniente de um tamanho de cristalito extremamente reduzido, inferiores à 100 nm (muito menor do que o comprimento de onda da luz visível) [54]. Assim, tanto o controle da estrutura cristalina, identificando as fases presentes, como o controle do tamanho do cristalito (grau de cristalização) são objetivos importantes durante a fabricação e a manipulação de qualquer material [51]. O pico de difração escolhido para este tipo de análise foi o (404), por situar-se num ângulo mais elevado, pois sabe-se, pela lei de Bragg, que quanto menor o valor de 2θ , maior o erro introduzido nos parâmetros da célula unitária [36].

Normalmente, os cristalitos tendem a aumentar de tamanho com o aumento da temperatura de tratamento, refletindo num estreitamento dos picos obtidos pela análise da difração de raios X [55]. O aumento individual destas partículas (maior grau de cristalização), quando significativo, pode acarretar na fusão dos cristalitos entre si no interior do grão, transformando-o numa espécie de “monocristal” extremamente rígido, ou até mesmo num crescimento não controlado do tamanho do grão [16]. Esta situação representaria de certo modo uma cristalização desordenada, a qual é indesejada no processamento de vitrocerâmicas [52,56]. Do contrário, quando o pico encontra-se alargado, uma redução do tamanho da partícula normalmente pode estar associado [57]. Entretanto, de maneira geral, a elevação da temperatura gerada pelos ciclos testados não promoveu mudanças no grau de cristalização do material, refletindo em alterações pouco expressivas no tamanho de cristalito (tabela 4) para o pico (404), que não sofreu estreitamento, tampouco alargamento (figura 2). Aliado a isto, nenhum dos tratamentos térmicos foi capaz de acarretar em mudanças de fase cristalina do material e a leucita se manteve na sua forma estável (leucita tetragonal) (figura 2). Assim, a terceira hipótese, de que possíveis decréscimos nos valores de resistência estariam

associados à alterações na estrutura cristalina original (aumento no tamanho dos cristalitos e mudanças de fase), foi rejeitada.

O fato de os tratamentos térmicos não terem acarretado em mudanças na microestrutura cristalina do material demonstra que os ciclos adotados parecem não modificar a composição estabelecida pelo fabricante. A relevância de tal informação está associada principalmente ao grupo A-790, que melhorou a resistência à fratura da vitrocerâmica, sem contudo modificar a estrutura original da cerâmica. Vale salientar que pequenas variações na composição e na microestrutura podem determinar novas propriedades mecânicas, químicas e físicas para um dado material. A melhora na resistência à fratura alcançada por este regime (A-790) parece estar vinculada unicamente ao relaxamento das tensões, ao refinamento estrutural do material e à redução dos valores de rugosidade superficial conseguidos através do tratamento térmico.

As etapas de finalização de restaurações vitrocerâmicas, que compreendem a aplicação de óxidos corantes e o glazeamento, são importantes para que se consiga a mimetização da estrutura dental. Diante dos resultados encontrados, o possível efeito deletério do ciclo de glazeamento na resistência da vitrocerâmica sugere a necessidade de trabalhos que avaliem a viabilidade de se empregar regimes térmicos alternativos, como o ciclo A-790 - que utiliza a mesma temperatura sugerida pelo fabricante (790°C), porém por um período mais longo de banho de aquecimento (15 min), acompanhado por resfriamento lento - para a realização de glazeamento das restaurações. Estudos que tragam informações à respeito do efeito do ciclo A-790 sobre as propriedades ópticas da vitrocerâmica são necessários, na busca por um ciclo que possa maximizar a resistência à fratura de vitrocerâmicas leucíticas, sem no entanto interferir no efeito desejado do glazeamento sobre as características estéticas da restauração.

CONCLUSÕES

Maiores valores de resistência à fratura e diminuição da rugosidade superficial para uma vitrocerâmica reforçada por leucita são conseguidos através de *annealing* acima da transição vítrea após a usinagem. O regime A-790 - conduzido à 790°C durante 15 minutos, seguido de resfriamento lento - é capaz de manejar adequadamente as tensões residuais, produzindo uma reorganização estrutural favorável do material, sem contudo modificar sua estrutura cristalina original.

Tratamento de *annealing* abaixo da transição vítrea e ciclo de glazeamento, seja o recomendado ou o modificado por resfriamento lento, diminuem significativamente a resistência da vitrocerâmica reforçada por leucita.

AGRADECIMENTOS

Este estudo foi parcialmente financiado pela FAPERGS (Fundação de Amparo à Pesquisa do Rio Grande do Sul, Brasil).

Os autores agradecem ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, Brasil e ao Centro de Ciências da Saúde / Universidade Federal de Santa Maria por apoiar esta pesquisa.

Além disso, somos gratos pela doação de brocas diamantadas do sistema CEREC pela Sirona.

Os autores afirmam não haver conflito de interesses.

REFERÊNCIAS

1. Van Dijken JW and Hasselrot L. A prospective 15-year evaluation of extensive dentin-enamel-bonded pressed ceramic coverages. *Dent Mater*, 2010; 26:929-39.
2. Frankenberger R, Taschner M, Garcia-Godoy F, Petschelt A and Krämer N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. *J Adhes Dent*, 2008; 10:393-8.
3. Fradeani M and Redemagni M. An 11-year clinical evaluation of leucite-reinforced glass-ceramic crowns: A retrospective study. *Quintessence Int*, 2002; 33:503-510.
4. Guess PC, Selz CF, Steinhart YN, Stampf S and Strub JR. Prospective clinical split-mouth study of pressed and CAD/CAM all-ceramic partial-coverage restorations: 7-year results. *Int J Prosthodont*, 2013; 26:21-5.
5. Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG Jr and Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater*, 2011; 27:394-406.
6. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda Júnior WG and Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J Dent*, 2005; 33:721-9.
7. Song XF and Yin L. Stress and damage at the bur-prosthesis interface in dental adjustments of a leucite-reinforced glass ceramic. *J Oral Rehabil*, 2010; 37: 680-691.
8. Denry I. How and does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? *Dent Mater*, 2013; 29:85-96.
9. 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; 8:311-9.
10. Zhang GM, Satish KG and Ko WK. The mechanics of material removal mechanisms in machining ceramics. Technical Report TR 94-22rl. Institute for Systems Research (NIST), Maryland; 1994.
11. 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.
12. Garvie CR, Hannink HR and Pascoe TR. Ceramic Steel? *Nature*, 1975; 258:703-704.
13. 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.
14. Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ Jr, Anusavice KJ, Moore BK and Yan J. The effects

of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater*, 2008; 24:1149-55.

15. Preston, FW. The fundamental law of annealing. *Trans Opt Soc*, 1925; 26: 270-273.

16. Callister WD and Rethwisch DG. *Materials science and engineering: an introduction*. 8. ed. Wiley; 2009.

17. Denry IL, Holloway JA and Tarr LA Effect of heat treatment on microcrack healing behavior of a machinable dental ceramic. *J Biomed Mater Res*, 1999; 48:791-6.

18. 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.

19. Taskonak B, Mecholsky JJ Jr, Anusavice KJ. Residual stresses in bilayer dental ceramics. *Biomaterials*, 2005; 26:3235-41.

20. Serbena FC and Zanotto ED. Internal residual stresses in glass-ceramics: a review. *J Non-Crystalline Solids*, 2012; 358: 975-984.

21. Mackert JR 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; 73:1221-7.

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

23. Mackert JR Jr, Russell CM. Leucite crystallization during processing of a heat-pressed dental ceramic. *Int J Prosthodont*, 1996; 9:261-5.

24. Barreiro MM and Vivente EE. Kinetics of isothermal phase transformations in dental porcelain. *J. Mater. Sci. - Mater. Med*, 1993; 4:431-436.

25. Fairhurst CW, Lockwood PE, Ringle RD and Thompson WO. The effect of glaze on porcelain strength. *Dent Mater*, 1992; 8:203-7.

26. Griggs JA, Thompson JY and Anusavice KJ. Effects of flaw size and auto-glaze treatment on porcelain strength. *J Dent Res*, 1996; 75:1414-7.

27. Brackett SE, Leary JM, Turner KA and Jordan RD. An evaluation of porcelain strength and the effect of surface treatment. *J Prosthet Dent*, 1989; 61:446-51.

28. Dong JK, Luthy H, Wohlwend A and Schärer P. Heat-pressed ceramics: technology and

strength. *Int J Prosthodont*, 1992; 5:9-16.

29. Klančnik G, Medved J and Mrvar P. Differential thermal analysis (DTA) and differential scanning calorimetry (DSC) as a method of material investigation. *RMZ - M&G*, 2010; 57: 127–142.

30. Ivoclar Vivadent. IPS Empress® CAD: instructions for use labside. 2006.

31. Rieger J. The glass transition temperature T_g of polymers - Comparison of the values from differential thermal analysis (DTA, DSC) and dynamic mechanical measurements (torsion pendulum). *Polym Test*, 2001; 20:199-204.

32. ISO 6872, Dentistry – Ceramic Materials. 3rd ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008.

33. Wachtman JB Jr, Capps W and Mandel J. Biaxial flexure tests of ceramic substrates. *J Mater* 1972; 7:188-194.

34. Whitehouse D. Surfaces and their measurement. 1. Ed. Hermes Penton Science; 2002.

35. ISO 4287: Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface Texture: Profile Method, Terms, Definitions and Surface Texture Parameters. Geneva: International Organization for Standardization; 1997.

36. Cullity BD. Elements of x-ray diffraction. 2. ed. Addison-Wesley Publishing Company; 1978.

37. Weibull W. A statistical theory of the strength of materials. *Swed Inst Eng Res*, 1939; 151:1-45

38. Weibull W. A statistical distribution of wide applicability. *J Appl Mechan*, 1951; 18:293-297.

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

40. Kingery WD, Bowen HK and Uhlmann DR. Introduction to ceramics. 2. ed. Wiley; 1976.

41. Isgrò G, Kleverlaan CJ, Wang H and Feilzer AJ. The influence of multiple firing on thermal contraction of ceramic materials used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations. *Dent Mater*, 2005; 21:557-64.

42. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater*, 2009; 5:1668-77.

43. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y and Strub JR. Shear bond

strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater*, 2008; 24:1556-67.

44. Ivoclar Vivadent. IPS Empress® CAD: scientific documentation. 2006.

45. Bertolotti RL and Shelby JE. Viscosity of Dental Porcelain as a Function of Temperature. *J Dent Res*, 1979; 58:2001-2004.

46. Tholey MJ, Swain MV and Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater*, 2011; 27:1102-10.

47. Choi JE, Waddell JN and Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: Indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dent Mater*, 2011; 27:1111-8.

48. Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*, 2010; 26:135-47.

49. Lenz J, Thies M, Wollwage P and Schweizerhof K. A note on the temperature dependence of the flexural strength of porcelain. *Dent Mater*, 2002; 18:558-60.

50. Asai T, Kazama R, Fukushima M and Okiji T. Effect of overglazed and polished surface finishes on the compressive fracture strength of machinable ceramic materials. *Dent Mater J*, 2010; 29:661-7.

51. Uvarov V and Popov I. Metrological characterization of X-ray diffraction methods for determination of crystallite size in nano-scale materials. *Mater Charact*, 2013; 85:111-123.

52. Theocharopoulos A, Chen X, Wilson RM, Hill R and Cattell MJ. Crystallization of high-strength nano-scale leucite glass-ceramics. *Dent Mater*, 2013; 29:1149-57.

53. Beall GH and Pinckney LR. Nanophase Glass-Ceramics. *J Am Ceram Soc*, 1999; 82:5-16.

54. Beall GH, Duke DA. Transparent glass ceramics. *J Mater Sci*, 1969; 4:340-352.

55. Venkateswarlu K, Chandra Bose A and Rameshbabu N. X-ray peak broadening studies of nanocrystalline hydroxyapatite by Williamson–Hall analysis. *Physica B: Condensed Matter*, 2010; 405:4256-4261.

56. Chen X, Chadwick TC, Wilson RM, Hill RG and Cattell MJ. Crystallization and flexural strength optimization of fine-grained leucite glass-ceramics for dentistry. *Dent Mater*, 2011; 27:1153-61.

57. Qazi SJ, Rennie AR, Cockcroft JK and Vickers M. Use of wide-angle X-ray diffraction to

measure shape and size of dispersed colloidal particles. *J Colloid Interface Sci*, 2009; 338:105-10.

Tabela 1– Descrição dos grupos experimentais e dos protocolos térmicos.

Grupos (n=30)						
	Glaze (G) ¹	Glaze Modificado (GM)	Annealing abaixo da T _g (A-575)	Annealing acima da T _g (A-790)	Controle (C)	
Usinagem	Sim	Sim	Sim	Sim	Sim	Sim
Temperatura inicial	403 °C	403 °C	403 °C	403 °C	403 °C	-
Taxa de aumento da temperatura	100 °C/min	100 °C/min	100 °C/min	100 °C/min	100 °C/min	-
Temperatura final	790°C	790°C	575°C	790°C	790°C	-
Duração do banho de aquecimento	1,5 minutos	1,5 minutos	15 minutos	15 minutos	15 minutos	-
	Rápida	Lenta	Lenta	Lenta		
Taxa de Resfriamento	Abertura imediata do forno ao término do banho de aquecimento.	O forno permanece fechado desde o início do ciclo até que no resfriamento o material atinja 200°C.	O forno permanece fechado desde o início do ciclo até que no resfriamento o material atinja 200°C.	O forno permanece fechado desde o início do ciclo até que no resfriamento o material atinja 200°C.		-
Vácuo	Sim De 450°C Até 789°C por 3 mim e 20 seg.	Sim De 450°C Até 789°C por 3 mim e 20 seg.	Sim De 450°C Até 575°C por 3 mim e 20 seg.	Sim De 450°C Até 789°C por 3 mim e 20 seg.		-

¹ Protocolo sugerido pelo fabricante. IVOCLAR VIVADENT. IPS Empress® CAD: Instructions for use labside. 2006.

Tabela 2 - Valores de resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) para os grupos experimentais. Letras iguais denotam semelhança estatística para os valores de resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m), com indicação de sobreposição dos intervalos de confiança (95% IC).

Grupos					
	C	G	GM	A-575	A-790
σ_0 - MPa (IC = 95%)	187,7 (181,1 -194,4) ^b	153,7 (148,8-158,6) ^d	157,7 (153,3 – 162,0) ^d	167,9 (163,0 – 172,8) ^c	211,7 (206,7 – 226,9) ^a
m (IC = 95%)	12,0 (8,4 – 15,5) ^a	13,3 (9,3 – 17,1) ^a	15,5 (10,9 – 20,0) ^a	14,7 (10,3 – 18,9) ^a	18,1 (12,7 – 23,2) ^a

Tabela 3 – Média e desvio padrão para os valores de rugosidade superficial (Ra e Rz) antes e após o tratamento térmico e comparação entre os grupos (T-pareado 5%).

Grupos	Momento da leitura	Ra - μm (desvio-padrão)	<i>p</i> -valor	Rz - μm (desvio-padrão)	<i>p</i> -valor
G	Antes	1,47 (0,24)	0,045	9,59 (1,73)	0,377
	Depois	1,41 (0,24)		9,24 (1,58)	
GM	Antes	1,46 (0,30)	0,001	9,59 (1,45)	0,160
	Depois	1,38 (0,29)		9,05 (1,76)	
A-575	Antes	1,45 (0,27)	0,000	9,46 (1,58)	0,001
	Depois	1,38 (0,28)		8,97 (1,78)	
A-790	Antes	1,54 (0,29)	0,001	10,03 (1,72)	0,000
	Depois	1,47 (0,25)		9,39 (1,45)	

$P \leq 0,05$ indica diferença entre os grupos

Tabela 4 – Tamanho dos cristalitos de leucita (nm) antes e após a realização dos tratamentos térmicos e variação dos mesmos (nm e %) após a realização dos tratamentos térmicos. Dados relativos ao pico (404), representativos da leucita tetragonal.

Pico	Grupos	Tamanho de grão antes (nm)	Tamanho de grão depois (nm)	Variação grão (nm)	Variação grão (%)
(404)	G	28,7	30,7	2,0	6,6
	GM	29,1	28,3	-0,8	-1,7
	A-575	28,6	30,1	1,5	4,5
	A-790	28,9	31,0	2,1	7,6

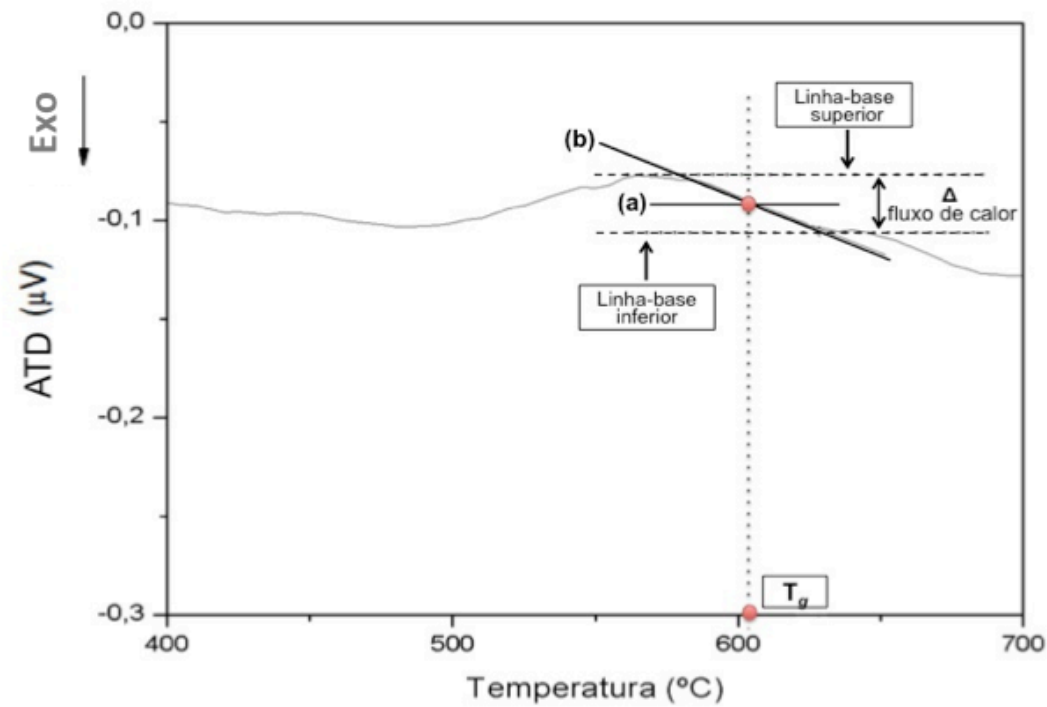


Figura 1 – Curva de ATD obtida a partir da vitrocerâmica reofrçada por leucita (IPS Empress® CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein). Determinação da T_g através da interseção entre as linhas (a) e (b). Sendo (a), a reta traçada à meia altura das linhas-base (representativas dos limites inferior e superior da reação endotérmica); e (b), a linha tangente ao ponto de inflexão da curva gerada pelo gradiente de fluxo de calor.

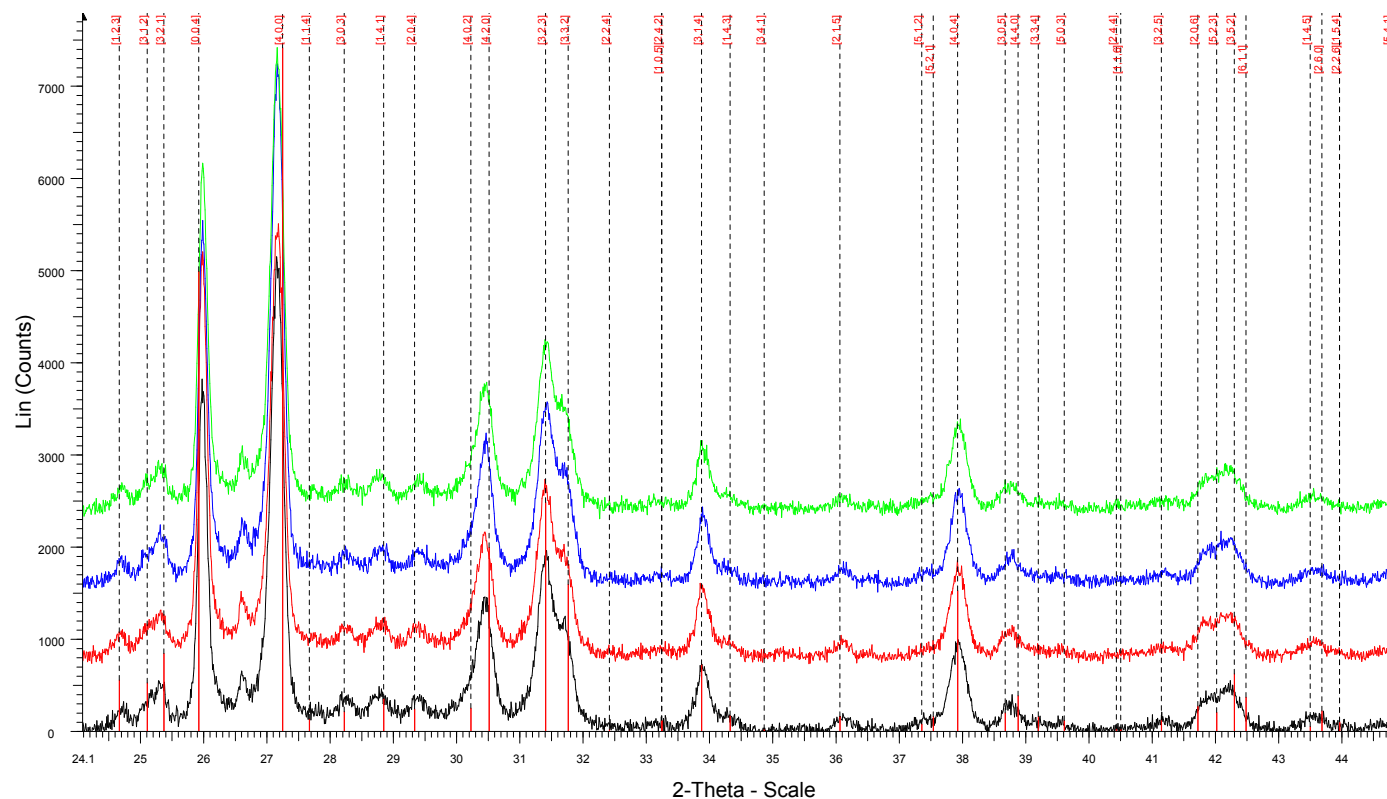


Figura 2 – Gráfico de difração de raios X referente aos grupos G (em verde), A-790 (em azul), A-575 (em vermelho) e GM (em preto), após os tratamentos térmicos. Os cristais de leucita permaneceram em seu arranjo cristalino estável, na forma tetragonal, em todos os grupos. A localização dos picos foi comparada aos valores disponíveis para a leucita tetragonal na ficha do padrão difratométrico mantida pelo *International Center Diffraction Data/Joint Committee for Powder Diffraction Studies*, representados pelas retas verticais vermelhas associadas a cada pico.

4 CONCLUSÃO

Aumento nos valores de resistência à fratura e diminuição da rugosidade superficial para uma vitrocerâmica leucítica são alcançados através de ciclo térmico de *annealing* acima da transição vítrea à 790°C por 15 min. Este regime parece ser capaz de eliminar as tensões residuais, visto que altos valores de resistência à fratura para a vitrocerâmica reforçada por leucita puderam ser conseguidos após a usinagem.

Tratamento térmico de *annealing* abaixo da transição vítrea e ciclo de glaze (recomendado ou modificado por resfriamento lento) diminuem significativamente a resistência à fratura da vitrocerâmica reforçada por leucita.

Nenhum dos regimes adotados se mostra capaz de alterar a estrutura cristalina original da vitrocerâmica.

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.

AHMAD, R. et al. An evaluation of the effects of handpiece speed, abrasive characteristics, and polishing load on the flexural strength of polished ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.94, n.5, p.421-9, 2005.

ANUSAVICE, K.J. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In: ____. **Materiais Dentários**. 10^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A., 1998. cap.4, p.28-43.

BAN, S.; MATSUO, K.; MIZUTANI, N.; TANIKAWA, H.; KAIKAWA, K.; HASEGAWA, J. Effect of Cooling Condition on Leucite Crystals in Dental Porcelains. **Dental Materials Journal**, v.18, n.2, p.137-143, 1999.

BARREIRO, M. M.; VICENTE, E. E. Kinetics of isothermal phase transformations in a dental porcelain. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**. v.4, n.4, p.431-436, 1993.

BERTOLOTTI, L. R.; SHELBY, E. J. Viscosity of Dental Porcelain as a Function of Temperature. **Journal of Dental Research**, v.58, n.10, p.2001-2004, 1979.

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.

BRACKETT, S.E. et al. An evaluation of porcelain strength and the effect of surface treatment. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.61, n.4, p.446-51, 1989.

CALLISTER, W.D.; RETHWISCH, D.G. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. Oitava Ed. Rio de Janeiro: LTC; 2013.

CESAR, P. F.; YOSHIMURA, H. N.; MIRANDA, W. G, Jr.; MIYAZAKI, C. L.; MUTA, L. M.; RODRIGUES FILHO, L. E. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. **Journal of Biomedical Materials Research - Part B: Applied Biomaterials**, v.78, n.2, p. 265-273, 2006.

CHEN, H.Y.; HICKEL, R.; SETCOS, J.C.; KUNZELMANN, K.H. Effects of surface finish and fatigue testing on the fracture strength of CAD-CAM and pressed-ceramic crowns. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.82, n.4, p.268-75, 1999.

CHOI, J.E.; WADDELL, J.N.; SWAIN, M.V. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: Indentation fracture and influence of coolingrate on residual stresses. **Dental Materials**, v.27, n.11, p.1111–8, 2011.

DENRY, I.L. How and when 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.J.; TARR, L.A. Effect of heat treatment on microcrack healing behavior of a machinable dental ceramic. **Journal of Biomedical Materials Research**, v.48, n.6, p. 791-796, 1999.

DENRY, I. L.; HOLLOWAY, J. A., ROSENSTIEL S. F. Crystallization Kinetics of a Low-Expansion Feldspar Glass for Dental Applications. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 41, n. 3, p. 398-404, 1998.

DENRY, I.; KELLY, J.R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental Materials**, v.24, n.3, p.299-307, 2008.

DONG, J.K.; LUTHY, H.; WOHLWEND, A.; SCHÄRER, P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. **The International Journal of Prosthodontics**, v.5, n.1, p.9-16, 1992.

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

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.

FRADEANI, M.; REDEMAGNI, M. An 11-year clinical evaluation of leucite-reinforced glass-ceramic crowns: a retrospective study. **Quintessence International**, v.33, n.7, p.503-10, 2002.

FRANKENBERGER, R.; TASCHNER, M.; GARCIA-GODOY, F.; PETSCHERT, A.; KRÄMER, N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.10, n.5, p.393-8, 2008.

GARVIE, C. R.; HANNINK, H. R.; PASCOE, T. R. Ceramic Steel? **Nature**, v. 258, n. 5537, p.703-704, 1975.

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. 311-319, 1995.

GONZAGA, C.C. et al. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. **Dental Materials**, v.27, n.4, p.394-406, 2011.

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

GUESS, P. C.; SELZ, C. F.; STEINHART, Y. N.; STAMPF, S.; STRUB, J. R. Prospective clinical split-mouth study of pressed and CAD/CAM all-ceramic partial-coverage restorations: 7-year results. **The International Journal of Prosthodontics**, v.26, n.1, p.21-5, 2013.

HUNG, C.Y.; LAI, Y.L.; HSIEH, Y.L.; CHI, L.Y. Effects of Simulated Clinical Grinding and Subsequent Heat Treatment on Microcrack Healing of a Lithium Disilicate Ceramic. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 21, n.6, p.496-498, 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-systemtechnicians/ips-empress-cad>. Acesso em: 27-de outubro de 2012.

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

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.

KINGERY, W.D.; BOWEN, H.K.; UHLMANN, D.R. **Introduction to ceramics**. Second Ed. New York: Wiley; 1976.

KOSMAC, T. et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dental Materials**, v.15, n.6, p.426-33, 1999.

LOHBAUER, U.; MÜLLER, F.A.; PETSCHERT, A. Influence of surface roughness on mechanical strength of resin composite versus glass ceramic materials. **Dental Materials**, v.24, n.2, p.250-6, 2008.

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.

MACKERT, J.R, JR.; EVANS, L. A. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelain. **Journal of Dental Research** v.70, n.2, p.137-139, 1991a.

MACKERT, J.R, JR.; EVANS, L. A. Multiple firing effect on leucite content of dental porcelains and correlation with thermal expansion (abstract). **Journal of Dental Research** v.71, p.238, Abst.n.1060, 1992.

MACKERT, J.R, JR.; EVANS, L. A. Quantitative x-ray diffraction determination of leucite thermal instability in dental porcelain. **Journal of the American Ceramic Society**, v.74, n.2, p.450-453, 1991b.

MACKERT, J.R, JR.; RUEGGERBERG, A. F.; LOCKWOOD, E. P.; EVANS, L. A.; THOMPSON, O.W. Isothermal Anneal Effect on Microcrack Density around Leucite Particles in Dental Porcelain. **Journal of Dental Research**, v.73, n.6, p. 1221-1227, 1994.

MACKERT, J.R. JR., RUSSELL, C.M. Leucite crystallization during processing of a heat-pressed dental ceramic. **The International Journal of Prosthodontics**, v.9, n.3, p. 261-5, 1996.

MACKERT, J.R, JR.; TWIGGS, S.W.; EVANS-WILLIAMS, A.L. Isothermal anneal effect on leucite content in dental porcelains. **Journal of Dental Research**, v.74, n.6, p. 1259-1265, 1995.

MAGNE, P.; KWON, K.; BELSER C. U.; HODGES, S. J.; DOUGLAS, H. W. Crack propensity of porcelain laminate veneers: A simulated operator evaluation. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.81, n.3, p.327-334, 1999.

MARSHALL, D.B.; EVARS, E.G.; KHURI-VAKUB, B.T.; TIEN, T.W.; KINO, G.S. The nature of machining damage on brittle materials. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and physical sciences**, v.385, n.1789, p. 461-475, 1983.

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

NAKAMURA, Y.; HOJO, S.; SATO, H. The effect of surface roughness on the Weibull distribution of porcelain strength. **Dental Materials Journal**, v.29, n.1, p.30-4, 2010.

ONG, J. L.; FARLEY, D. W.; NORLING, B. K. Quantification of Leucite Using X-Ray Diffraction. **Dental Materials**, v.16, n.1, p. 20-25, 2000.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial, a review. **Biomaterials**, v.20, n.1, p. 1-25, 1999.

PRESTON, W. F. The Fundamental Law of Annealing. **Transactions of the Optical Society**, v.26, n.5, p. 270-273, 1925.

QUEIROZ, C. M. A. **Cristalização de biomateriais vitrocerâmicos e mineralização em meio fisiológico simulado**. 2005. 270 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia dos Materiais) – Universidade de Aveiro, Aveiro, Portugal, 2005.

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

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.

SCHERRER, S.S.; CATTANI-LORENTE, M.; VITTECOQ, E.; DE MESTRAL, F.; GRIGGS, J.A.; WISKOTT, H.W.A. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μ m silica-coated alumina particles. **Dental Materials**, v.27, n.2, p. e28-42, 2011.

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.

SIGHINOLFI, D. Estudo Experimental das Deformações e Estado de Tensão em Materiais Cerâmicos Tradicionais. **Cerâmica Industrial**, v.16, n.5-6, p. 19-24, 2011.

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.

SONG, X.F.; YIN, L. Stress and damage at the bur-prosthesis interface in dental adjustments of a leucite-reinforced glass ceramic. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.37, n.9, p. 680-691, 2010.

SOUZA, J. C. M.; NASCIMENTO, R. M.; MARTINELLI, A. E. Efeito da Condensação e Queima na Formação de Defeitos Microestruturais em Cerâmicas Feldspáticas Dentárias. **Cerâmica**, v. 53, p. 288-294, 2007.

TASKONAK, B.; BORGES, G.A.; MECHOLSKY, J.J. JR.; ANUSAVICE, K.J.; MOORE, B.K.; YAN, J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. **Dental Materials**, v.24, n.9, p. 1149-55, 2008.

TASKONAK, B.; MECHOLSKY, J.J. JR.; ANUSAVICE, K.J. Residual stresses in bilayer dental ceramics. **Biomaterials**, v.26, n.16, p. 3235-41, 2005.

TINSCHERT, J. et al. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia based ceramics. **Journal of Dentistry**, v.28, n.7, p.529-35, 2000.

VAN DIJKEN, J. W.; HASSELROT L. A prospective 15-year evaluation of extensive dentin-enamel-bonded pressed ceramic coverages. **Dental Materials**, v.26, n.9, p.929-39, 2010.

VAN NOORT, R. The future of dental devices is digital. **Dental materials**, v.28, n.1, p.3-12, 2012.

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.

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

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 94-22rl. **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. 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 85mm). 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 μm , L (as in μm , 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, fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.