UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Kalisley Nicóli Ferranti

EFEITO DE DIFERENTES ESTRATÉGIAS DE USINAGEM EM CAD/CAM NA TOPOGRAFIA E COMPORTAMENTO DE FADIGA DE UMA VITROCERÂMICA

Passo Fundo

Kalisley Nicóli Ferranti

EFEITO DE DIFERENTES ESTRATÉGIAS DE USINAGEM EM CAD/CAM NA TOPOGRAFIA E COMPORTAMENTO DE FADIGA DE UMA VITROCERÂMICA

Dissertação apresentada ao Programa de Pósgraduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação da profa. Dra. Márcia Borba.

Passo Fundo

Folha reservada para Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a. Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho. Folha reservada para Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a. Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente á Deus, por me permitir a vida e um caminho repleto de aprendizado e evolução.

Á minha família, em especial aos meus pais Rosangela e Sadi. Vocês são meus guias e me motivam sempre a seguir em frente, dedico esta titulação a vocês! Obrigada por todas as oportunidades, todo o carinho, amor e cuidado. Minhas irmãs, Liégi e Caroli, por sempre estarem presentes, pelos auxílios, união e compreensão.

Meu agradecimento especial, e imenso a Profa. Márcia Borba. Se hoje escrevo esta dedicatória foi porque cheguei ao final de uma etapa importante e bastante desafiadora para mim. Você me motivou a seguir, compartilhou comigo todos os teus ensinamentos desde o início até os dias de hoje, sempre com muita paciência, motivação e organização. Seu amor pela área que estudamos é identificado em cada conversa, troca de informações e no modo como você os repassa. Eu admiro muito isso em você! Espero aprender muito ainda nas próximas etapas, você me inspira, muito obrigada!

Agradeço pelos colegas que tive o privilégio de conhecer no ambiente acadêmico, pelas novas amizades, trocas de experiências e conhecimento compartilhados.

Aos professores do PPG Odonto sempre dispostos á contribuir em suas áreas de trabalho, enriquecendo meu aprendizado durante o curso.

Aos funcionários da instituição, e aos colegas que auxiliaram no desenvolver desta pesquisa, em especial ao aluno da graduação Mateus Grethe por estar sempre disposto a ajudar, muito obrigada!

Á instituição UPF pela estrutura e suporte para o desenvolvimento deste projeto, bem como ao Laboratório Coral pelo auxilio no desenvolvimento do trabalho.

Ao apoio recebido pelo Edital Fapergs/CAPES 06/2018 – Programa de Internacionalização da Pós-Graduação no RS (n. 19/2551-0000677-2) e a Dentsply Sirona Brasil.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO14
2. REVISÃO DE LITERATURA18
2.1 Cerâmicas odontológicas
2.2 Vitrocerâmicas odontológicas19
2.3 Método de processamento CAD/CAM24
2.4 Danos introduzidos nas cerâmicas pelo processo de usinagem27
2.5 Fadiga Cíclica
3.1 Objetivos gerais
3.2. Objetivos específicos
4. MATERIAIS E MÉTODOS40
4.1 Distribuição dos corpos-de-prova42
4.2 Confecção dos Corpos-de-Prova42
4.2.1 (GC) Grupo Controle
4.2.2 (GS e GN) Grupos Suave e Normal
4.2 Análises em MEV51
4.3 Análises de rugosidade51
4.5 Ensaio de resistência à flexão biaxial53
4.6 Teste de fadiga cíclica55
4.7 Fractografia57
4.8 Difração de raios-X (X-ray Diffraction - XRD):58
5. RESULTADOS
5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)60

5.2 Rugosidade	64
5.3 Resistência flexural	65
5.4 Fadiga Cíclica	65
6. DISCUSSAO	72
6.1 Caracterização de composição e de superfície	72
6.2 Comportamento mecânico	74
7) CONCLUSÕES	80
REFERÊNCIASErro! Indicador não de	efinido.

LISTA DE TABELAS

5
7
3
t
5
5
5
V
)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Blocos de cerâmica Vita Suprinity	40
Figura 2 - Fluxograma do delineamento experimental do presente	
estudo4	41
Figura 3 - Corpo-de-prova de Suprinity em forma de disco	43
Figura 4a e 4b: Corte do bloco de cerâmica em fatias	44
Figura 5a e 5b: Programa CAD (a) e unidade CAM (b) do equipamente	0
Sirona InLab McX5	46
Figura 6a e 6b: Brocas 2.2, 1.4, 1.2 (ordem da esquerda para a direita)
utilizadas no processo de fresagem em CAD/CAM.	, 48
Figura 7a e 7b: Blocos posicionados na unidade CAM (a) e corpos-de-	
prova após processo de usinagem (b).	49
Figura 8 - Corpos-de-prova após usinagem, ainda acoplados nos pinos	5
de suporte.	50
Figura 9 a e 9b: Forno utilizado para o ciclo de cristalização (a) e	
corpos-de-prova cristalizados, prontos para utilização nos testes (b) 5	50
Figura 10 - Corpo-de-prova em equipamento rugosímetro de contato	
mecânico utilizado para as análises.	52
Figura 11 - Painel de controle do perfilômetro de contato mecânico	
registrando a leitura do parâmetro Ra.	52
Figura 12 - Recipiente com o dispositivo de teste imerso em água	
destilada em temperatura controlada de 37º C.	54
Figura 13a e 13b: Dispositivo de teste imerso em água destilada em	
temperatura controlada de 37° (a) e corpo-de-prova fraturado durante	0
ensaio (b).	54
Figura 14 - Corpos-de-prova acomodados para ciclagem. Máquina de	
ciclagem utilizada no estudo5	56
Figura 15a e 15b: Dispositivo utilizado para o teste de fadiga cíclica	
(a), dispositivo instalado com corpo-de-prova acomodado sobre as três	5
esferas (b).	56
Figura 16 - Microscópio óptico utilizado e imagens feitas para análises	s.
· · · · · · · · · · · · · · · · · ·	57

Figura 17a e 17b: Bordas dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b) a
<i>cristalização</i> 60
Figura 18a e 18b: Bordas dos CPs usinados do grupo GS antes (a) e
após (b) a cristalização61
Figura 19a e 19b: Superfície dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b)
a cristalização61
Figura 20a e 20b: Superfície dos CPs do grupo GS antes (a) e após (b) a
<i>cristalização</i> 62
Figura 21a e 21b: Imagem em MEV da broca Diamond 2.263
Figura 22e 22b: Imagem em MEV da broca Diamond 1.463
Figura 23a e 23b: Imagem em MEV da broca Diamond 1.264
Figura 24: Gráfico com as curvas de sobrevivência para os três grupos
experimentais
Figura 25 - Superfície de fratura de um CP do grupo GN. Imagem da
superfície de fratura onde pode-se identificar a compression curl na
região superior indicada pela seta
Figura 26 - Imagem ampliada da superfície de fratura do CP. Hackle
lines direcionando a origem da trica, e o ponto de origem da falha na
região inferior indicada pela seta68
Figura 27 - Difratograma obtido corpo-de-prova GC com identificação
de fases cristalográficas69
Figura 28 - Difratograma obtido corpo-de-prova GN com identificação
de fases cristalográficas70

LISTA DE ABREVIATURAS

CAD/CAM - Computer-aided design/ computer-aided manufacture

- CPs Corpos-de-prova
- CP Corpo-de-prova
- °C Graus Celsius
- G10 Resina epóxica reforçada com fibras de vidro
- GC Grupo controle
- GN Grupo normal
- GS Grupo suave
- Hz Hertz
- $K_{\rm Ic}$ Tenacidade à fratura
- Li₃PO₄ Ortofosfato de lítio
- Li₂Si₂O₅ Dissilicato de lítio
- Li₂SiO₃ Metassilicato de lítio
- MPa Megapascal
- mm Milímetro
- Min Minuto
- MEV Microscopia eletrônica de varredura
- n Tamanho da amostra
- N Newton
- PPF Prótese parcial fixa
- Ra Rugosidade média
- Rt Distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo
- Rz-Rugosidade média de cinco valores de rugosidade parcial
- s Segundos
- SCG Crescimento subcrítico de trinca
- SiO₄ Óxido de silício
- µm Micrômetro
- XRD Difração de raios X
- Y-TZP Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria
- ZLS Vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar o efeito de dois protocolos de usinagem em CAD/CAM nas características de superfície e comportamento mecânico de uma vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS, Suprinity). Foram produzidos 54 corpos-de-prova (CPs) com 1,2 mm de espessura x 12 mm de diâmetro. Destes, 18 confeccionados em laboratório de pesquisa (GC - grupo controle) e 36 utilizando dois protocolos de usinagem em CAD/CAM (n=18) (GN - grupo normal e GS - grupo suave). Topografia de superfície foi avaliada em MEV (n=1) e rugosímetro de contato (n=5), e as fases cristalinas com XRD (n=1). Os CPs foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=5). Os dados de σ_f foram utilizados para o teste de fadiga cíclica (n=10), realizado com carga de 35 N, frequência de 2 Hz, e água à 37° C, por 500.000 ciclos e monitorado para identificar a fratura dos CPs. Dados de rugosidade foram avaliados com teste ANOVA e Tukey (α =0,05) e dados de fadiga com análise de sobrevivência Kaplan-Meier (α=0,05). A superfície de fratura dos CPs foi analisada utilizando princípios da fractografia. Houve diferenca entre os grupos para os parâmetros de rugosidade Ra (p<0.001) e Rt (p=0,016). GS apresentou Ra superior a GN e GC, que não apresentaram diferença entre si. Para Rt, GS apresentou o menor valor, diferente de GN e GC. Para o parâmetro Rz (p=0,760) não houve diferenças significativas entre os grupos. Os valores de σ_f para GC, GN e GS foram 211 MPa, 210 MPa e 173 MPa, respectivamente. Não houve diferenças estatísticas nas curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais (p=0,782). Conclui-se que o tipo de protocolo de usinagem em CAD/CAM não afeta o comportamento mecânico da ZLS, mas influencia parcialmente as características de superfície.

Palavras-chave: Fadiga, cerâmica, desenho auxiliado por computador.

ABSTRACT¹

The objective of the study was to evaluate the effect of two CAD/CAM machining protocols on the surface characteristics and mechanical behavior of a lithium silicate and zirconia-based glass-ceramic (ZLS, Suprinity). A total of 54 specimens (CPs) with 1.2 mm thickness x 12 mm diameter were produced. Of these, 18 were made in the research laboratory (CG - control group) and 36 using two CAD/CAM machining protocols (n=16) (GN - normal group and GS - soft group). Surface characteristics were evaluated in SEM (n=1) and contact rugosimeter (n=5), and crystalline phases with XRD (n=1). Specimens were subjected to a biaxial flexural strength (σ_f) test (n=5). The σ_f data were used to define the load for the cyclic fatigue test (n=10), which was performed with 35 N load, 2 Hz frequency, in water at 37° C, for 500,000 cycles and monitored to identify specimens fracture. Roughness parameters were evaluated with ANOVA and Tukey test (α =0.05) and fatigue data with Kaplan-Meier survival analysis (α =0.05). Specimens fracture surface were analyzed using fractographic principles. There were differences between groups for the roughness parameters Ra (p<0.001) and Rt (p=0.016). GS showed higher Ra than GN and GC, which had similar values. For Rt, GS presented the lowest value, different from GN and GC. For the Rz parameter (p=0.760) there were no significant differences between the groups. Mean σ_{f} for GC, GN and GS were 211 MPa, 210 MPa and 173 MPa, respectively. There were no statistical differences for the survival curves between the experimental groups (p=0.782). It was concluded that the type of machining protocol has no influence on the mechanical behavior of ZLS, but the surface characteristics are partially affected.

Key words: fatigue, ceramics, computer-aided design

¹ EFFECT OF DIFFERENT CAD/CAM MACHINING STRATEGIES ON THE TOPOGRAPHY AND FATIGUE BEHAVIOR OF A GLASS-CERAMIC

1. INTRODUÇÃO

A utilização de cerâmicas na Odontologia com o objetivo de aperfeiçoar as características estéticas das restaurações e garantir alta biocompatibilidade é cada vez maior. O desenvolvimento de materiais restauradores com excelentes qualidades mecânicas e ópticas e as melhorias nos processos de fabricação são muito importantes para o sucesso dos tratamentos reabilitadores (BELLI *et al.*, 2017)

Entre as cerâmicas disponíveis para produzir próteses fixas dentais, destaca-se a vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS). A ZLS tem boas propriedades mecânicas e ópticas, sendo indicada para a confecção de *inlays, onlays*, facetas, coroas unitárias anteriores e posteriores suportadas por dentes ou implantes. Dois tipos de ZLS estão disponíveis comercialmente, a Suprinity (Vita Zanhfabrik) e a Celtra Duo (Dentlsply Sirona). A Suprinity, foco deste estudo, apresenta valores de tenacidade à fratura entre 1,3 e 2,3 MPa.m^{1/2} (ELSAKA E ELNAGHY, 2016; WENDLER *et al.*, 2017) módulo de Weibull entre 5 e 13 (ELSAKA e ELNAGHY, 2016; ROMANYK *et al.*, 2019; WENDLER *et al.*, 2017; ELSAKA E ELNAGHY, 2016; ROMANYK *et al.*, 2019; WENDLER *et al.*, 2017, 2018) módulo de elasticidade de 70,44 GPa, (ELSAKA e ELNAGHY, 2016) e dureza entre 6,5 e 7,0 GPa (ELSAKA e ELNAGHY, 2016; MENDONÇA *et al.*, 2018). A ZLS é

disponibilizada em blocos para confecção das restaurações com a tecnologia CAD/CAM (computer aided design-computer aided manufacturing). Os blocos de Suprinity são pré-cristalizados e devem ser submetidos a um ciclo de cristalização após a usinagem da restauração, enquanto os blocos de Celtra Duo já estão cristalizados (BELLI et al., 2016).

sistema CAD/CAM convencionalmente produz 0 as restaurações utilizando a técnica subtrativa, que envolve a abrasão do material com brocas diamantadas para esculpir a restauração. Estudos mostram que o processo de usinagem dos blocos cerâmicos com instrumentos diamantados na unidade CAM podem gerar defeitos críticos nos materiais, introduzindo trincas medianas e laterais, que afetam o seu comportamento mecânico (ROMANYK et al., 2019, 2020). Portanto, a etapa de usinagem é muito importante para garantir a integridade estrutural, adaptação e acabamento superficial das restaurações cerâmicas e tem sido foco de aprimoramento pelos fabricantes dos sistemas CAD/CAM. Recentemente, foram introduzidos novos protocolos de usinagem por CAD/CAM, que podem diferir no tempo, força e velocidade de usinagem, bem como no tipo e sequência de brocas utilizadas. Porém, o efeito da usinagem com esses diferentes protocolos no comportamento mecânico e qualidade de superfície de vitro-cerâmicas ainda não foi estudado.

Ainda, na cavidade oral, as próteses cerâmicas são submetidas às oscilações de cargas oclusais durante a mastigação, variações de pH e temperatura, além da presença de umidade. Essa combinação de fatores pode levar à falha por fadiga das restaurações. Diferentes testes laboratoriais são utilizados para simular o ambiente oral dentre eles, o

teste de fadiga que simula o mais próximo do que ocorre nesse ambiente. As falhas por fadiga acontecem quando as cerâmicas são submetidas a baixas tensões ao longo do tempo, ocasionado o crescimento de trincas. Quando essas trincas atingem um tamanho crítico, se propagam ocasionando uma falha na estrutura (DELLA BONA, 2009; ROMANYK *et al.*, 2019).

Estudos clínicos com dados de sobrevivência de próteses confeccionadas com a vitrocerâmica Suprinity ainda não foram relatados na literatura. Com relação a Celtra Duo, 88 coroas parciais foram acompanhadas por três anos, destas, duas foram perdidas, sendo uma pela perda do dente pilar e outra por fratura da restauração. A taxa de sobrevivência global foi de 99% (RINKE *et al.*, 2020). Portanto, ainda existem dúvidas a respeito da longevidade dessas restaurações e do efeito das diferentes estratégias de usinagem com CAD/CAM no comportamento mecânico das vitrocerâmicas.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmicas odontológicas

As cerâmicas atingem com sucesso os requisitos relacionados à estética e biocompatibilidade para aplicações odontológicas. São compostas por elementos metálicos e não-metálicos. São conhecidas por sua excelente capacidade de reprodução das características naturais dos dentes e no decorrer dos anos, a utilização das cerâmicas para restaurações dentárias tem aumentado consideravelmente. De modo geral, as mesmas são inertes e por isso, possuem estabilidade por um tempo longo, sendo amplamente indicadas em diversos procedimentos como pinos, braquetes ortodônticos, coroas, facetas, próteses parciais fixas, *inlays onlays*, implantes e pilares de implantes (DELLA BONA, 2009; ANUSAVICE, 2005; VAN NOORT, 2010).

Podem ser classificadas de acordo com a proporção de fase cristalina e/ou fase vítrea. A matriz vítrea geralmente é composta por uma cadeia básica de óxido de silício (SiO_4) e a quantidade da fase cristalina é o que define as propriedades mecânicas e ópticas do material (DELLA BONA, 2004). Assim, podem ser denominadas: vítreas, parcialmente cristalinas e policristalinas. As cerâmicas vítreas ou amorfas são predominantemente compostas por fase vítrea, apresentando baixa resistência à fratura e excelente estética. As parcialmente cristalinas possuem fase vítrea e fase cristalina que pode ser de alto ou baixo teor. Cristais são adicionados para melhorar as propriedades mecânicas (ex: leucita, óxido de alumínio, silicato de lítio e dissilicato de lítio), dispersos na matriz de vidro. As cerâmicas policristalinas não possuem vidro, mas possuem cristais que estão ligados entre si por meio dos seus contornos, e formam uma estrutura cristalina com maior tenacidade à fratura e resistência, porém, com propriedades ópticas inferiores (KELLY, 1999; DELLA BONA, 2009).

No contexto relacionado às fraturas das cerâmicas, uma característica comum, mesmo para aquelas com alta resistência (por exemplo, para as zircônias policristalinas), é a sua capacidade relativamente pequena de absorver energia antes da fratura, ou seja, são materiais friáveis. Sabe-se que a microestrutura da cerâmica influencia nas suas propriedades mecânicas e, geralmente, quanto maior for o conteúdo cristalino, melhor será seu desempenho mecânico (BELLI *et al.*, 2017). Assim, no decorrer dos últimos anos, os fabricantes buscam o desenvolvimento de cerâmicas com diferentes microestruturas, com o intuito de unir boas propriedades mecânicas e estética simulando as características ópticas dos dentes naturais (SAILER *et al.*, 2015).

2.2 Vitrocerâmicas odontológicas

As cerâmicas parcialmente cristalinas são muito utilizadas em âmbito odontológico e apresentam melhoras contínuas nas propriedades mecânicas e ópticas, associadas a melhorias na microestrutura e nos métodos de processamento. Entre essas cerâmicas destacam-se as vitrocerâmicas à base de: leucita, dissilicato de lítio (DL) e, mais recentemente, à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS) (RITZBERGER *et al.*, 2010).

A vitrocerâmica de dissilicato de lítio (DL) é muito utilizada na Odontologia porque apresenta uma boa combinação de propriedades ópticas e mecânicas, podendo ser fabricadas pela técnica de injeção, ou pelo método CAD/CAM. Possui na sua composição cristas de dissilicato de lítio (Li₂Si₂O₅) (60 a 70% em volume) dispersos de forma entrelaçada em uma matriz vítrea. Apresenta valores de resistência a flexão variando entre 280 a 334 MPa e tenacidade à fratura de 0,8 – 1,5MPa.m^{1/2}. São indicadas para uso clínico na forma monolítica em restaurações parciais e coroas totais, como infraestrutura de prótese parcial fixa (PPFs) e recobrimento de cerâmica à base de zircônia na técnica CAD-on.

Mais recentemente, introduziu-se no mercado a vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS). Essas cerâmicas estão disponíveis comercialmente para uso em CAD/CAM, em forma de blocos, sendo usinados em um estado parcialmente cristalizado (Suprinity, Vita Zahnfabrik) ou completamente cristalizado (Celtra Duo, Dentsply Sirona). São indicadas para produzir coroas anteriores e posteriores, próteses sob implante, facetas, inlays e onlays (KRÜGER *et al.*, 2013; ROMANYK *et al.*, 2019).

Quando a ZLS passa pelo processo de cristalização, os cristais de silicato de lítio nucleados atingem um tamanho médio de 0,5 a 1 μ m, de quatro a oito vezes menores do que os encontrados para os cristais de dissilicato de lítio presentes na DL (BELLI *et al.*, 2017). Uma microestrutura contendo cristais menores faz com que o material possua

propriedades mecânicas comparáveis à DL e melhor polimento. Além disso, como observado para a DL, as ZLS mantêm boas propriedades ópticas, são facilmente usinados em equipamentos CAD/CAM e obtêm um bom acabamento superficial, pois ainda possuem uma grande quantidade de matriz de vidro na sua composição (KRÜGER *et al.*, 2013). Ainda, os cristais dispersos na matriz de vidro podem retardar a progressão de trincas por deflexão, afetando seu comportamento mecânico (ZHANG *et al.*, 2014).

Em se tratando da ZLS Suprinity, no seu estado précristalizado, observa-se picos principais relacionados a metassilicato de lítio (Li₂SiO₃) e ortofosfato de lítio (Li₃PO₄). Após a cristalização, notase um aumento significativo de intensidade nas duas fases, e uma nova fase de cristal aparece, o dissilicato de lítio (Li₂Si₂O₅). A fase de zircônia foi detectada por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX), sugerindo a presença dos cristais de zircônia dissolvidos na fase vítrea ao invés vez de serem encontrados como partículas de reforço, como o próprio nome cita. A fase de dissilicato de lítio recém-formada detectada na vitrocerâmica Suprinity é de baixa intensidade quando comparada à intensidade em DL (IPS e.max CAD) e não é facilmente distinguível nas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Como a Suprinity é comercializada em um estado parcialmente cristalizado, requer um ciclo térmico adicional em forno (tratamento térmico de 8 minutos a 840°C). Sua principal vantagem está na capacidade de otimização do tempo para a produção de restaurações dentárias, uma vez que são mais rápidos em usinagem com CAD/CAM do que as vitrocerâmicas DL e precisam de um ciclo de cristalização muito curto (BELLI et al., 2017).

Em teste de tenacidade à fratura ($K_{\rm lc}$) da DL e ZLS, encontramse diferenças com relação aos estados de pré e pós-cristalização. No estágio pré-cristalizado, a Suprinity e a DL mostram valores de 0,913 MPa.m^{1/2} e 1,285 MPa.m^{1/2}, respectivamente. Após a cristalização, valores de 1,394 MPa.m^{1/2} e 2,040 MPa.m^{1/2} são encontrados para Suprinity e DL, respectivamente (BELLI *et al.*, 2017).

A vitrocerâmica ZLS Celtra Duo possui como característica estar em um estágio totalmente cristalizado. Ambas as vitrocerâmicas apresentam microestruturas semelhantes, constituídas principalmente por cristalinas. Os cristais submicrométricos duas fases maiores são chamados de metassilicato de lítio (Li₂SO₃) e tem forma arredondada e ligeiramente alongada, enquanto os cristais de ortofosfato de lítio (Li₃PO₄) aparecem como grânulos arredondados de tamanho manométrico (BELLI et al., 2017). Uma diferença que pode ser encontrada entre as marcas comerciais Celtra Duo e Suprinity é o tamanho da fase do metassilicato de lítio (Li₂SO₃) que possui maior crescimento em Celtra Duo (até ± 1 µm de comprimento) do que em Suprinity (~0,5 µm). Essa diferença no tamanho dos cristais de metassilicato de lítio também é observada nos padrões de difração de raio X (DRX) e pode refletir diferenças nos parâmetros de tratamento térmico (tempo, temperatura) (BELLI et al., 2017).

Elsaka e Elnaghy *et al.* (2016) avaliaram propriedades mecânicas da Suprinity e DL. Relataram para Suprinity valores de 2,31 MPa.m^{1/2} para tenacidade à fratura, 443 MPa de resistência flexural, módulo de Weibull de 13, módulo de elasticidade de 70,44 GPa e dureza de 6,5 GPa. Para DL encontraram valores de 2,01 MPa.m^{1/2} para tenacidade à fratura, 348 MPa de resistência flexural, módulo de Weibull

de 12, módulo de elasticidade de 60,61 GPa e dureza de 5,4 GPa. Os autores sugerem que a introdução de partículas de zircônia na composição de Suprinity tenha resultado em maior resistência à flexão e módulo de elasticidade em comparação com DL.

Belli *et al.* (2017) avaliaram oito materiais disponíveis comercialmente para utilização em CAD/CAM, dentre eles as vitrocerâmicas DL, Suprinity e Celtra Duo. Observaram valores semelhantes de resistência flexural para as três vitrocerâmicas. Entretanto, a Suprinity e a Celtra Duo apresentaram menor módulo de Weibull do que os demais materiais. Os autores sugerem que a incompatibilidade térmica entre as fases vítreas e cristalinas das duas ZLS resultaram em alta magnitude de tensões residuais que contribuíram para a grande dispersão dos resultados.

Mendonça *et al.* (2018) compararam a microestrutura, resistência à flexão, módulo de flexão, carga de fratura e microdureza de quatro tipos de materiais para CAD-CAM indicados para confecção de restaurações monolíticas, entre eles DL e Suprinity. A DL apresentou o maior valor de resistência à flexão (289 MPa), seguido pela Suprinity (230 MPa). Para o módulo de resiliência, o DL apresentou o valor mais alto (2,5 MPa) em comparação com os demais materiais, indicando sua capacidade de maior absorção de energia por unidade de volume sem criar distorções permanentes. A Suprinity (692 VHN) apresentou os maiores valores de dureza, seguida pela DL (596 VHN). De acordo com os autores, as coroas de todos os materiais testados apresentaram altos valores de carga de fratura. Na análise microestrutural em MEV foram observados pequenos cristais em forma de agulha dispersos em uma matriz vítrea na DL. Para a Suprinity, foram observados cristais

ligeiramente maiores com aparência mais alongada, arredondada e em forma de bastonetes.

Liu *et al.* (2021) determinaram o módulo de Weibull, resistência característica, parâmetros de crescimento subcrítico de trinca (SCG), e a durabilidade de três materiais, dentre eles a DL e a Celtra Duo. Foram confeccionados discos em CAD/CAM e nenhum método de polimento adicional foi feito nos corpos-de-prova após a cristalização. Para DL, o módulo de Weibull encontrado foi de 4,7 e a resistência flexural de 407 MPa. Para Celtra Duo os valores foram menores, sendo módulo de Weibull de 2,7 e resistência flexural de 279 MPa. De acordo com os autores, a DL e a Celtra Duo tem maior susceptibilidade ao SCG devido à presença de fase de vidro na sua composição. A resistência de ambas as vitrocerâmicas diminuiu em 80% em um período simulado de 10 anos.

Uma investigação prospectiva baseada na prática clínica acompanhou 71 pacientes que receberam 92 coroas parciais monolíticas de Celtra Duo fabricadas em CAD/CAM. Os critérios de inclusão foram dentes vitais ou tratados endodonticamente e dentes pré-molares e molares. A taxa de sobrevida global após 3 anos foi de 99%. A taxa de sobrevivência de 3 anos das coroas parciais de cerâmica de pré-molares foi de 100%, enquanto a taxa de sobrevivência para as coroas parciais de molares foi calculada em 99% (RINKE *et al.*, 2020).

2.3 Método de processamento CAD-CAM

Os sistemas CAD/CAM têm sido utilizados na Odontologia por muitos anos e com o passar do tempo, diferentes equipamentos já foram desenvolvidos para utilização no mercado. Esses sistemas estão em constante evolução, com o intuito de produzirem restaurações com melhores acabamentos e adaptação. Além disso, a evolução do sistema CAD/CAM permitiu a produção de restaurações com diversos tipos de materiais, como cerâmicas, resinas compostas e ligas metálicas. O processamento de materiais em um ambiente industrial controlado reduz fontes de defeitos criados durante etapas laboratoriais intermediárias como no processo de sinterização pela técnica estratificada ou até mesmo durante a polimerização de resinas composta (WENDLER *et al.*, 2017).

O sistema CAD/CAM apresenta três etapas. Primeiramente, acontece a aquisição de uma imagem digital do dente. Essa imagem pode ser obtida por meio de uma câmera intraoral digital, ou a partir de um troquel em gesso que é escaneado com um escaner de superfície. Sobre a imagem de um dente preparado, é construída a imagem digital com a ajuda de programas específicos de computador (CAD), sendo que as informações de dimensão e forma da restauração serão posteriormente enviadas para uma unidade de usinagem (CAM) onde a restauração será confeccionada. Nessa etapa ocorre a usinagem de um bloco/disco préfabricado que é desgastado por brocas/fresas acopladas em braços totalmente articulados até adquirir o formato final da restauração (ALGHAZZAWI, 2016).

Existem dois tipos de estratégias para produzir as restaurações em CAD/CAM. A primeira é a usinagem da restauração protética a partir de um bloco de material totalmente sinterizado ou cristalizado, que é conhecido como "fresagem dura". A segunda estratégia é a usinagem de um bloco em estado parcialmente sinterizado ou cristalizado, seguido de uma subsequente etapa final de sinterização ou cristalização em um

forno específico, conhecida como "fresagem suave". A fresagem dura resulta em restaurações com maior precisão de seus contornos e forma. Ambas as técnicas são utilizadas em odontologia e cada uma delas tem suas vantagens e desvantagens. Após a usinagem, também pode ser realizado um acabamento, por meio de glaze ou polimento (ALGHAZZAWI, 2016).

Um aspecto importante a ser considerado é que a usinagem em CAD/CAM cria uma superfície mais rugosa, sendo que a superfície interna da restauração permanece intacta, enquanto a superfície externa pode ser acabada, polida ou recoberta com porcelana ou glaze (FRAGA et al., 2017). Nesse contexto, e considerando que as restaurações cerâmicas podem falhar devido às trincas localizadas na região interna, a literatura mostra que este efeito da usinagem é visto com cautela, uma vez que superfícies mais ásperas podem prejudicar as propriedades mecânicas da cerâmica por acúmulo de danos e redução da vida útil em serviço clínico (ZHANG *et al.*, 2014).

Embora a técnica CAD/CAM já esteja bem estabelecida na odontologia, a desvantagem dessa técnica é o grande desperdício de material no processo de usinagem por se tratar de um método de fabricação subtrativo. Os resíduos correspondem a aproximadamente 90% do bloco pré-fabricado em alguns casos e os restos destes não são reutilizáveis. A técnica de fabricação aditiva (AM), também conhecida como impressão 3D, pode ser uma nova tecnologia eficaz para superar esse problema. Enquanto isso, a crescente demanda por produtos odontológicos personalizados e específicos para pacientes torna a odontologia um dos segmentos de rápida expansão (GALANTE,

FIGUEIREDO-PINA E SERRO, 2019; LAMBERT *et al.*, 2017; STANSBURY E IDACAVAGE, 2015).

2.4 Danos introduzidos nas cerâmicas pelo processo de usinagem

O sistema CAD/CAM convencionalmente produz as restaurações utilizando a técnica subtrativa, que envolve a abrasão do material com brocas diamantadas para esculpir a restauração. Durante o processo, o contato entre as partículas duras e irregulares de diamante e a superfície da cerâmica induz tensões residuais localizadas que resultam em micro trincas e perda de material. Assim, a resistência do material é definida pela severidade dessas trincas e sua interação com o campo de tensão residual (MARSHALL *et al.*, 1983).

Análises fractográficas identificam dois tipos principais de trincas associadas à usinagem em materiais cerâmicos, trincas medianas e laterais. As trincas medianas são formadas paralelamente à direção do movimento do contato abrasivo e se estendem até o volume da cerâmica. As trincas medianas não são isoladas, mas podem ser consideradas como uma série de defeitos adjacentes, ou coalescentes, que se estendem abaixo da zona de deformação plástica. As trincas laterais são formadas no sentido perpendicular à direção da usinagem e são tipicamente menos severas do que as medianas, com uma influência reduzida na resistência mecânica (ROMANYK *et al.*, 2019).

Em um estudo de Corazza *et al.* (2015) foi avaliada a influência da deterioração da broca de diamante usada em CAD/CAM na rugosidade da superfície e na carga máxima de falha de infraestruturas cerâmicas à base de Y-TZP recobertas com porcelana feldspática e a influência da fadiga cíclica nessas restaurações. Como resultado, a

rugosidade dos corpos-de-prova variou entre os dois pares de brocas usados na usinagem, porém, a diferença não foi refletida nos valores de carga para a fratura. Apesar de ter sido significativa, a correlação entre ordem de usinagem e rugosidade foi moderada.

Fraga et al. (2017) avaliaram o efeito da usinagem em CAD/CAM na resistência à flexão biaxial e na rugosidade superficial de vitrocerâmicas reforçada por leucita, DL e zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP). Os corpos-de-prova em forma de disco foram preparados por usinagem com CAD/CAM. A vitrocerâmica reforçada por leucita foi usinada em estágio totalmente sinterizado, a DL em estágio pré-cristalizado; e a Y-TZP em estágio parcialmente sinterizado. A ordem de usinagem e o conjunto de brocas utilizadas foram registradas e o efeito na rugosidade superficial e resistência à fadiga e à flexão de cada material foi avaliado. Após a usinagem, os discos de cada material foram divididos em dois grupos, sendo usinagem e usinagem seguida de polimento. Como resultado, observou-se que os grupos usinados apresentaram menor resistência flexural do que os grupos polidos. A maior redução na resistência à fadiga foi observada na Y-TZP (40%), seguido pela DL (33%) e vitrocerâmica reforçada por leucita (29%). A usinagem com CAD/CAM introduziu defeitos na superfície cerâmica, aumentando a rugosidade superficial e reduzindo a resistência à flexão e à fadiga de todas as cerâmicas investigadas quando comparadas com os grupos onde os defeitos superficiais foram removidos por polimento.

Um estudo realizado por Romanyk *et al.* (2019) teve como objetivo avaliar como a usinagem por CAD/CAM afeta o comportamento mecânico das ZLS. Foram

selecionadas três vitrocerâmicas, a DL e dois tipos de ZLS, Suprinity e Celtra Duo. A DL e a Suprinity são usinadas em estado parcialmente cristalizado e tratadas termicamente para obter a cristalização final. A ZLS Celtra Duo é usinada em uma forma totalmente cristalizada, mas é submetida a um tratamento térmico para liberar as tensões residuais. Dois grupos de corpos-de-prova foram fabricados, um grupo com o processo CAD/CAM, criando superfícies equivalentes àquelas geradas para uma restauração dentária, e outro grupo produzido por um processo de laboratório controlado para gerar amostras com um acabamento de superfície polida. Os corpos-de-prova foram submetidos aos testes de flexão biaxial. Como resultado, verificou-se que a resistência à flexão biaxial foi significativamente influenciada pelo tipo de material, método de fabricação e interação entre os fatores. A DL e Celtra Duo mostraram redução de 44 e 46% na resistência quando usinados. A Suprinity mostrou a menor degradação de resistência flexural (21%), mas a maior variação nos dados. Com isso, identificouse que o CAD/CAM introduz danos na superfície dos materiais que limitam a resistência do material. As etapas de pós-processamento, incluindo os tratamentos térmicos de cristalização, provavelmente modificam os defeitos e estado de tensão residual, porém não eliminam os danos na superfície introduzidos no momento da usinagem. Todos os corpos-de-prova mostraram evidências de danos introduzidos na usinagem em forma de trincas medianas e radiais em locais coincidentes ou periféricos à origem da falha.

No estudo de Romanyk *et al.* (2019), uma geometria de disco simplificada para teste de flexão biaxial foi usado para replicar o estado de tensão clínica esperado em superfícies internas de restauração. No

entanto, admite-se que in vivo há uma geometria mais complexa que afeta a distribuição de tensões dentro da restauração. O método experimental usado foi de natureza quase estática, sugerindo trabalhos adicionais para considerar a natureza dinâmica encontrada durante a função mastigatória.

Romanyk et al. (2020) avaliaram o efeito da usinagem com CAD/CAM e tratamento térmico no comportamento mecânico da Celtra Duo. No estudo, discos foram confeccionados em CAD-CAM e separados em dois grupos, com e sem tratamento térmico. Quatro grupos adicionais foram preparados manualmente, um grupo sem tratamento, um polido manualmente, um grupo polido manualmente e tratado termicamente e outro grupo tratado termicamente antes do polimento. Observaram que os corpos-de-prova produzidos pelo CAD/CAM apresentaram menor resistência flexural do que os grupos polidos. Quando o CAD/CAM foi utilizado, o tratamento térmico aumentou a resistência flexural dos corpos-de-prova. Na análise de XRD identificouse fases de metassilicato de lítio, dissilicato de lítio e ortofosfato de lítio que permaneceram inalteradas após o tratamento térmico. Imagens de MEV das superfícies de fratura revelaram porosidade submicrométrica difundida dentro da microestrutura de cerâmica usinada que pareceu ser reduzida após o tratamento térmico. Corpos-de-prova dos grupos CAD/CAM mostraram evidências de danos introduzidos na usinagem no formato de trincas laterais sub-superficiais e trincas radiais próximas à origem da fratura. Concluiram que as propriedades mecânicas da Celtra Duo são sensíveis aos defeitos de superfície introduzidos pelo processamento CAD/CAM.

Estudos também avaliam os danos introduzidos nas cerâmicas pela usinagem com brocas diamantadas utilizando outras metodologias, como o desgaste da superfície auxiliado por motor odontológico de alta rotação. Nesse sentido, Guilardi et al. (2020) investigaram o efeito da rugosidade da superfície em corpos-de-prova polidos manualmente e por simulação de usinagem em CAD/CAM e sua relação com o comportamento de fadiga de cinco cerâmicas odontológicas, dentre elas DL e Suprinity. A rugosidade dos corpos-de-prova foram medidos com um perfilômetro de contato usando os parâmetros de Ra e Rz. Os valores obtidos para Ra em DL foram de 0,07 µm para o grupo polido e 1,69 µm para CAD/CAM; e para Suprinity foram 0,06 µm para o grupo polido e 1,98 µm para CAD/CAM. Para o parâmetro Rz, DL apresentou valores de 0,59 µm para o grupo polido e 10,65 µm para CAD-CAM; e Suprinity obteve valores de 0,55 µm quando polido e 12,25 µm em CAD/CAM. A análise da taxa de sobrevivência mostrou que as condições de simulação de rugosidade de usinagem pelo CAD/CAM levaram a uma taxa de sobrevivência menor do que as condições de polimento para todos os materiais avaliados. A análise topográfica mostrou grande diferença na superfície das cerâmicas tratadas com o processo de simulação de usinagem em CAD/CAM, apresentando uma superfície mais irregular com ranhuras e trincas.

Chen *et al.* (2019) estudaram a capacidade de usinagem da Suprinity e da DL cristalizadas relacionada às forças e energia de usinagem, detritos, danos de superfície e lascamento, estabelecendo relação entre os parâmetros de processamento e as propriedades mecânicas dos materiais. A simulação dos ajustes foi realizada com auxílio de motor de alta rotação assistido por computador e brocas

diamantadas. Um dinamômetro de força piezoelétrico e um sistema de aquisição de dados de alta velocidade foram usados para monitoramento das forças de usinagem e energia entre as vitrocerâmicas com base em um índice de usinabilidade associado às propriedades mecânicas do material. Os índices mais altos de usinabilidade da Suprinity e da DL representam desafios na odontologia. ZLS apresentou detritos menores do que DL por causa da sua microestrutura mais fina. Suprinity apresentou microlascamentos e microfraturas mais irregulares. Os lascamentos das bordas induzido pela usinagem teve profundidades variando em 20–100 μ m para Suprinity e DL, e aumentaram significativamente com a taxa de remoção de material.

Dal Piva *et al.* (2020) avaliaram a probabilidade de sobrevivência da Suprinity em duas condições de superfície (polida ou rugosa). A resistência flexural dos corpos-de-prova polidos e rugosos foi de 376 MPa e 189 MPa, respectivamente. Pode-se concluir que Suprinity apresentou maior probabilidade de sobrevivência quando submetido à condição de corpos-de-prova polidos.

Além das tensões residuais identificadas por meio dos processos de usinagem em CAD/CAM, no próprio processo de resfriamento póscristalização as mesmas podem ser aumentadas devido à expansão térmica e incompatibilidade entre as fases cristalina e fase vítrea. As propriedades mecânicas das vitrocerâmicas dependem não apenas de sua composição e microestrutura, mas também do tipo de tensão ou compressões que são identificadas e da magnitude das tensões residuais. O campo de tensão residual térmica nas vitrocerâmicas identificadas após o resfriamento consistem em duas regiões: a região da tensão de tração na fase cristalina e a região compressiva na matriz (SERBENA e

ZANOTTO, 2012; WANG et al., 1997).

2.5 Fadiga Cíclica

As propriedades mecânicas dos materiais são requisitos importantes das próteses dentárias, uma vez que atuam como material de suporte de forças exercidas durante os processos de mastigação. As cerâmicas precisam permanecer na cavidade oral por longos períodos de tempo. Para sobreviverem, devem resistir às forças da mastigação e ao ambiente corrosivo presente na cavidade oral. As forças médias durante um processo de mastigação normal variam entre 40 N e 440 N. Forças mais altas podem ser facilmente alcançadas por breves períodos (500 a 880 N), especialmente durante hábitos parafuncionais (KELLY, 1999).

A distribuição de tensões das próteses dentárias é complexa, e em grande parte dependente da sua geometria. Embora a carga oclusal seja nominalmente compressiva, tensões de tração são desenvolvidas em algumas regiões das coroas unitárias e próteses parciais fixas (PPFs). As trincas tendem a se propagar onde essas tensões de tração são maiores (KELLY, 1999).

Ao avaliar o efeito dos danos introduzidos pelo CAD/CAM nos materiais restauradores odontológicos, é importante caracterizar o comportamento de fadiga. Os testes de fadiga podem simular as condições do ambiente bucal de forma mais realista do que os testes de fratura rápida. O termo fadiga designa de um processo progressivo de dano ocorrido em um material sujeito a tensões ou deformações ao longo de um período de tempo, resultando na propagação de trincas e na falha do material. A falha por fadiga em cerâmica ocorre quando o material é submetido a baixos níveis de estresse ao longo do tempo, em um ambiente úmido, levando ao crescimento lento e subcrítico da trinca, até atingir um tamanho crítico. Além disso, mecanismos de fadiga extrínseca e intrínseca podem estar envolvidos na degradação das propriedades mecânicas das cerâmicas, dependendo de sua composição e microestrutura (GONZAGA *et al.*, 2009).

O modo de aplicação da tensão ou deformação por fadiga pode ser estático (constante ao longo de determinado tempo), dinâmico (taxas de carregamento constantes) ou cíclico (tensões variadas ao longo do tempo) (BARAN *et al.*, 2001). O uso de cargas cíclicas nos testes laboratoriais pode ser eficaz para estimar o comportamento mecânico das cerâmicas durante o uso clínico. Sendo assim, os ensaios de fadiga cíclica são uma alternativa aos ensaios tradicionais para testes das propriedades mecânicas dos materiais dentários, reproduzindo uma condição mais próxima do que ocorre clinicamente. Nos testes de fadiga cíclica, ainda podem ser citados os métodos acelerados, criados para otimização do tempo e os convencionais de fadiga, e são denominados como métodos de escada (*staiscase*), técnica *boundary* e técnica stepstress.

A falha por fadiga devido à friabilidade do material ocorre de maneira súbita (catastrófica), sem ser precedida de qualquer deformação plástica visível, abrangendo três estágios diferentes, a nucleação da trinca, propagação e coalescência (CALLISTER, 2008).

O primeiro estágio da nucleação da trinca refere-se à formação da trinca a partir de um ponto de alta concentração de tensão, como poros, danos superficiais, ângulos agudos, inclusões e agregados (QUINN *et al.*, 2005). Nesse processo ocorre um rápido crescimento da

trinca. No segundo estágio, de propagação, a trinca tende a se propagar de forma perpendicular ao eixo de tração (BARAN *et al.*, 2001). E por fim, no terceiro estágio, de coalescência, é caracterizado pela falha final, que ocorre rapidamente após a trinca ter atingido um tamanho crítico (CALLISTER, 2008).

Os materiais cerâmicos são suscetíveis ao fenômeno de crescimento lento e subcrítico de trincas (SCG). Isso ocorre por uma interação química entre a cerâmica e o ambiente, na presença de umidade e tensões, em que a trinca se propaga de modo estável a partir de um valor de intensidade de tensão abaixo do nível crítico levando a diminuição da resistência do material em função do tempo (GONZAGA *et al.*, 2011).

Bergamo *et al.* (2019) buscaram avaliar a confiabilidade e o modo de falha de coroas de Suprinity confeccionadas em diferentes espessuras (0,5 mm, 1,0 mm e 1,5 mm). As coroas foram cimentadas em pilares de um análogo à dentina com um cimento resinoso. O teste de fadiga acelerado foi realizado deslizando o pistão 0,7 mm lingualmente para baixo na cúspide distobucal até a fratura da amostra. Os valores médios da carga até a fratura para as coroas Suprinity de 1,5 mm, 1,0 mm e 0,5 mm foram 2109 N, 1276 N e 718 N, respectivamente. A sobrevivência em fadiga foi menor para a espessura de 0,5 mm; mas não houve diferença entre as coroas com 1,0 mm e 1,5 mm. A análise fractográfica mostrou prevalência de trincas radiais com origem na interface de cimentação. Concluíram que a indicação da Suprinity para coroas monolíticas de molares parece promissora, mas é aconselhável cautela em restaurações ultrafinas (\leq 0,5mm de espessura).
Alves *et al.* (2020) avaliaram o desempenho à fadiga de coroas monolíticas de duas vitrocerâmicas (DL e Suprinity) e uma cerâmica policristalina Y-TZP usinadas em CAD/CAM e cimentadas com cimento resinoso a um análogo de dentina. A cerâmica policristalina apresentou melhor desempenho em fadiga que as vitrocerâmicas. Já a Suprinity teve maior taxa de sobrevivência do que a DL. O modo de falha encontrado foi trincas do tipo radial.

3. PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivos gerais

Avaliar o efeito de dois protocolos de usinagem em CAD/CAM nas características de superfície e comportamento mecânico de uma vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia.

3.2. Objetivos específicos

3.2.1 Caracterizar a topografia de superfície da vitrocerâmica produzida com diferentes protocolos de usinagem em CAD/CAM e método laboratorial (controle), por meio de análises em rugosímetro de contato e microscopia óptica e eletrônica de varredura.

Hipótese 1: A rugosidade de superfície é semelhante entre os grupos experimentais.

3.2.2 Avaliar o efeito do tipo de protocolo de usinagem com CAD/CAM no comportamento de fadiga da vitrocerâmica.

Hipótese 2: Corpos-de-prova produzidos com o protocolo de usinagem suave apresentam menor probabilidade de falha em teste de fadiga cíclica do que os produzidos com protocolo normal.

3.2.3 Avaliar o efeito da usinagem com CAD/CAM no comportamento de fadiga da vitrocerâmica.

Hipótese 3: Corpos-de-prova polidos produzidos em laboratório apresentam menor probabilidade de falha em fadiga dos que os produzidos pelo CAD/CAM.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo caracterizou a vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia Suprinity (Vita Zanhfabrik) (Figura 1). O delineamento deste estudo encontra-se no fluxograma da Figura 2.



Figura 1 - Blocos de cerâmica Vita Suprinity.



Figura 2 - Fluxograma do delineamento experimental do presente estudo.

4.1 Distribuição dos corpos-de-prova

Um total de 54 corpos-de-prova da vitrocerâmica Suprinity foram produzidos em três condições experimentais (n=18). Destes, 18 foram confeccionados no Laboratório de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo (FO-UPF). Outros 36 corpos-de-prova foram confeccionados utilizando dois protocolos diferentes de usinagem em CAD/CAM (suave e normal).

Primeiramente foram realizadas análise de danos de superfície em MEV (n=1). Após, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência a flexão biaxial (*piston on three balls*) (n=5) e teste de fadiga cíclica (n=12).

Os mesmos corpos-de-prova utilizados para os testes em fadiga cíclica foram previamente avaliados por meio de análises de Difração de Raio-X (XRD) (n=1) e rugosidade por meio de rugosímetro de contato (n=5).

Após os ensaios mecânicos, todos os corpos-de-prova foram analisados em microscopia ótica para identificar a origem das falhas com base nos princípios de fractografia (n=17).

4.2 Confecção dos Corpos-de-Prova

Os corpos-de-prova (CP) foram produzidos em forma de disco com dimensões de 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro (Figura 3).



Figura 3 - Corpo-de-prova de Suprinity em forma de disco.

Três grupos experimentais foram confeccionados sendo estes: (GC) grupo controle, com confecção em laboratório de pesquisa; (GS) grupo suave e (GN) grupo normal com confecção automatizada em CAD-CAM em laboratório de prótese dentária. Abaixo, segue a descrição dos grupos experimentais, sendo:

4.2.1 (GC) Grupo Controle

Para o grupo controle, blocos do material Suprinity foram cortados em fatias de 1,3 mm de espessura com disco diamantado em cortadeira metalográfica (Biopdi, São Carlos, SC, Brasil). O processo de corte deu-se sob irrigação constante em velocidade de 320 rpm (Figuras 4a e 4b)



Figura 4a e 4b: Corte do bloco de cerâmica em fatias.

As lâminas foram transformadas em discos de 12 mm de diâmetro com auxílio de pontas diamantadas cilíndricas nº1093 F e FF (KG Sorensen, Brasil) em caneta de alta rotação (Kavo) sob refrigeração constante. Após, a superfície dos discos foi planificada e polida com lixas de carbeto de silício #600 a #1200, com irrigação com água, até uma espessura final de 1,2 mm. Seguiu-se a cristalização dos discos, de acordo com as recomendações do fabricante em forno específico (Vita Vacumat 6000MP) (Tabela 1).

Vita Vacumat	Pré- secagem °C	Min.	Min.	°C/min	Temp. aprox. °C	Min.	VA C min	<u>∼</u> °C*
Queima	400	4,00	8,00	55	840	8,00	8,00	680

Tabela 1- Protocolo de cristalização da Suprinity segundo o fabricante.

*A câmara de queima permanece fechada durante o aquecimento lento.

4.2.2 (GS e GN) Grupos Suave e Normal

Para a produção dos corpos-de-prova dos grupos GS e GN, um desenho com as dimensões do disco foi projetado pelo software SolidWorks, e foi convertido em arquivo STL para leitura no programa CAD (Figura 5a) e usinagem com a unidade CAM (Figura 5b) do equipamento Sirona InLab McX5 (Dentsply Sirona). Para cada bloco cerâmico pré-fabricado um corpo-de-prova foi produzido.







(b)

Figura 5a e 5b: Programa CAD (a) e unidade CAM (b) do equipamento Sirona InLab McX5.

Para o processo de usinagem na unidade CAM, três protolocos estão disponíveis para utilização. Dois dos três protocolos disponíveis para usinagem foram selecionados, conforme descrito na Tabela 2. A diferença entre os dois protocolos selecionados deu-se no tempo de usinagem e percurso das brocas utilizadas.

Protocolo Normal (GN)	Protocolo Suave (GS)			
Nível de detalhamente	o: Alto	Nível de detalhamento: Bastante alto			
Sequência	Tempo	Sequência	Tempo		
Broca 2.2:	20 min	Broca 2.2:	22 min		
Granulação grossa	20 mm	Granulação grossa	22 11111		
Broca 1.4: Granulação intermediária	4 min 30 s	Broca 1.4: Granulação intermediária	6 min		
Broca 1.2: Granulação refinada	14 min	Broca 1.2: Granulação refinada	16 min		
Troca de brocas, calibração de pressão exercida sobre o material	1 min 30 s	Troca de brocas, calibração de pressão exercida sobre o material	1 min		
Tempo total de trabalho:	38 min 30 s	Tempo total de trabalho:	45 min 30 s		

Tabela 2 - Parâmetros dos protocolos Suave (GS) e Normal (GN) estabelecidos para usinagem em CAD-CAM.

As brocas selecionadas no presente estudo foram utilizadas de acordo com as recomendações do fabricante, sendo um total de três brocas de numeração 2.2, 1.4, e 1.2 (Figura 6a e 6b). O equipamento de CAD/CAM possui acomodação para um total de quatro brocas, neste estudo, utilizou-se três brocas devido ao fato de que uma das brocas é utilizada para caracterização anatômica dos materiais. Em virtude dos corpos-de-prova serem em formato de disco de superfície plana e lisa, não houve a necessidade de utilização da mesma.



(a)

Figura 6a e 6b: Brocas 2.2, 1.4, 1.2 (ordem da esquerda para a direita) utilizadas no processo de fresagem em CAD/CAM.

Os blocos pré-fabricados foram acomodados no suporte em máquina CAD/CAM para usinagem dos corpos-de-prova (Figura 7a e 7b).

(b)



(a) (b) Figura 7a e 7b: Blocos posicionados na unidade CAM (a) e corpos-deprova após processo de usinagem (b).

Após a usinagem, com o auxílio de uma caneta de alta rotação e broca diamantada de haste longa procedeu-se a remoção do pino de suporte dos corpos-de-prova (Figura 8). Após isso, foram submetidos aos ciclos de cristalização, seguindo as recomendações do fabricante, em forno específico (VITA Vacumat 6000 MP) (Tabela 1 e Figuras 9a e 9b).



Figura 8 - Corpos-de-prova após usinagem, ainda acoplados nos pinos de suporte.



Figura 9a e 9b: Forno utilizado para o ciclo de cristalização (a) e corpos-de-prova cristalizados, prontos para utilização nos testes (b).

4.2 Análises em MEV

Um corpo-de-prova de cada grupo experimental usinado em CAD/CAM foi analisado quanto aos danos de superfície utilizando MEV de baixo vácuo (TM4000Plus, Hitachi, Japão). Foram obtidas imagens das bordas dos corpos-de-prova bem como seu interior, antes e após a cristalização final.

As brocas utilizadas no processo de confecção dos corpos-deprova em CAD/CAM também foram avaliadas por meio de MEV (LM, VEJA 3, Tescan), com o intuito de identificar a granulação das mesmas.

4.3 Análises de rugosidade

As análises de superfície também foram feitas para avaliar a rugosidade superficial das amostras, por meio de um rugosímetro de contato mecânico (Matutoyo, SJ-410) com uma ponta de diamante de acordo com a ISO 4287 relacionados aos parâmetros R para rugosidade. Foram realizadas três leituras em cada corpo-de-prova com um percurso de 5 mm, cut-off de 2,5 mm, velocidade de 0,5 mm/s.

Os parâmetros utilizados para análise foram de Ra (rugosidade média de um perfil desde sua linha média, sobre um comprimento medido), Rt (distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo), Rz (distância média entre os 5 picos mais altos e os 5 vales mais profundos, dentro do comprimento medido) (Figura 10 e 11).



Figura 10 - Corpo-de-prova em equipamento rugosímetro de contato mecânico utilizado para as análises.



Figura 11 - Painel de controle do perfilômetro de contato mecânico registrando a leitura do parâmetro Ra.

Os valores de Ra e Rt passaram nos testes de normalidade de Shapiro-Wilk (p=0,220; p=0,310) e variância semelhante (p=0,100; p=0,971), então os dados foram analisados com ANOVA de um fator e teste de Student-Newman-Keuls (α =0,05). Os dados de Rz não passaram no teste de normalidade de Shapiro-Wilk (p=0,012) e foram analisados com teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (α =0,05).

4.5 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial realizado na configuração de pistão sobre três esferas (*piston-on-three-balls*) utilizando máquina de ensaio universal (Instron 23-10, série 2310P-0008, São José dos Pinhais, PR Brasil). A resistência à flexão biaxial foi calculada de acordo com a norma ISO/FDIS 6872:2014. O dispositivo utilizado no teste foi colocado imerso em um recipiente com água destilada mantendo a temperatura de 37° C (Figura 12). Foi posicionada uma tira de poliéster entre a superfície do corpo-de-prova e o pistão para distribuir melhor as tensões.



Figura 12 - Recipiente com o dispositivo de teste imerso em água destilada em temperatura controlada de 37° C.

Os corpos-de-prova foram acomodados sobre as três esferas de apoio inferiores e a carga aplicada pelo pistão superior com velocidade de 0,5 mm/min, com cédula de carga de 500 N, até que o processo de fratura ocorresse (Figura 13a e 13b).



Figura 13a e 13b: Dispositivo de teste imerso em água destilada em temperatura controlada de 37° (a) e corpo-de-prova fraturado durante o ensaio (b).

A carga de fratura foi registrada em Newtons e os valores de resistência à flexão determinados de acordo com as equações abaixo.

$$\sigma = -0.2387 \ P(X - Y)/b^2 \qquad (A)$$

$$X = (1 + v) \ln (r_2/r_3)^2 + [(1 - v)/2] (r_2/r_3)^2$$
(B)

$$Y = (1 + v) [1 + \ln (r_1/r_3)^2] + (1 - v) (r_1/r_3)^2$$
(C)

onde P é a carga de fratura (N), ν é o coeficiente de Poisson (0,21), r_1 é o raio do círculo de suporte formado pelas três esferas (4,24 mm), r_2 é o raio do pistão (0,78 mm), r_3 é o raio do corpo-de-prova (~6 mm), e b é a espessura do corpo-de-prova (~1,2 mm).

Os dados de resistência flexural foram analisados com estatística descritiva e utilizados para o delineamento e planejamento do teste de fadiga cíclica.

4.6 Teste de fadiga cíclica

O ensaio de fadiga cíclica foi realizado em cicladora mecânica pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com frequência de 2 Hz, em água à 37° C, (Figura 14) utilizando a mesma configuração do teste de flexão biaxial. Antes do ensaio, uma cédula de carga foi utilizada para o ajuste da pressão exercida pelos pistões, sendo definida a carga de 35 N, que corresponde a, aproximadamente, 80% da carga média registrada para os grupos experimentais nos ensaios de flexão biaxial (Figura 15a e 15b).



Figura 14 - Corpos-de-prova acomodados para ciclagem. Máquina de ciclagem utilizada no estudo.



Figura 15a e 15b: Dispositivo utilizado para o teste de fadiga cíclica (a), dispositivo instalado com corpo-de-prova acomodado sobre as três esferas (b).

Antes de iniciarem os testes, todos os pistões foram acomodados de forma que encostassem levemente na superfície do corpo-de-prova sem exercer forças, e assim não acontecessem impactos durante o processo de ciclagem. Foi posicionada uma tira de poliéster entre os corpos-de-prova e os pistões para obter uma distribuição de tensões mais uniforme.

O ensaio foi realizado por 500.000 ciclos. O ensaio foi monitorado para identificar o número de ciclos referente à fratura ou sobrevivência dos corpos-de-prova.

Os dados de fadiga foram analisados estatisticamente com análise de sobrevivência Kaplan-Meier (α =0,05).

4.7 Fractografia

Todos os corpos-de-prova testados em teste de flexão e fadiga foram analisados em microscópio óptico para identificar as marcas características de fratura bem como, identificar o defeito crítico, com base nos princípios da fractografia (Figura 16).



Figura 16 - Microscópio óptico utilizado e imagens feitas para análises.

4.8 Difração de raios-X (X-ray Diffraction - XRD):

Esta técnica se baseia na leitura do padrão de raios X difratados de uma amostra para identificar as suas fases cristalinas e para medir suas propriedades estruturais, além de identificar arranjos atômicos e mudanças de fases. Essa análise foi realizada no Laboratório de Análise e Identificação de Materiais do Centro Tecnológico de Pedras, Gemas e Joias do RS (CTPedras, Soledade, RS, Brasil). Foram analisados dois CPs, 1 CP usinado em CAD-CAM e cristalizado (GN) e 1 CP produzido em laboratório, polido e cristalizado (GC).

Para as análises utilizou-se o equipamento D2 - Phaser – Bruker. Após ajustes necessários para preparação das amostras no dispositivo padronizado para o ensaio, os materiais foram posicionados e levados para leitura no equipamento usando os parâmetros apresentados nas Tabela 3.

20 Inicial	20 Final	Passo (°)	Tempo por Passo (s)	Corrent e (mA)	Volt. (kV)	Radiação KαCu (Å)
6	70	0,020	0,5	10	30	1,54184

Tabela 3 - Condições de análise para ensaio das amostras

Condições ambientais: Temperatura do laboratório: 22 ± 2 °C.

Os resultados obtidos na análise de Difratometria de raios X foram tratados no *software Diffrac Eva* versão 5.0. Utilizou-se a base de

dados *Crystallography Open Database Inorganic* (CHATEIGNER *et al.*, 2019) para efetuar o cruzamento de picos e identificação de minerais.

5. RESULTADOS

5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nas figuras 17 a 20 encontram-se as imagens de MEV da superfície e das bordas dos corpos-de-prova usinados em CAD/CAM antes e após a cristalização. Os lascamentos decorrentes do processo de usinagem nas bordas dos CPs do GN (Figura 17) parecem um pouco maiores do que o GS (Figura 18). Já nas imagens de superfície não são observadas diferenças consideráveis entre os CPs do GN (Figura 19) e GS (Figura 20).



Figura 17a e 17b: Bordas dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 18a e 18b: Bordas dos CPs usinados do grupo GS antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 19a e 19b: Superfície dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 20a e 20b: Superfície dos CPs do grupo GS antes (a) e após (b) a cristalização.

Nas figuras 21 a 23 encontram-se as imagens de MEV das brocas utilizadas em CAD/CAM antes da usinagem dos blocos de Suprinity (brocas diamond 2.2, 1.4 e 1.2). Observa-se para a broca diamantada 2.2 (Figura 21) grânulos maiores (~ 75 μ m de diâmetro) e em menor quantidade em comparação às brocas 1.4 (Figura 22) (~ 60 μ m de diâmetro) e 1.2 (Figura 23) (~ 45 μ m de diâmetro). Com relação à ponta ativa, as brocas 2.2 e 1.4 tem formato cilíndrico, sendo 2.2 de maior diâmetro. A broca 1.2 tem formato cônico, responsável pelo acabamento e refinamento do corpos-de-prova.



Figura 21a e 21b: Imagem em MEV da broca Diamond 2.2



(a) (b) Figura 22a e 22b: Imagem em MEV da broca Diamond 1.4.



Figura 23a e 23b: Imagem em MEV da broca Diamond 1.2

5.2 Rugosidade

Os dados dos parâmetros de rugosidade para os grupos experimentais encontram-se na Tabela 4. Houve diferença entre os grupos para Ra (p<0,001) e Rt (p=0,016). GS apresentou Ra significativamente superior a GN e GC, que não apresentaram diferença entre si. Já para Rt, GS apresentou o menor valor, estatisticamente diferente de GN e GC, que foram semelhantes. Para o parâmetro Rz (p=0,760) não houveram diferenças estatisticamente significativas entre os grupos.

Grupos	Ra	Rz	Rt
GC	507 (153) b	443 (291) a	626 (235) a
GN	501 (286) b	534 (275) a	682 (253) a
GS	809 (139) a	501 (297) a	419 (233) b

Tabela 4 - Valores de média (desvio-padrão) dos parâmetros Ra, Rz e Rt de rugosidade dos três grupos analisados (μm).

*Médias seguidas por letras iguais na coluna são estatisticamente semelhantes ($p \ge 0.05$).

5.3 Resistência flexural

A Tabela 5 apresenta a análise descritiva dos dados de resistência flexural para os grupos experimentais.

Tabela 5 - Valores de média de resistência flexural (σ_f), desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) para os grupos experimentais.

Grupos	$\sigma_{\rm f}(MPa)$	DP (MPa)	CV
GC	211	47	22%
GN	210	28	13%
GS	173	60	35%

5.4 Fadiga Cíclica

Não houve diferença estatística para as curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais (p=0,782). O tempo médio de

sobrevivência em fadiga para os grupos experimentais encontra-se na Tabela 6 e as curvas de sobrevivência na Figura 24.

Tabela 6 - Média do número de ciclos até a falha por fadiga com respectivos intervalos de confiança (CI 95%) para os grupos experimentais.

Grupos	Média de ciclos	CI 95%
GC	169.358 a	40.904 - 297.811
GS	198.114 a	82.897 - 313.331
GN	206.204 a	81.741 - 330.668

*Médias seguidas por letras iguais são estatisticamente semelhantes $(p \ge 0.05)$.



Figura 24: Gráfico com as curvas de sobrevivência para os três grupos experimentais.

5.5 Fractografia

Na análise do modo de falha macroscópico, observou-se que a quantidade de fragmentos de cada CP teve correlação com os valores de resistência flexural, sendo que a maioria dos CPs resultou em 3 a 4 fragmentos e apenas os que falharam com carga mais alta resultaram em maior quantidade de fragmentos (<5).

Nos CPs testados em flexão, as marcas fractográficas foram encontradas com mais facilidade, devido a maior energia envolvida no processo de falha. Já nos CPs testados em fadiga, houve maior dificuldade de identificação das marcas fractográficas e a superfície de fratura de alguns CPs foi danificada pelo pistão aplicador da carga. Por isso, não foi possível localizar a origem da falha em todos CPs.

Para os CPs analisados, observou-se que a origem da fratura estava na superfície cerâmica localizada na área de concentração das tensões de tração, entre as três esferas de apoio utilizadas no teste de flexão e fadiga. Durante os testes, a trinca se propaga nesta região de tração para a região que é oposta onde as tensões de compressão são encontradas (Figura 25), formando com isso marcas que são conhecidas como *compression curl*. Na região oposta a *compression curl* é identificada a origem das falhas. As *hackle lines*, que são as linhas que indicam a direção da propagação das trincas, também são encontradas (QUINN, 2007) e convergem para o ponto de origem da fratura. Nas Figuras 25 e 26 pode-se visualizar a superfície de fratura de um corpode-prova testado em flexão, indicando a origem da falha.



Figura 25 - Superfície de fratura de um CP do grupo GN. Imagem da superfície de fratura onde pode-se identificar a compression curl na região superior indicada pela seta.



Figura 26 - Imagem ampliada da superfície de fratura do CP da Figura 25. Hackle lines apontando para a origem da fratura, localizada na região inferior da cerâmica indicada pela seta.

5.6 Análises complementares (Análise de Difração de Raios X – DRX)

Nas figura 27 e 28 apresentam-se difratogramas juntamente com o cruzamento das fichas cristalográficas das bases de dados oriunda do *software Diffrac Eva* versão 5.0 para os corpos-de-prova produzidos em laboratório (GC) e em CAD/CAM (GN), respectivamente.

Na Tabela 7 encontra-se a análise semi-quantitativa das fases cristalinas. Foram detectados picos de ortofosfato de lítio (Li_3PO_4) , metassilicato de lítio (Li_2SiO_3) e dissilicato de lítio $(Li_2Si_2O_5)$.



Figura 27 - Difratograma obtido corpo-de-prova GC com identificação de fases cristalográficas.



Figura 28 - Difratograma obtido corpo-de-prova GN com identificação de fases cristalográficas.

Tabela /	- Analise	semi-quanti	tativa aas ja	ises cristalind	is aos grup	os GN
e GC.						

Cristal	Altura relat	tiva do pico	Contagem r	elativa de picos
	(%)		(%)	
	GC	GN	GC	GN
Li ₃ PO ₄	13,0	14,9	31,2	34,0
$Li_2Si_2O_5$	33,8	30,2	39,8	36,8
Li ₂ SiO ₃	18,6	18,2	28,9	29,2

7.

01
6. DISCUSSAO

6.1 Caracterização de composição e de superfície

As fases cristalinas presentes na vitrocerâmica Suprinity (cristalizada) foram caracterizadas com análise de Difração de Raios X (XRD). Foi possível identificar a presença de ortofosfato de lítio (Li_2SiO_3), metassilicato de lítio (Li_2SiO_3) e dissilicato de lítio ($Li_2Si_2O_5$), como já identificado em outros estudos (BELLI *et al.*, 2017). Tipo e conteúdo cristalino semelhante foi encontrado para Suprinity usinada em CAD/CAM e produzida em laboratório.

Embora os materiais cerâmicos confeccionados por intermédio da tecnologia CAD/CAM ofereçam a estratégia de otimização e rapidez nos processos de trabalho, muitos desafios relacionados a introdução de defeitos nas superfícies cerâmicas durante o processo de fabricação são identificados.

Com relação aos dados obtidos por meio das análises de rugosidade, podemos identificar que a primeira hipótese do estudo foi parcialmente rejeitada, visto que houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos para os parâmetros Ra e Rt.

O grupo submetido ao protocolo de usinagem suave obteve maior valor de Ra e menor valor de Rt do que os grupos submetidos aos protocolos controle e usinagem normal. Para o parâmetro Rz, a rugosidade foi semelhante entre os grupos. A diferença no padrão de superfície do protocolo suave em relação aos demais grupos, que apresentaram valores semelhantes de rugosidade, pode ser explicada pelo seu processamento na unidade CAM. Durante o processo de confecção dos corpos-de-prova pelo protocolo suave, as três brocas diamantadas ficam em contato por maior tempo com a vitrocerâmica do que o protocolo normal, como detalhado na Tabela 3, com o intuito de refinar e dar acabamento ao material. Essa estratégia de usinagem pode resultar em maior valor de rugosidade média (Ra), porém a discrepância entre os picos e vales diminui, já que o parâmetro Rt, que representa a distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo, foi menor para esse grupo.

Por outro lado, diferente do que é relatado na literatura, o grupo controle, produzido em laboratório, obteve parâmetros de rugosidade com valor semelhante ao grupo produzidos por CAD/CAM com o protocolo normal. Os estudos relatam maior rugosidade média (Ra) para corpos-de-prova produzidos em CAD/CAM (FRAGA *et al.*, 2017; ROMANYK *et al.*, 2019, 2020). Porém, cabe ressaltar que a comparação direta com os dados de outros estudos é limitada pelas diferenças nas metodologias para confecção dos corpos-de-prova e equipamentos utilizados para avaliação da rugosidade e com isso, valores diferentes são identificados. No presente estudo foi utilizado um rugosímetro de contato, mas em grande parte das investigações opta-se por perfilômetros ópticos (ROMANYCK *et al.*, 2020).

Os resultados dos testes de rugosidade encontrados neste estudo corroboram com as análises feitas em MEV tanto de superfície quanto das bordas dos corpos-de-prova. Não foram observadas diferenças muito

73

discrepantes no padrão de superfície dos corpos-de-prova usinados pelos dois protocolos. Com relação às bordas, pode-se observar que para GN os lascamentos decorrentes do processo de usinagem são um pouco maiores do que para GS, como resultado de um processamento mais rápido (FRAGA *et al.*, 2017; ROMANYCK *et al.*, 2019). Também se observa que a superfície de ambos os grupos fica mais homogênea após a cristalização.

As análises feitas em MEV das brocas antes da sua utilização no processo de confecção dos corpos-de-prova mostram o conteúdo de diamantes presentes, bem como sua diferenciação nos tamanhos e formato da ponta das brocas. A broca 2.2 (granulação grossa) (Figura 21) foi utilizada para remoção da maior parte de material cerâmico do bloco de CAD/CAM. Apresenta grânulos de diamante maiores e mais espaçados com ponta ativa reta. A broca 1.4 (granulação intermediária) (Figura 22) é pouco utilizada durante o processo de confecção dos CPs e apresenta grânulos de diamantes menores quando comparados aos da broca 2.2 e a broca 1.2 (Figura 23) que apresenta granulação menor com ponta ativa pontiaguda, responsável pelo maior detalhamento e refinamento dos materiais.

6.2 Comportamento mecânico

A segunda hipótese do estudo foi rejeitada, visto que não houve diferença na probabilidade de falha em fadiga dos corpos-de-prova produzidos com as duas estratégias de usinagem em CAD/CAM. Ao analisarmos as curvas de sobrevivência (Figura 24), observa-se que GS apresenta algumas falhas prematuras (até 100.000 ciclos) mas, ao longo do tempo, começa a se comportar de forma mais estável e semelhante a GN. Esse comportamento de fadiga sugere uma maior variabilidade dos dados para GS, que também foi observada nos dados de resistência á flexão, sendo que o coeficiente de variação de GS foi três vezes maior do que GN.

O modo de processamento em CAD/CAM para GS é mais lento em comparação ao GN como detalhado na Tabela 2. Assim, as brocas diamantadas entram em contato com a vitrocerâmica um maior número de vezes, seguindo o mesmo trajeto, com intuito de refinamento. Considerando que a cerâmica tem um comportamento friável, esse processamento mais longo pode produzir alguns defeitos de superfície e induzir maiores tensões residuais, o que poderia justificar uma maior variabilidade nos dados de resistência para GS.

A vitrocerâmica Suprinity apresenta grande dispersão nos dados em ensaios de resistência flexural e fadiga, como já demostrado pelos baixos valores de módulo de Weibull encontrados em outros estudos (Belli *et al.*, 2017). Esses estudos atribuem esse comportamento mecânico à incompatibilidade térmica entre as fases cristalina e fase vítrea das ZLS, que podem gerar micro-trincas e afetar a resistência flexural e à fadiga dessas vitrocerâmicas.

Ainda, observou-se que os corpos-de-prova polidos produzidos em laboratório de pesquisa apresentaram curva de sobrevivência semelhante os produzidos pelo CAD/CAM, rejeitando a terceira hipótese do estudo. Na Tabela 5, observa-se que o número de ciclos médio até a falha foi de 169.358 para GC, enquanto GS e GN apresentaram valores de 198.114 e 206.204 ciclos, respectivamente. A curva se sobrevivência também mostra a falha precoce dos corpos-de-prova do grupo controle. Esse fato pode estar relacionado ao processo de confecção dos corposde-prova em laboratório. Mesmo que o processo seja rigorosamente controlado, as etapas de corte e polimento também podem introduzir defeitos e tensões residuais aos corpos-de-prova que levam a degradação da sua resistência. As cerâmicas são muito sensíveis à presença de defeitos e os diferentes tipos de processamento afetam diretamente o tipo e tamanho do defeito de superfície (BELLI *et al.*, 2016; FRAGA *et al.*, 2017).

Estudos relatam que CPs polidos apresentam valores maiores de resistência flexural do que os corpos-de-prova usinados em CAD/CAM (FRAGA *et al.*, 2017; ROMANYCK *et al.*, 2019). Entretanto, como já mencionado, existem diferenças metodológicas importantes entre os estudos, e poucos avaliam o comportamento de fadiga dos CPs produzidos em CAD/CAM. Diferentes estudos com variadas metodologias buscam sempre a correlação com a prática clínica, neste caso quando se trata dos testes de fadiga, é possível estar mais próximo do que acontece no ambiente oral, já que são aplicadas cargas cíclicas em ambiente úmido (ROMANYCK *et al.*, 2019).

Além disso, no estudo de Romanyck *et al.* (2020) observou-se que para corpos-de-prova produzidos em laboratório, a etapa de polimento resultou em menor rugosidade de superfície sem necessariamente aumentar a resistência flexural. Porém, foi observado um aumento na variabilidade dos dados de flexão após polimento. Acreditou-se que o polimento poderia reduzir o comprimento das trincas perpendiculares à superfície, que são originalmente geradas durante o seccionamento dos corpos-de-prova com disco diamantado em cortadeira metalográfica, e com isso o aumento no valor médio no teste de flexão biaxial era esperado. A falta de aumento da resistência como nos resultados do presente estudo, pode ser explicada pelo fato de que a superfície que foi removida pelo polimento pode contribuir para um estado de tensão residual compressiva, onde os mesmos defeitos são estabilizados. Um polimento final poderia ocasionar a extensão das trincas laterais, tendo uma maior contribuição para as falhas dos corposde-prova. Sendo assim, a presença dessa camada de tensão residual compressiva nos corpos-de-prova produzidos com CAD/CAM no presente estudo pode favorecer o comportamento mecânico em comparação aos corpos-de-prova produzidos em laboratório e polidos.

As características e origem da fratura foram semelhantes entre os grupos experimentais, sendo a origem localizada na região inferior do CP, na superfície submetida às tensões de tração. No ensaio de flexão, as marcas fractográficas foram mais proeminentes. No ensaio de fadiga, marcas suaves foram encontradas sugerindo um processo de falha com menor quantidade de energia. Durante a fadiga cíclica em ambiente úmido, ocorre um crescimento lendo das trincas, até atingir um tamanho crítico que leva a fratura da cerâmica. O processo de nucleação da trinca por fadiga é dependente das tensões cíclicas que estão atuando, enquanto que para a propagação são importantes as tensões de tração, que fazem com que as pequenas trincas que foram nucleadas cresçam e levem à ruptura final (QUINN *et al.*, 20005; SERBENA e ZANOTTO, 2012; ROMANYK *et al.*, 2019).

Algumas limitações podem ser identificadas no presente estudo. Utilizou-se de corpos-de-prova padronizados em forma de discos, que diferem da configuração das restaurações utilizadas na clínica. Além disso, não foi realizado nenhum tratamento de superfície

77

ou protocolo de cimentação. Clinicamente, as restaurações de vitrocerâmicas são tratadas com ácido hidrofluorídrico e cimentadas com cimento resinoso a um substrato, o que afeta suas características de superfície e comportamento mecânico (BERGAMO *et al.*, 2019).

Por outro lado, os corpos-de-prova foram produzidos com a tecnologia CAD/CAM, utilizando protocolos de usinagem disponíveis para a confecção de restaurações para uso clínico. A possibilidade de escolher entre diferentes protocolos de usinagem é recente e não existem estudos que investiguem essa variável. Ainda, buscou-se utilizar uma cerâmica com pouca evidência clínica e que tem sido amplamente utilizada pelas suas boas características mecânicas e estéticas, e facilidade de usinagem pelo CAD/CAM. O intuito foi apresentar a melhor proposição da realidade clínica como no caso das simulações pelo teste de fadiga, onde se identifica a proximidade com o ambiente oral, tanto em umidade e temperatura, quanto nas frequências mastigatórias ao longo do tempo.

7) CONCLUSÕES

Conclui-se que os diferentes métodos de processamento não afetam o comportamento mecânico da vitrocerâmica Suprinity, mas influenciam parcialmente nas suas características de superfície.

Apesar da diferença nos parâmetros de rugosidade entre as diferentes estratégias de usinagem, não foram observadas diferenças muito discrepantes no padrão de superfície e das bordas dos corpos-deprova em análise de microscopia.

O comportamento de fadiga foi similar entre os corpos-de-prova produzidos com os dois protocolos de usinagem CAD/CAM e os corposde-prova produzidos em laboratório de pesquisa.

REFERÊNCIAS

ANUSAVICE, K.J. & PHILLIPS - Materiais Dentários, 11^a Ed; Elsevier LTDA, 2005.

ALGHAZZAWI, T. F. Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation. *Journal of Prosthodontic Research*, v. 60, n. 2, p. 72–84, 2016.

BARAN, G.; BOBERICK, K.; MCCOOL, J. Fatigue of restorative materials. *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine*, v. 12, n. 4, p. 350–360, 2001.

BELLI, R.; WENDLER, M.; LIGNY, D. DE; CICCONI, M. R.; PETSCHELT, A.; PETERLIK, H.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dental Materials*, v. 33, n. 1, p. 84–98, 2017.

BERGAMO, E. T. P.; BORDIN, D.; RAMALHO, I. S.; LOPES, A. C. O.; GOMES, R. S.; KAIZER, M.; WITEK, L.; BONFANTE, E. A.; COELHO, P. G.; BEL CURY, A. A. DEL. Zirconia-reinforced lithium silicate crowns: Effect of thickness on survival and failure mode. *Dental Materials*, v. 35, n. 7, p. 1007–1016, 2019.

CALLISTER Jr., W.D. Ciência e Engenharia dos Materiais, uma Introdução, 7ª Edição, Ed. Guanabara, 2008.

CORAZZA, P. H.; CASTRO, H. L. DE; FEITOSA, S. A.; KIMPARA, E. T.; BONA, A. DELLA. Influence of CAD-CAM diamond bur deterioration on surface roughness and maximum failure load of Y-TZP-based restorations. *American Journal of Dentistry*, v. 28, n. 2, p. 95–99, 2015.

DAL PIVA, A. M. DE O.; TRIBST, J. P. M.; VENTURINI, A. B.;

ANAMI, L. C.; BONFANTE, E. A.; BOTTINO, M. A.; KLEVERLAAN, C. J. Survival probability of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: Effect of surface condition and fatigue test load profile. *Dental Materials*, v. 36, n. 6, p. 808–815, 2020.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K.J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dental Materials* 20 (2004) 338.

DELLA BONA, A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico 2009.

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

FRAGA, S.; AMARAL, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F.; KLEVERLAAN, C. J.; MAY, L. G. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. *Dental Materials*, v. 33, n. 11, p. 1286–1297, 2017.

GALANTE, R.; FIGUEIREDO-PINA, C. G.; SERRO, A. P. Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review. *Dental Materials*, v. 35, n. 6, p. 825–846, 2019.

GONZAGA, C. C.; CESAR, P. F.; MIRANDA, W. G.; YOSHIMURA, H. N. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dental Materials*, v. 27, n. 4, p. 394–406, 2011.

GONZAGA, C. C.; YOSHIMURA, H. N.; CESAR, P. F.; MIRANDA, W. G. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 20, n. 5, p. 1017–1024, 2009.

GUILARDI, L.F, SOARES, P.A.; WERNER, A. B.; DE JAGER, N.B.; PEREIRA, G.K.R.; KLEVERLAAN, C.J. B.; RIPPE, M.P.; VALANDRO, L.F.; Fatigue performance of distinct CAD/CAM dental ceramics. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 103, n. October 2019, p. 103540, 2020. KELLY, J. R. Clinically relevant approach to failure testing of allceramic restorations. *The Journal of prosthetic dentistry*, v. 81, n. 6, p. 652–661, 1999.

KRÜGER, S.; DEUBENER, J.; RITZBERGER, C.; HÖLAND, W. Nucleation Kinetics of Lithium Metasilicate in ZrO2-Bearing Lithium Disilicate Glasses for Dental Application. *International Journal of Applied Glass Science*, v. 4, n. 1, p. 9–19, 2013.

LAMBERT, H.; DURAND, J. C.; JACQUOT, B.; FAGES, M. Dental biomaterials for chairside CAD/CAM: State of the art. *Journal of Advanced Prosthodontics*, v. 9, n. 6, p. 486–495, 2017.

LIU, C.; ESER, A.; ALBRECHT, T.; STOURNARI, V.; FELDER, M.; HEINTZE, S.; BROECKMANN, C. Strength characterization and lifetime prediction of dental ceramic materials. *Dental Materials*, v. 37, n. 1, p. 94–105, 2021.

MARSHALL, D. B.; EVANS, A. G.; KHURI YAKUB, B. T.; TIEN, J. W.; KINO, G. S. Nature of Machining Damage in Brittle Materials. *Proceedings of The Royal Society of London, Series A: Mathematical and Physical Sciences*, v. 385, n. 1789, p. 461–475, 1983.

MENDONCA, A. F. DE; SHAHMORADI, M.; GOUV^{*}EA, C. V. D. DE; SOUZA, G. M. DE; ELLAKWA, A. Microstructural and Mechanical Characterization of CAD / CAM Materials for Monolithic Dental Restorations. p. 3–10, 2018.

QUINN, J. B.; QUINN, G. D.; KELLY, J. R.; SCHERRER, S. S. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. *Dental Materials*, v. 21, n. 10, p. 920–929, 2005.

RINKE, S.; PFITZENREUTER, T.; LEHA, A.; ROEDIGER, M.; ZIEBOLZ, D. Clinical evaluation of chairside-fabricated partial crowns composed of zirconia-reinforced lithium silicate ceramics: 3-year results of a prospective practice-based study. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, v. 32, n. 2, p. 226–235, 2020.

RITZBERGER, C.; APEL, E.; HÖ, W.; PESCHKE, A.;

RHEINBERGER, V. M.; AG, I. V.; SCHAAN, L.-. Properties and Clinical Application of Three Types of Dental Glass-Ceramics and Ceramics for CAD-CAM Technologies. p. 3700–3713, 2010.

ROMANYK, D. L.; GUO, Y.; RAE, N.; VELDHUIS, S.; SIROVICA, S.; FLEMING, G. J.; ADDISON, O. Strength-limiting damage and its mitigation in CAD-CAM zirconia-reinforced lithium-silicate ceramics machined in a fully crystallized state. *Dental Materials*, v. 36, n. 12, p. 1557–1565, 2020.

ROMANYK, D. L.; MARTINEZ, Y. T.; VELDHUIS, S.; RAE, N.; GUO, Y.; SIROVICA, S.; FLEMING, G. J. P.; ADDISON, O. Strengthlimiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD– CAM. *Dental Materials*, v. 35, n. 1, p. 98–104, 2019.

SAILER, I.; ALEXANDROVICH, N.; STEFAN, D.; ZWAHLEN, M.; ELVAR, B. fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates . Part I : Single crowns (SCs). *Dental Materials*, 2015.

SERBENA, F. C.; ZANOTTO, E. D. Internal residual stresses in glassceramics: A review. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 358, n. 6–7, p. 975–984, 2012.

STANSBURY, J. W.; IDACAVAGE, M. J. 3D printing with polymers : Challenges among expanding options and opportunities. *Dental Materials*, v. 32, n. 1, p. 54–64, 2015.

VAN NOORT, R. Introdução aos Materiais Dentários. 3ª Edição. Rio de Janeiro: Elsevier, 2010.

WANG, S.-W.; HUANG, X.-X.; GU0, J.-K. Mechanical properties and microstructure of ZrO 2 – SiO 2 composite. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 2, p. 197–201, 1997.

WENDLER, M.; BELLI, R.; PETSCHELT, A.; MEVEC, D.; HARRER, W.; LUBE, T.; DANZER, R.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. *Dental Materials*, v. 33, n. 1, p. 99–109, 2017.

WENDLER, M.; BELLI, R.; VALLADARES, D.; PETSCHELT, A.; LOHBAUER, U.; CAM, C. A. D. Chairside CAD / CAM materials . Part 3 : Cyclic fatigue parameters and lifetime predictions. *Dental Materials*, v. 34, n. 6, p. 910–921, 2018.

ZHANG, P.; LI, X.; YANG, J.; XU, S. The crystallization and microstructure evolution of lithium disilicate-based glass-ceramic. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 392–393, p. 26–30, 2014.

REVISTA: Dental Materials

TÍTULO: Efeito de diferentes estratégias de usinagem em CAD/CAM na topografia e comportamento de fadiga de uma vitrocerâmica

AUTORES: Ferranti KN*, Grethe M, Britto V, Benetti P, Della Bona A, Zhang Y, Borba M.

RESUMO

Objetivo: Avaliar o efeito de dois protocolos de usinagem em CAD/CAM nas características de superfície e comportamento mecânico de uma vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS, Suprinity).

Médodos: Foram produzidos 54 corpos-de-prova (CPs) com 1,2 mm de espessura x 12 mm de diâmetro. Destes, 18 confeccionados em laboratório de pesquisa (GC - grupo controle) e 36 utilizando dois protocolos de usinagem em CAD/CAM (n=18) (GN - grupo normal e GS - grupo suave). Topografia de superfície foi avaliada em MEV (n=1) e rugosímetro de contato (n=5), e as fases cristalinas com XRD (n=1). Os CPs foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=5). Os dados de σ_f foram utilizados para o teste de fadiga cíclica (n=10), realizado com carga de 35 N, frequência de 2 Hz, e água à 37° C, por 500.000 ciclos e monitorado para identificar a fratura dos CPs. Dados de rugosidade foram avaliados com teste ANOVA e Tukey (α =0,05) e dados de fadiga com análise de sobrevivência Kaplan-Meier (α =0,05). A superfície de fratura dos CPs foi analisada utilizando princípios da fractografia.

Resultados: Houve diferença entre os grupos para os parâmetros de rugosidade Ra (p<0,001) e Rt (p=0,016). GS apresentou Ra superior a GN e GC, que não apresentaram diferença entre si. Para Rt, GS apresentou o menor valor, diferente de GN e GC. Para o parâmetro Rz (p=0,760) não houve diferenças significativas entre os grupos. Os valores de σ_f para GC, GN e GS foram 211 MPa, 210 MPa e 173 MPa, respectivamente. Não houve diferenças estatísticas nas curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais (p=0,782).

Significância: O tipo de protocolo de usinagem em CAD/CAM não afeta o comportamento mecânico da ZLS, mas influencia parcialmente as características de superfície.

Palavras-chave: Fadiga, cerâmica, desenho auxiliado por computador

INTRODUÇÃO

A utilização de cerâmicas na Odontologia com o objetivo de aperfeiçoar as características estéticas das restaurações e garantir alta biocompatibilidade é cada vez maior. O desenvolvimento de materiais restauradores com excelentes qualidades mecânicas e ópticas e as melhorias nos processos de fabricação são muito importantes para o sucesso dos tratamentos reabilitadores (1)

Entre as cerâmicas disponíveis para produzir próteses fixas dentais, destaca-se a vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS). A ZLS tem boas propriedades mecânicas e ópticas, sendo indicada para a confecção de *inlays, onlays*, facetas, coroas unitárias

anteriores e posteriores suportadas por dentes ou implantes. Dois tipos de ZLS estão disponíveis comercialmente, a Suprinity (Vita Zanhfabrik) e a Celtra Duo (Dentlsply Sirona). A Suprinity, foco deste estudo, apresenta valores de tenacidade à fratura entre 1,3 e 2,3 MPa.m^{1/2} (2,3)(2–6) módulo de elasticidade de 70,44 GPa, (3) e dureza entre 6,5 e 7,0 GPa (3,4,6). A ZLS é disponibilizada em blocos para confecção das restaurações com a tecnologia CAD/CAM (computer aided design-computer aided manufacturing). Os blocos de Suprinity são précristalizados e devem ser submetidos a um ciclo de cristalização após a usinagem da restauração, enquanto os blocos de Celtra Duo já estão cristalizados (1).

O sistema CAD/CAM convencionalmente produz as restaurações utilizando a técnica subtrativa, que envolve a abrasão do material com brocas diamantadas para esculpir a restauração. Estudos mostram que o processo de usinagem dos blocos cerâmicos com instrumentos diamantados na unidade CAM podem gerar defeitos críticos nos materiais, introduzindo trincas medianas e laterais, que afetam o seu comportamento mecânico (5,7). Portanto, a etapa de usinagem é muito importante para garantir a integridade estrutural, adaptação e acabamento superficial das restaurações cerâmicas e tem sido foco de aprimoramento pelos fabricantes dos sistemas CAD/CAM. Recentemente, foram introduzidos novos protocolos de usinagem por CAD/CAM, que podem diferir no tempo, força e velocidade de usinagem, bem como no tipo e sequência de brocas utilizadas. Porém, o efeito da usinagem com esses diferentes protocolos no comportamento mecânico e qualidade de superfície de vitro-cerâmicas ainda não foi estudado.

Ainda, na cavidade oral, as próteses cerâmicas são submetidas às oscilações de cargas oclusais durante a mastigação, variações de pH e temperatura, além da presença de umidade. Essa combinação de fatores pode levar à falha por fadiga das restaurações. Diferentes testes laboratoriais são utilizados para simular o ambiente oral dentre eles, o teste de fadiga que simula o mais próximo do que ocorre nesse ambiente. As falhas por fadiga acontecem quando as cerâmicas são submetidas a baixas tensões ao longo do tempo, ocasionado o crescimento de trincas. Quando essas trincas atingem um tamanho crítico, se propagam ocasionando uma falha na estrutura (5).

Estudos clínicos com dados de sobrevivência de próteses confeccionadas com a vitrocerâmica Suprinity ainda não foram relatados na literatura. Ainda existem dúvidas a respeito da longevidade dessas restaurações e do efeito das diferentes estratégias de usinagem com CAD/CAM no comportamento mecânico das vitrocerâmicas. Avaliar o efeito de dois protocolos de usinagem em CAD/CAM nas características de superfície e comportamento mecânico de uma vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia.

O objetivo do presente estudo foi caracterizar a topografia de superfície e o comportamento de fadiga da vitrocerâmica produzida com diferentes protocolos de usinagem em CAD/CAM e método laboratorial (controle). As hipóteses testadas foram: (1) a rugosidade de superfície é semelhante entre os grupos experimentais; (2) os corpos-de-prova produzidos com o protocolo de usinagem suave apresentam menor probabilidade de falha em teste de fadiga cíclica; (3) corpos-de-prova polidos produzidos em laboratório apresentam menor probabilidade de falha em fadiga dos que os produzidos pelo CAD/CAM.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foi caracterizada a vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia Vita Suprinity (ZLS). Ao todo, 54 corpos-de-prova (CPs) da ZLS foram produzidos em forma de disco com dimensões de 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro em três condições experimentais (n=18): Grupo Controle (GS), Grupo Normal (GN) e Grupo Suave (GS).

Foram realizadas análise de danos de superfície em MEV (n=1) e após, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência a flexão biaxial (*piston on three balls*) (n=5) e teste de fadiga cíclica (n=12), sendo os mesmos corpos-de-prova previamente avaliados em análises de Difração de Raio-X (XRD) (n=1) e rugosidade por meio de rugosímetro de contato (n=5). Após os ensaios mecânicos, todos os CPs foram analisados em microscopia ótica para identificar a origem das falhas com base nos princípios de fractografia (n=17).

a. Confecção dos Corpos-de-Prova

Os CPs do GC foram confeccionados no Laboratório de Pesquisa. Blocos pré-fabricados foram cortados em fatias de 1,3 mm de espessura com disco diamantado em cortadeira metalográfica (Biopdi, São Carlos, SC, Brasil) sob irrigação constante em velocidade de 320 rpm. As lâminas foram transformadas em discos de 12 mm de diâmetro com pontas diamantadas cilíndricas nº1093 F e FF (KG Sorensen, Brasil) em caneta de alta rotação (Kavo) sob refrigeração constante. Após, a superfície dos discos foi planificada e polida com lixas de carbeto de silício #600 a #1200, até uma espessura final de 1,2 mm. Seguiu-se a cristalização dos discos, de acordo com as recomendações do fabricante em forno específico (Vita Vacumat 6000MP).

Os CPs dos grupos GN e GS foram confeccionados utilizando dois protocolos diferentes de usinagem em CAD/CAM (suave e normal) com diferenças no tempo de processamento e velocidade de movimento das brocas de numeração 2.2, 1.4, e 1.2. Um desenho com as dimensões do disco foi projetado em SolidWorks, e convertido em arquivo STL para leitura no programa CAD e usinagem com a unidade CAM do equipamento Sirona InLab McX5 (Dentsply Sirona).

Foram obtidas imagens de MEV das brocas utilizadas em CAD/CAM antes da usinagem dos blocos de Suprinity.

b. Análises de Superfície e Rugosidade

Um corpo-de-prova de cada grupo usinado em CAD/CAM foi analisado quanto aos danos de superfície utilizando MEV de baixo vácuo (TM4000Plus, Hitachi, Japão).

Os parâmetros de rugosidade Ra, Rt e Rz foram obtidos por meio de um rugosímetro de contato mecânico (Matutoyo, SJ-410) com uma ponta de diamante de acordo com a ISO 4287. Foram realizadas três leituras em cada CP com um percurso de 5 mm, cut-off de 2,5 mm, velocidade de 0,5 mm/s.

Os valores de Ra e Rt passaram nos testes de normalidade de Shapiro-Wilk (p=0,220; p=0,310) e variância semelhante (p=0,100; p=0,971), e os dados analisados com ANOVA de um fator e teste de Student-Newman-Keuls (α =0,05). Os dados de Rz não passaram no teste de normalidade de Shapiro-Wilk (p=0,012) e foram analisados com teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (α =0,05).

91

c. Análise de Difração de Raios-X

Foram analisados dois CPs, 1 CP usinado em CAD-CAM e cristalizado (GN) e 1 CP produzido em laboratório, polido e cristalizado (GC) utilizando o equipamento D2 - Phaser – Bruker, para identificar as fases cristalinas.

d. Ensaios Mecânicos

Os CPs foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial realizado na configuração de pistão sobre três esferas (*piston-on-three-balls*) em máquina de ensaio universal (Instron 23-10, série 2310P-0008, São José dos Pinhais, PR Brasil). A resistência foi calculada de acordo com a norma ISO/FDIS 6872:2014. O dispositivo utilizado foi colocado imerso em um recipiente com água destilada e temperatura de 37° C. Foi posicionada uma tira de poliéster entre a superfície do corpo-de-prova e o pistão para distribuir melhor as tensões. A carga aplicada pelo pistão superior foi em velocidade de 0,5 mm/min, com cédula de carga de 500 N, até que o processo de fratura ocorresse.

Os dados foram analisados com estatística descritiva e utilizados para o delineamento e planejamento do teste de fadiga cíclica. Assim, foi definida a carga de 35 N para o ensaio de fadiga, sendo, aproximadamente, 80% da carga média registrada para os grupos experimentais nos ensaios de flexão biaxial.

O ensaio de fadiga cíclica foi realizado em cicladora mecânica pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com frequência de 2 Hz, em água à 37º C e utilizando a mesma configuração do teste de resistência a flexão biaxial. O ensaio foi realizado por 500.000 ciclos e monitorado para identificar o número de ciclos referente à fratura ou sobrevivência dos CPs.

Os dados de fadiga foram analisados estatisticamente com análise de sobrevivência Kaplan-Meier (α =0,05).

Todos os CPs testados foram analisados em microscópio óptico para identificar as marcas características de fratura e identificar o defeito crítico, com base nos princípios da fractografia.

RESULTADOS

a. Análises de Superfície e Rugosidade

As Figuras 1 a 4 apresentam as imagens de MEV dos CPs usinados em CAD/CAM antes e após a cristalização. Os lascamentos decorrentes do processo de usinagem nas bordas dos CPs do GN (Figura 1) parecem um pouco maiores do que o GS (Figura 2). Nas imagens de superfície, não são observadas diferenças consideráveis entre os CPs do GN (Figura 3) e GS (Figura 4).



Figura 1. Bordas dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 2. Bordas dos CPs usinados do grupo GS antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 3. Superfície dos CPs do grupo GN antes (a) e após (b) a cristalização.



Figura 4. Superfície dos CPs do grupo GS antes (a) e após (b) a cristalização.

Nas Figuras 5 a 7 encontram-se as imagens de MEV das brocas utilizadas em CAD/CAM antes da usinagem dos blocos de Suprinity (brocas diamond 2.2, 1.4 e 1.2). A broca diamantada 2.2 (Figura 5) possui grânulos maiores (~ 75 μ m de diâmetro) e em menor quantidade em comparação às brocas 1.4 (Figura 6) (~ 60 μ m de diâmetro) e 1.2 (Figura 7) (~ 45 μ m de diâmetro). Com relação à ponta ativa, as brocas 2.2 e 1.4 tem formato cilíndrico, sendo 2.2 de maior diâmetro. A broca 1.2 tem formato cônico, responsável pelo acabamento e refinamento do corpos-de-prova.



Figura 5. Imagem em MEV da broca Diamond 2.2



Figura 6. Imagem em MEV da broca Diamond 1.4.



Figura 7. Imagem em MEV da broca Diamond 1.2

Houve diferença entre os grupos para Ra (p<0,001) e Rt (p=0,016). GS apresentou Ra significativamente superior a GN e GC, que não apresentaram diferença entre si. Já para Rt, GS apresentou o menor valor, estatisticamente diferente de GN e GC, que foram semelhantes. Para o parâmetro Rz (p=0,760) não houveram diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (Tabela 1).

Tabela 1 - Valores de média (desvio-padrão) dos parâmetros Ra, Rz e Rt de rugosidade dos três grupos analisados (μm).

Grupos	Ra	Rz	Rt
GC	507 (153) b	443 (291) a	626 (235) a
GN	501 (286) b	534 (275) a	682 (253) a
GS	809 (139) a	501 (297) a	419 (233) b

*Médias seguidas por letras iguais na coluna são estatisticamente semelhantes (p≥0,05).

b. Análise de Difração de Raios-X

Na Tabela 2 encontra-se a análise semi-quantitativa das fases cristalinas. Foram detectados picos de ortofosfato de lítio (Li_3PO_4), metassilicato de lítio (Li_2SiO_3) e dissilicato de lítio ($Li_2Si_2O_5$).

Tabela 2. Análise semi-quantitativa das fases cristalinas dos grupos GN e GC.

Cristal	Altura rela	ativa do pico	Contagem	relativa o	de picos
	(%)		(%)		
	GC	GN	GC	GN	
Li_3PO_4	13,0	14,9	31,2	34,0	
$Li_2Si_2O_5$	33,8	30,2	39,8	36,8	
Li_2SiO_3	18,6	18,2	28,9	29,2	

c. Ensaios Mecânicos

A Tabela 3 apresenta a análise descritiva dos dados de resistência flexural para os grupos experimentais. Na Figura 3 encontram-se as curvas de sobrevivência. Não houve diferença estatística para as curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais (p=0,782).

Tabela 3. Valores de média de resistência flexural (σ_f), desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) para os grupos experimentais.

Grupos	$\sigma_f(MPa)$	DP (MPa)	CV
GC	211	47	22%
GN	210	28	13%



Figura 8. Gráfico com as curvas de sobrevivência para os três grupos experimentais.

Nos CPs testados em flexão, as marcas fractográficas foram encontradas com mais facilidade, devido a maior energia envolvida no processo de falha. Já nos CPs testados em fadiga, houve maior dificuldade de identificação das marcas fractográficas e a superfície de fratura de alguns CPs foi danificada pelo pistão aplicador da carga. Por isso, não foi possível localizar a origem da falha em todos CPs.

A origem da fratura estava na superfície cerâmica localizada na área de concentração das tensões de tração, entre as três esferas de apoio utilizadas no teste de flexão e fadiga. Durante os testes, a trinca se propaga nesta região de tração para a região que é oposta onde as tensões de compressão são encontradas (Figura 9), formando com isso marcas que são conhecidas como *compression curl*. Na região oposta a *compression curl* é identificada a origem das falhas. As *hackle lines*, que são as linhas que indicam a direção da propagação das trincas, também são encontradas [10] e convergem para o ponto de origem da fratura. Nas Figuras 9 e 10 pode-se visualizar a superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em flexão, indicando a origem da falha.



Figura 9 - Superfície de fratura de um CP do grupo GN. Imagem da superfície de fratura onde pode-se identificar a compression curl na região superior indicada pela seta.



Figura 10 - Imagem ampliada da superfície de fratura do CP. Hackle lines apontando para a origem da fratura, localizada na região inferior da cerâmica indicada pela seta.

DISCUSSÃO

A primeira hipótese do estudo foi parcialmente rejeitada, visto que houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos para os parâmetros Ra e Rt. O grupo submetido ao protocolo de usinagem suave obteve maior valor de Ra e menor valor de Rt do que os grupos submetidos aos protocolos controle e usinagem normal. Para o parâmetro Rz, a rugosidade foi semelhante entre os grupos. Durante o processo de confecção dos corpos-de-prova pelo protocolo suave, as três brocas diamantadas ficam em contato por maior tempo com a vitrocerâmica do que o protocolo normal, com o intuito de refinar e dar acabamento ao material. Essa estratégia de usinagem pode resultar em maior valor de rugosidade média (Ra), porém a discrepância entre os picos e vales diminui, já que o parâmetro Rt, que representa a distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo, foi menor para esse grupo. O grupo controle, produzido em laboratório, obteve parâmetros de rugosidade com valor semelhante ao grupo produzidos por CAD/CAM com o protocolo normal. Os estudos relatam maior rugosidade média (Ra) para corpos-de-prova produzidos em CAD/CAM (5,7,8). A comparação direta com os dados de outros estudos é limitada pelas diferenças nas metodologias e com isso, valores diferentes são identificados.

Não foram observadas diferenças muito discrepantes no padrão de superfície dos corpos-de-prova usinados pelos dois protocolos. Com relação às bordas, pode-se observar que para GN os lascamentos decorrentes do processo de usinagem são um pouco maiores do que para GS, como resultado de um processamento mais rápido (5,8). A superfície de ambos os grupos fica mais homogênea após a cristalização.

A segunda hipótese do estudo foi rejeitada, visto que não houve diferença na probabilidade de falha em fadiga dos corpos-de-prova produzidos com as duas estratégias de usinagem em CAD/CAM. Ao analisarmos as curvas de sobrevivência (Figura 11), observa-se que GS apresenta algumas falhas prematuras (até 100.000 ciclos) mas, ao longo do tempo, começa a se comportar de forma mais estável e semelhante a GN. Esse comportamento de fadiga sugere uma maior variabilidade dos dados para GS, que também foi observada nos dados de resistência á flexão, sendo que o coeficiente de variação de GS foi três vezes maior do que GN.

O modo de processamento em CAD/CAM para GS é mais lento em comparação ao GN. Assim, as brocas diamantadas entram em contato com a vitrocerâmica um maior número de vezes, seguindo o mesmo trajeto, com intuito de refinamento. Considerando que a

102

cerâmica tem um comportamento friável, esse processamento mais longo pode produzir alguns defeitos de superfície e induzir maiores tensões residuais, o que poderia justificar uma maior variabilidade nos dados de resistência para GS.

A vitrocerâmica Suprinity apresenta grande dispersão nos dados em ensaios de resistência flexural e fadiga, como já demostrado pelos baixos valores de módulo de Weibull encontrados em outros estudos (2,6). Esses estudos atribuem esse comportamento mecânico à incompatibilidade térmica entre as fases cristalina e fase vítrea das ZLS, que podem gerar micro-trincas e afetar a resistência flexural e à fadiga dessas vitrocerâmicas.

Corpos-de-prova polidos produzidos em laboratório de pesquisa apresentaram curva de sobrevivência semelhante aos produzidos pelo CAD/CAM, rejeitando a terceira hipótese do estudo. A curva de sobrevivência mostra a falha precoce dos corpos-de-prova do grupo controle. Esse fato pode estar relacionado ao processo de confecção dos corpos-de-prova em laboratório. Mesmo que o processo seja rigorosamente controlado, as etapas de corte e polimento também podem introduzir defeitos e tensões residuais aos corpos-de-prova, que levam a degradação da sua resistência. As cerâmicas são muito sensíveis à presença de defeitos e os diferentes tipos de processamento afetam diretamente o tipo e tamanho do defeito de superfície.

Estudos relatam que CPs polidos apresentam valores maiores de resistência flexural do que os corpos-de-prova usinados em CAD/CAM (5,8). Entretanto, como já mencionado, existem diferenças metodológicas importantes entre os estudos, e poucos avaliam o comportamento de fadiga dos CPs produzidos em CAD/CAM.

103

Diferentes estudos com variadas metodologias buscam sempre a correlação com a prática clínica, neste caso quando se trata dos testes de fadiga, é possível estar mais próximo do que acontece no ambiente oral, já que são aplicadas cargas cíclicas em ambiente úmido.

Além disso, uma investigação observou que para corpos-deprova produzidos em laboratório a etapa de polimento resultou em menor rugosidade de superfície sem necessariamente aumentar a resistência flexural. Porém, foi observado um aumento na variabilidade dos dados de flexão após polimento. Acreditou-se que o polimento poderia reduzir o comprimento das trincas perpendiculares à superfície, que são originalmente geradas durante o seccionamento dos corpos-deprova com disco diamantado em cortadeira metalográfica, e com isso o aumento no valor médio no teste de flexão biaxial era esperado (5,7). A falta de aumento da resistência como nos resultados do presente estudo, pode ser explicada pelo fato de que a superfície que foi removida pelo polimento pode contribuir para um estado de tensão residual compressiva, onde os mesmos defeitos são estabilizados. Um polimento final poderia ocasionar a extensão das trincas laterais, tendo uma maior contribuição para as falhas dos corpos-de-prova. Sendo assim, a presença dessa camada de tensão residual compressiva nos corpos-deprova produzidos com CAD/CAM no presente estudo podem favorecer o comportamento mecânico em comparação aos corpos-de-prova produzidos em laboratório e polidos.

As características e origem da fratura foram semelhantes entre os grupos experimentais, sendo a origem localizada na região inferior do CP, na superfície submetida às tensões de tração. No ensaio de flexão, as marcas fractográficas foram mais proeminentes. No ensaio de fadiga, marcas mais suaves foram encontradas sugerindo um processo de falha com menor quantidade de energia. Durante a fadiga cíclica em ambiente úmido, ocorre um crescimento lendo das trincas, até atingir um tamanho crítico que leva a fratura da cerâmica. O processo de nucleação da trinca por fadiga é dependente das tensões cíclicas que estão atuando, enquanto que para a propagação são importantes as tensões de tração, que fazem com que as pequenas trincas que foram nucleadas cresçam e levem à ruptura final (9).

Algumas limitações podem ser identificadas no presente estudo. Utilizou-se de corpos-de-prova padronizados em forma de discos, que diferem da configuração das restaurações utilizadas na clínica. Além disso, não foi realizado nenhum tratamento de superfície ou protocolo de cimentação. Clinicamente, as restaurações de vitrocerâmicas são tratadas com ácido hidrofluorídrico e cimentadas com cimento resinoso a um substrato, o que afeta suas características de superfície e comportamento mecânico (10).

Por outro lado, os corpos-de-prova foram produzidos com a tecnologia CAD/CAM, utilizando protocolos de usinagem disponíveis para a confecção de restaurações para uso clínico. A possibilidade de escolher entre diferentes protocolos de usinagem é recente e não existem estudos que investiguem essa variável. Ainda, buscou-se utilizar uma cerâmica com pouca evidência clínica e que tem sido amplamente utilizada pelas suas boas características mecânicas e estéticas, e facilidade de usinagem pelo CAD/CAM. O intuito foi apresentar a melhor proposição da realidade clínica como no caso das simulações pelo teste de fadiga, onde se identifica a proximidade com o ambiente

oral, tanto em umidade e temperatura, quanto nas frequências mastigatórias ao longo do tempo.

CONCLUSÃO

Diferentes métodos de processamento não afetam o comportamento mecânico da vitrocerâmica Suprinity, mas influenciam parcialmente nas suas características de superfície. Apesar da diferença nos parâmetros de rugosidade entre as diferentes estratégias, diferenças no padrão de superfície e bordas dos corpos-de-prova em microscopia não foram observadas. O comportamento de fadiga foi similar entre os três grupos.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a bolsa de iniciação científica PIBIC/UPF, e o apoio do Edital Fapergs/CAPES 06/2018 – Programa de Internacionalização da Pós-Graduação no RS (n. 19/2551-0000677-2), do Laboratório de Prótese Coral (Passo Fundo, RS) e da Dentsply Sirona Brasil.

REFERÊNCIAS

- Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. Dent Mater. 2016;33(1):84–98.
- 2. Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A,

Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. Dent Mater. 2017;33(1):84–98.

- Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. Dent Mater. 2016;32(7):908–14.
- Mendonca AF de, Shahmoradi M, Gouv[^]ea CVD de, Souza GM De, Ellakwa A. Microstructural and Mechanical Characterization of CAD / CAM Materials for Monolithic Dental Restorations. 2018;3–10.
- Romanyk DL, Martinez YT, Veldhuis S, Rae N, Guo Y, Sirovica S, et al. Strength-limiting damage in lithium silicate glassceramics associated with CAD–CAM. Dent Mater. 2019;35(1):98–104.
- Wendler M, Belli R, Petschelt A, Mevec D, Harrer W, Lube T, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. Dent Mater. 2017;33(1):99–109.
- Romanyk DL, Guo Y, Rae N, Veldhuis S, Sirovica S, Fleming GJ, et al. Strength-limiting damage and its mitigation in CAD-CAM zirconia-reinforced lithium-silicate ceramics machined in a fully crystallized state. Dent Mater. 2020;36(12):1557–65.
- Fraga S, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, Kleverlaan CJ, May LG. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. Dent Mater. 2017;33(11):1286–97.
- 9. Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR, Scherrer SS. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. Dent
Mater. 2005;21(10):920-9.

 Bergamo ETP, Bordin D, Ramalho IS, Lopes ACO, Gomes RS, Kaizer M, et al. Zirconia-reinforced lithium silicate crowns: Effect of thickness on survival and failure mode. Dent Mater. 2019;35(7):1007–16.