



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

JÚLIO NOGUEIRA LUZ

**IMPACTO DA ENERGIA DE MICRO-ONDAS NA
SINTERIZAÇÃO DA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA**

2015

JÚLIO NOGUEIRA LUZ

**IMPACTO DA ENERGIA DE MICRO-ONDAS NA SINTERIZAÇÃO DA
ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA**

Dissertação apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Co-orientador: Profa. Dra. Flávia Pires Rodrigues

São José dos Campos

2015

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Tit. Estevão Tomitsu Kimpara

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci

Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo
USP – Universidade de São Paulo
Campus de São Paulo

São José dos Campos, 9 de janeiro de 2015.

DEDICATÓRIA

À Deus, pelo dom da vida, e força para sempre seguir em frente.

Ao meu pai, Hugo de Araújo Luz, que foi quem, silenciosamente, me incentivou a seguir o meu caminho da maneira que me fizesse feliz. A pessoa que agora, mesmo ausente fisicamente, é o meu maior exemplo a seguir tanto profissional como pessoalmente.

A minha mãe, Agueda Nogueira Luz, que com muito amor, nunca mediu esforços para me fazer ter forças e me tornar sempre uma pessoa melhor, sendo sempre um exemplo de honestidade e caráter a ser seguido.

As minhas avós, Maria Alice de Araújo Luz e Maria Auxiliadora de Almeida Nogueira, que são a base de tudo.

Aos meus irmãos e cunhados, Gustavo e Carol, Zine e Attila João Batista, Talita e Cláudio, Hugo e Tamires, que formam a pirâmide que sustentam nossa família.

Aos meus sobrinhos Douglas, Lucca, Letícia, Davi, Rafa, Olívia e Joana, pelo carinho e amor que sempre oferecem.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos - UNESP/ICT tendo como diretor o Prof. Carlos Augusto Pavanelli e vice-diretor o Prof. Estevão Tomomitsu Kimpara, pelo acolhimento ainda em 2007, na graduação e em 2013 no mestrado, me dando assim a oportunidade de crescimento profissional e pessoal.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pela Profa. Márcia Valera Garakis.

Ao meu orientador, Prof. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, não só pela ótima orientação que tive, mas também pelos ensinamentos passados, amizade, conselhos e oportunidades que sempre foram oferecidas a mim durante este período.

A Prof^a. Flávia Pires Rodrigues, que mesmo com o pouco tempo de presença física, nunca esteve ausente tornando possível a conclusão deste trabalho.

Ao Prof. Marco Antonio Bottino pela coordenação da especialidade de prótese dentária do programa de pós graduação e pela ajuda no desenvolvimento do projeto.

À empresa VIPI Produtos Odontológicos, por meio de seu funcionário Fábio Costa, que forneceu as amostras para este estudo

Ao Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica (LIEC), bem como a Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), pela possibilidade de utilização do laboratório para que a parte experimental fosse realizada.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), que nos dá apoio para a continuação deste estudo.

Ao pós-doutorando Júlio Cesar Sczancoski pelo apoio e conhecimento dado em São Carlos durante a fase experimental que lá ocorreu.

A doutoranda Anelyse Arata, pelos conhecimentos cedidos e apoio no desenvolvimento deste estudo.

Aos Professores Renata Marques de Melo Marinho, Alexandre Luiz Souto Borges, Alberto Noriuki Kojima e Rubens Nisie Tango, que contribuíram diretamente com seus conhecimentos para o desenvolvimento deste projeto.

Aos Professores Tarcísio José de Arruda Paes Junior, Paula Carolina Komori de Carvalho e Vanessa Cruz Macedo pelo convívio e conhecimento na disciplina de prótese total.

Aos Professores Maximiliano Piero Neisser, Fernando Eidi Takahashi, Luis Guilherme de Macedo pelo conhecimento passado neste período de convivência.

Ao meu primo Leonardo Mendes Nogueira e ao Bruno Avena de Azevedo que me receberam provisoriamente em sua casa quando eu sai da graduação e procurava outro lugar pra ficar, e lá, definitivamente, eu fiquei. Obrigado pela companhia, ajuda e momentos agradáveis.

Aos amigos Gabriela de Freitas Ramos pela amizade desde 2007 até os dias de hoje. Obrigado Gabi, você é fundamental nisto tudo. Vinícius Anéas Rodrigues pelo grande companheiro que se tornou. Entre papos descontraídos e sérios a amizade se formou. Ronaldo, Carol Baiana, Aline, Evelyn e Lígia, com vocês todos eu dividi os melhores e piores momentos, Obrigado. Com vocês os momentos difíceis se tornaram mais fáceis e os fáceis se tornaram melhores ainda.

A Nathália de Carvalho Ramos que, no meio disso, tudo foi quem apareceu e ficou sempre ao meu lado. Com sua maneira de ser que contagia quem está próximo a ela, foram muitos momentos bons. Foram

risadas, broncas, conselhos, troca de experiências profissionais e pessoais, permitindo com que eu pudesse ser uma pessoa bem melhor. Muito obrigado por tudo, Nathi.

Aos Bueno, Natália, Edmilson e Rita, pelo carinho, incentivo, conselhos e acolhimento, que nunca me foram negados.

Aos alunos de iniciação científica, Vinícius, Bruna e Juliana, que sempre estiveram presentes para ajudar durante este trabalho.

Aos alunos de graduação das disciplinas de protese total de 2013 e 2014, Clínica Integrada de 2013 e Implante de 2014 pela troca de conhecimentos que tivemos.

Aos amigos de pós graduação Marina, Pedro, César, Humberto, Priscilla, Carol Cotes, Fernanda Campos, Fernanda Papaiz, Elen, Júlia, Alecsandro, Viviane, Rodrigo, Ana Carol, Anna Karina, Marília, Mayra, Sabrina, Lilian, Leandro, Nayara, Regina, Pollyana, Ana Flávia, Rafa e Tabata. Obrigado pela convivência, paciência e ajuda.

Aos técnicos do laboratório de prótese Fernadinho, Marcão, Lilian, Thaís e Marcos, sempre nos ajudando quando mais precisamos.

A secretaria de pós-graduação, representados pelos funcionários Rose, Bruno e Ivan, sempre disponíveis para nossos problemas e dúvidas.

Aos funcionários deste Instituto, que fazem parte do dia a dia, e que fazem tudo isto funcionar. Obrigado não só pela ajuda direta, mas por toda ajuda que todos nós, alunos, recebemos de vocês.

Aos meus amigos Paschoal, Emanuel, Pitchu, Rafa, Felipe, Axel, Fagner, Carol, Dani, Samara, Mari, Ju, Paula e Elisangela. Isto é só uma continuação do que eu comecei com vocês, e cada um de vocês fez falta aqui.

Aos meus grandes amigos, Kiko, Guti, Bam, Psy e Vinícius pela amizade e força sempre.

À CAPES pela concessão de uma bolsa durante o mestrado.

À todos que, direta ou indiretamente, estiveram presentes nessa fase contribuído para que ela fosse concluída.

**“Um sonho que se sonha só
é só um sonho que se sonha só
mas sonho que se sonha junto é realidade”**

Prelúdio – Raul Seixas

SUMÁRIO

RESUMO	10
ABSTRACT	11
1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DA LITERATURA	15
3 PROPOSIÇÃO	31
4 MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1 Material	32
4.2 Métodos	32
4.2.1 Confeção dos corpos de prova.....	33
4.2.2 Envelhecimento.....	36
4.2.3 Análise Quantitativa.....	37
4.2.3.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial.....	37
4.2.4 Análise Qualitativa.....	39
4.2.4.1 Microscopia eletrônica de varredura.....	39
4.2.4.2 Análise por difração de raios-X.....	39
5 RESULTADOS	41
5.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial	41
5.2 Análise por meio de microscopia eletrônica de varredura	43
5.3 Difração por raios-X	46
6 DISCUSSÃO	47
7 CONCLUSÃO	53
8 REFERÊNCIAS	54

Luz JN. Impacto da energia de micro-ondas na sinterização da zircônia odontológica [dissertação]. São José dos Campos (SP). Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 2015.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do método de sinterização, convencional e por meio de energia micro-ondas, sobre as características microestruturais e propriedades mecânicas de cerâmicas à base de zircônia Y-TZP. A hipótese nula foi que a sinterização realizada por forno de micro-ondas não influencia na resistência à flexão biaxial de discos Y-TZP, tanto dos discos envelhecidos por meio de uma cicladora termomecânica, quanto nos grupos não-ciclados. Cem amostras em forma de discos de cerâmica VPI Block Zirconn (12 x 1,2 mm) foram usinados de acordo com as normas ISO 6872 para o ensaio de flexão biaxial e foram separados em grupos de acordo com o método de sinterização e de envelhecimento termomecânico: Grupo I: Sinterização convencional e sem ciclagem mecânica; Grupo II: Sinterização convencional + ciclagem termomecânica; Grupo III: Sinterização em micro-ondas e sem ciclagem termomecânica; Grupo IV: Sinterização em micro-ondas + ciclagem termomecânica. Os corpos de prova foram submetidos à flexão biaxial após a sinterização para os grupos não ciclados e após a ciclagem para os grupos os quais foram submetidos ao envelhecimento (1.200.000 ciclos, carga de 45 N e frequência de 2,8 Hz, biaxial, imersos em água 37 °C). Foi realizada análise qualitativa das amostras por meio de um microscópio eletrônico de varredura e difração de raios-X em oito amostras (n = 2) para todos os grupos. Para a análise estatística foi utilizado o módulo Weibull (m), sendo que não houve diferença significativa quando comparado à ciclagem, porém houve quando comparado o método. O mesmo ocorreu quando foi aplicada a análise de variância ($\alpha = 5\%$). Conclui-se que o protocolo de sinterização praticado neste estudo não teve sucesso na sinterização da zircônia odontológica, e o termociclagem não afeta as características microestruturais e mecânicas da Y-TZP.

Palavras-chave: Cerâmica. Micro-ondas. Termociclagem. Sinterização. Zircônia.

Luz JN. *Impact of sintering process on the microstructural of dental ceramics [dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.*

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the impact of the sintering method, conventional and through microwave energy on the microstructural characteristics and mechanical properties of ceramics based on Y- TZP zirconia. The null hypothesis is that sintering is carried out by microwave oven has no effect on the biaxial flexural strength Y- TZP disc , both discs aged by means of a thermo cycler , and in the non-cycled groups. One hundred samples in the form of VIPI Block Zirconn ceramic discs (12 x 1.2 mm) were machined in accordance with ISO 6872 standards for biaxial bending test and were divided into groups according to the method of sintering and thermomechanical aging: Group I: conventional and without mechanical cycling sintering ; Group II : conventional + thermomechanical cycling sintering ; Group III: microwave sintering and without thermomechanical cycling ; Group IV: in microwave sintering + thermomechanical cycling . The specimens were subjected to biaxial bending after sintering for non-cycled groups and after cycling for groups which were submitted to aging (1,200,000 cycles , 45 N load and frequency of 2.8 Hz, biaxial, immersed in water 37 °C). Qualitative analysis was performed on samples using a scanning electron microscope and X-ray diffraction samples in eight samples(n = 2) for all groups. For statistical analysis the Weibull modulus (m) was used , and there was no significant difference when compared to cycling, but there was compared the method. The same happened when the analysis of variance ($\alpha = 5\%$) was applied. It follows that sintering protocol performed in this study had no success in dental zirconia sintering and thermal cycling does not affect the microstructure and mechanical properties of Y- TZP .

Keywords: Ceramic. Microwave. Thermocycling. Sintering. Zirconia.

1 INTRODUÇÃO

O interesse pelas cerâmicas como materiais de infraestrutura na odontologia baseia-se em seu baixo peso molecular, propriedade óptica elevada, dureza, inércia química e características tribológicas favoráveis (Saavedra GSFA et al., 2005, 2012; Della Bona, Kelly, 2008; Saavedra GSFA, 2009;). Atualmente, um dos principais objetivos da pesquisa e desenvolvimento das cerâmicas é produzir materiais resistentes e tenazes que possam oferecer desempenho confiável nas aplicações odontológicas. Assim, as cerâmicas à base de zircônia têm sido utilizadas para um grande número de aplicações na área da bioengenharia, como na odontologia, em função de suas propriedades mecânicas (Saavedra GSFA et al., 2009; Costa et al., 2012; Oh et al., 2013).

A zircônia (ZrO_2) é um material polimórfico que possui três estruturas cristalinas com fases descritas pelas redes de Bravais: monoclinica, tetragonal e cúbica (Figura 1). A fase monoclinica é estável a partir da temperatura ambiente até 1170 °C, na qual se transforma em fase tetragonal (1170 °C à 2370 °C) e a fase cúbica é estável acima de 2370 °C. Esta pode ser estabilizada e permanecer na fase tetragonal por meio da adição de vários óxidos metálicos como óxido de ítrio (Y_2O_3), óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de magnésio (MgO), óxido de cálcio (CaO) e óxido de cério (CeO_2) (Denry, Kelly, 2008). Devido às suas características como durabilidade, boa adaptação, estética, boa resistência à flexão, entre outros, a zircônia monolítica tetragonal estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) tem sido muito utilizada em procedimentos restauradores (Denry, Kelly, 2008; Bottino et al., 2009; Griffin, 2013).

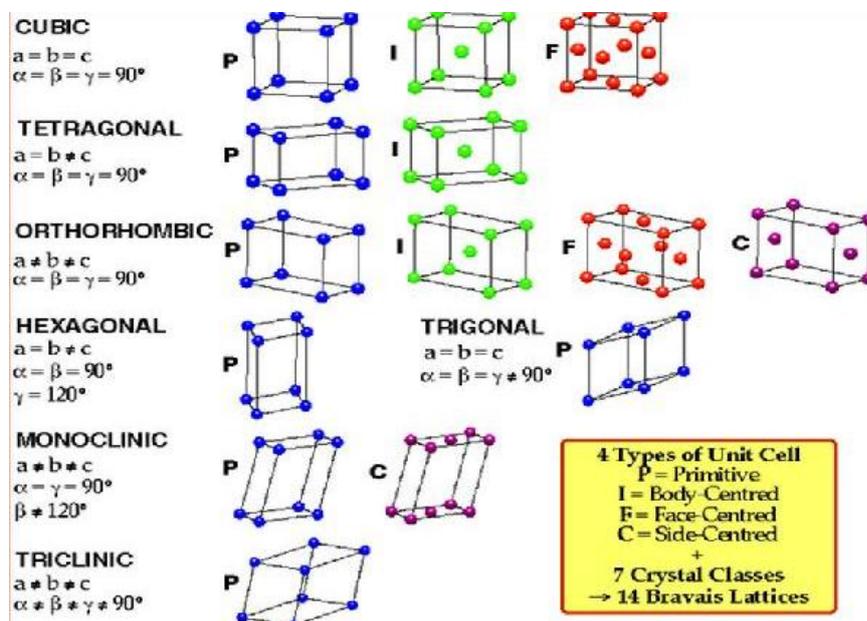


Figura 1 – Redes cristalinas descritas por Auguste Bravais (1948).

A sinterização desses materiais cerâmicos é um processo complexo, onde aqueles compactados, cristalinos ou não, são tratados a uma temperatura abaixo do seu ponto de fusão e, assim, possuem uma mudança na sua microestrutura, por meio de mecanismos de transporte concorrentes ou consecutivos que resultam em um sólido coerente (Flório, 1998). Este processo é determinante das propriedades e da estrutura do material e é nesta etapa em que a massa de partículas, já conformada, ganha resistência mecânica e adquire quase todas as suas propriedades finais (Silva, Alves Júnior, 1998; Kelly, Denry, 2008).

A sinterização em estado sólido é de extrema importância, sendo fundamental também para as propriedades elétricas e ópticas das cerâmicas. Nesta etapa, o pó que foi compactado continua sólido, e é a mudança na forma dos grãos constituintes do material que faz com que a densificação máxima seja atingida (Flório, 1998).

O processo de sinterização das cerâmicas odontológicas pode ser feito por meio de fornos convencionais para cerâmica, no qual o material, após a aplicação (fresagem ou usinagem) é colocado em seu interior e submetido a uma temperatura específica por um grande período. Pode também ser feito por meio de um forno micro-ondas, no qual a cerâmica será submetida a um processo de aquecimento mais uniforme (Almazdi et al., 2012).

As micro-ondas são ondas eletromagnéticas de 0,3 a 300 GHz, com o intervalo de comprimento de onda entre 1 m a 1 mm. Estas, tal como as ondas visíveis (luz visível), obedecem às leis da óptica e podem ser transmitidas, absorvidas e/ou refletidas em função do tipo de material (Menezes et al., 2007a). O uso da energia de micro-ondas proporciona vários benefícios ao processo de sinterização. Dentre eles, redução nos tempos de processamento, economia de energia e absorção de temperatura mais uniforme, o que justifica suas aplicações industriais (Marinis et al., 2013).

O principal benefício da exploração do uso da energia de micro-ondas em processos ativados termicamente vem da possibilidade de especificidade de absorção da energia e aquecimento volumétrico dos materiais, em contraste com os métodos de aquecimento comumente utilizados (Menezes et al., 2007a; Marinis et al., 2013).

As cerâmicas, geralmente, são transparentes às micro-ondas, porém, após chegarem a uma temperatura específica (temperatura crítica) passam a ter uma maior absorção da radiação produzida pelo forno. Dessa forma, alcançam a temperatura ideal em um curto período, o que promove uma melhor densidade relativa do material e uma microestrutura com grão mais compacto (Menezes et al., 2007b). De acordo com as limitações no processo de sinterização das cerâmicas odontológicas à base de zircônia, a proposta deste trabalho foi avaliar a influência deste processo sobre a microestrutura de uma cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Em um estudo onde o objetivo foi a comparação de três materiais cerâmicos utilizados como infraestrutura (Empress, In-Ceram e Allceram), Wagner e Chu, utilizaram-se do teste de flexão biaxial para comparar esses materiais quanto a sua resistência à flexão e tenacidade a fratura. Para a realização dos testes, 10 discos de 2 x 16 mm foram preparados com cada material. No teste de flexão biaxial o carregamento aplicado foi de 1 mm/min até que o espécime fraturasse. As análises ANOVA, *Scheffé test* e Weibull foram aplicadas. Para a tenacidade à fratura, os carregamentos foram de 9,8 até 196 N. Os espécimes foram jateados com carbono e observados em um MEV. Foi observado que houve diferença estatística entre os grupos quanto à flexão biaxial, sendo que a cerâmica Empress apresentou os menores valores, 134 Mpa, enquanto as cerâmicas In-ceram e Procera apresentaram 352 e 687 MPa respectivamente, neste teste. A cerâmica Procera também apresentou valores mais altos para o módulo de Weibull (7,01) seguida da Empress (3,65) e Allceram (1,61). Para tenacidade à fratura, não foi encontrada diferença significativa estatisticamente entre estes materiais. Assim, o autor conclui que os três materiais testados possuem valores de resistência à flexão e tenacidade a fratura muito superiores a uma cerâmica feldspática (Wagner, Chu, 1996).

Com o intuito auxiliar na justificativa e na normatização dos ciclos térmicos *in vitro* e *in vivo*, Gale e Darvell em 1999 analisaram 130 estudos laboratoriais de ciclagem térmica, feitos por 99 autores de 25 revistas. Nesta revisão situações observadas no cotidiano foram levadas para o laboratório como por exemplo os ciclos térmicos submetidos na

boca durante a alimentação (comida e bebida), tanto em dentes hígidos quanto em dentes restaurados. Foram avaliados também os ciclos utilizados nestes estudos, temperaturas máximas e mínimas e os estudos que utilizavam temperaturas médias. Após isto, o estudo relata o efeito dos ciclos térmicos, sendo que eles consideram inconsistentes os resultados achados visto que os artigos relatam grande diversidade de efeitos após a ciclagem. Assim, os autores concluem que apesar de não representar exatamente o que ocorre *in vivo*, os ciclos térmicos aos quais são submetidas as amostras possuem uma representatividade clínica. (Gale, Darvell, 1999).

Upadhyaya et al., realizaram um estudo em 2001 onde o objetivo era a sinterização de zircônia em micro-ondas. Então, foram preparadas amostras de 3Y-TZP com 45% de densidade. Um forno de micro-ondas convencional foi adaptado para que a sinterização pudesse ser realizada. O protocolo utilizado na sinterização foi de 15 min com 30% da potência do forno e mais 30 min com 80% da potência, sendo o resfriamento realizado a temperatura ambiente. A sinterização convencional foi realizada a 1400 °C durante 3 h. Foi realizada a densidade de *Bulk* e a porosidade pelo método de deslocamento. Foram realizadas indentações com carregamentos de 100 – 300 N durante 15 s. A microestrutura da amostra foi analisada por um MEV. Foi observado que as amostras sinterizadas em micro-ondas apresentaram uma distribuição mais uniforme e uma espessura relativamente mais fina. Quanto às características mecânicas, foi visto que a maior densidade foi alcançada nas amostras sinterizadas em micro-ondas. Já para dureza e tenacidade, os resultados foram pouco superiores para a sinterização convencional. Com isso, os autores concluem que a sinterização por micro-ondas possui alguns benefícios em *design* microestrutural e propriedades mecânicas, se comparada com a sinterização convencional (Upadhyaya et al., 2001).

Veronezi et al. (2002) estudaram o efeito da termociclagem na microinfiltração em resinas compostas. Setenta e seis pré-molares receberam preparos circulares e restaurações em resinas compostas (Scotchbond Multi Purpose Plus/Z 100). Posteriormente, foram armazenados em fucsina, cortados e analisados por métodos quantitativos (testes de Kruskal-wallis e pelo coeficiente de correlação de Spearman) e qualitativos, por meio de um microscópio. As amostras foram separadas em 4 grupos de acordo com o número de ciclos. O grupo com menor número de ciclos apresentou o menor grau de infiltração, porém uma diferença significativa comparada aos outros grupos não foi evidenciada. Assim, os autores sugerem que a contração de polimerização poderia influenciar mais que a termociclagem quanto ao fator microinfiltração e que o número máximo de ciclos utilizados (1000 ciclos) pode não ter alcançado a fadiga necessária para alterar a contração e expansão da resina composta. Os autores concluíram que as metodologias utilizadas foram condizentes com a avaliação realizada e que a termociclagem não alterou de forma significativa a microinfiltração de resinas compostas (Veronezi et al., 2002).

Komine et al., em 2004 avaliaram a influência de cimentos resinosos na resistência à fratura de coroas cerâmicas. Quarenta e oito pré-molares foram preparados e separados em 3 grupos com variação do o agente cimentante e metade dos espécimes de cada grupo foram submetidos a termociclagem e assim todos os espécimes submetidos ao teste de resistência à fratura. Todos os espécimes sobreviveram à termociclagem e os resultados não revelaram diferença significativa exceto o grupo que foi cimentado com o cimento Panavia submetido à termociclagem, que apresentou valores inferiores. Não houve fraturas na interface cerâmica/resina ou no interior da cerâmica, sendo assim, as falhas ocorridas foram devido ao agente cimentante utilizado, o que contrariou a hipótese inicial. Concluiu-se que os três agentes cimentantes

testados podem ser utilizados para a cimentação, com ressalva aos resultados inferiores do cimento Panavia (Komine et al., 2004).

Em um estudo onde o objetivo foi avaliar, após a fadiga, o efeito do tratamento térmico e a resistência à fratura da infraestrutura de zircônia confeccionada pelo método de sinterização e *hot isostatic pressed* recobertas com uma cerâmica feldispática (Vita D e Eris Ivoclar). Os autores confeccionaram infraestruturas de próteses fixas de 3 elementos, submeteram a sinterização e ao método de *hot isostatic pressed*. Após a aplicação da cerâmica de cobertura, as amostras foram submetidas a cimentação em modelos metálicos com um cimento de fosfato de zinco. Os espécimes foram submetidos a fadiga cíclica (100.000 ciclos, 90 cargas por min entre 0 e 50 N). Após a fadiga, os espécimes foram submetidos a carregamentos até que ocorresse a fratura (0,5 mm/min). A análise estatística foi realizada com o teste de Kruskal-Wallis. Desta forma, foi possível observar que a fadiga cíclica não teve influência significativa na resistência das próteses. A carga para fraturar os espécimes que foram submetidos ao tratamento térmico e pelo processo de aplicação de cerâmica de cobertura foi significativamente maior, e não houve diferença entre as cerâmicas de cobertura aplicadas. As fraturas ocorreram no mesmo local (no ponto de carregamento através do conector). Assim, os autores concluíram que o tratamento térmico e a aplicação da cerâmica de cobertura diminui a resistência à fratura de cerâmicas confeccionadas pelo método de *hot isostatic pressed*. (Sundh, Sjogren, 2006).

Pittayachawan et al., em 2007 avaliaram e compararam a resistência à flexão biaxial, dureza de Vickers e fadiga de cerâmicas Y-TZP com coloração e sem coloração. Para a realização deste estudo, 8 grupos – Sem coloração, FS1, FS2, FS3, FS4, FS5, FS6, FS7 - (n = 30, 12 x 1,3 mm) foram confeccionados. Como análise estatística, foram utilizados ANOVA e Weibull. Todos grupos tiveram médias próximas, a flexão biaxial foi de 1100 MPa, módulo de Weibull 9,8 – 12,9 e dureza de

Vickers de 1300 HV. As análises estatísticas mostraram que para flexão biaxial não houve diferença estatística significativa. Para a dureza, os grupos FS1 e FS5 possuíram diferença estatística dos grupos FS4 e FS7, sendo que os maiores valores encontrados foram para o grupo FS3 (1362 (\pm 51)). Foi observado também que a fadiga aplicada nas amostras não teve influência na resistência mecânica das Y-TZP. Assim, os autores concluíram que não há diferença significativa entre as cerâmicas com coloração e sem coloração segundo este estudo (Pittayachawan et al., 2007).

Foi realizado em 2006 um estudo para verificar a influência dos regimes de mastigação sobre coroas/próteses fixas confeccionadas em zircônia. Discos deste material (n = 30) foram separados em 10 grupos sendo as variáveis o ambiente (seco ou úmido) e o número de ciclos. A análise quantitativa realizada foi por meio do teste de flexão biaxial e dureza de Vickers com obtenção do módulo de Weibull nos resultados obtidos. Foi observado que não houve diferença significativa nos valores de resistência entre os grupos onde o ambiente foi diferente. Notou-se que a região imediatamente abaixo da carga aplicada pelo indentador Vickers obteve valores maiores que as regiões mais distantes. Concluiu-se que devido à formação de uma camada de concentração de tensão há um aumento nos valores quanto ao módulo de Weibull e dureza Vickers, porém, quando aumentado o número de ciclos, devido a um possível crescimento lento de trincas, os valores do módulo de Weibull diminuiram (Curtis et al., 2006).

Uma revisão de literatura sobre a zircônia e suas aplicações foi realizada em 2008 para verificar suas possíveis formas de apresentação para odontologia. Três diferentes formas de apresentação de zircônia: 3Y-TZP, Mg-PSZ (*Magnesium cation-doped partially stabilized zirconia*) e ZTA (*zirconia toughened alumina*) foram abordadas. Em relação a 3Y-TZP, relataram que a sinterização é um fator de extrema importância quando as suas propriedades, visto que é ela que influencia

no tamanho do grão desde material que, por sua vez, é o fator mais influente em suas propriedades mecânicas. Com o objetivo de diminuir a tensão induzida, o autor relatou que a adição de alumina na zircônia pode ter grande influência (ZTA), o que apresenta vantagens devidas à diminuição em seus valores médios de cisalhamento. Porém uma porosidade aumentada é encontrada em sua matriz ao ser observada ao MEV (microscopia eletrônica de varredura). Quanto à zircônia alterada com magnésio (Mg-PSZ), esta possui grande aplicação na área biomédica. Devido a sua composição, necessita de uma temperatura mais alta para a sinterização (1600 °C a 1800 °C), sendo que este ciclo deve ser estritamente controlado. Isso se apresenta como uma complicação devido os precipitados que ocorrem a uma temperatura de 1100 °C e que podem gerar falhas de fratura neste material. Neste estudo, os autores ainda levam em consideração os sistemas CAD/CAM para usinagem de peças de 3Y-TZP. O material já vem pré-sinterizado e pode ser submetido a queima (após a usinagem) colorido de diversas formas para que alcance aos padrões estéticos. Ainda assim, uma cerâmica *veneer* pode ser aplicada para que a restauração se torne estética. Um outro sistema (*Hard Machine of 3Y-TZP e Mg-PSZ*) é utilizado, porém o material já vem sinterizado em uma temperatura mais alta (1500 °C) e tem uma taxa de densificação de aproximadamente 95%. Devido a sua dureza, possui um sistema robusto para a usinagem. Os autores relataram a indução de tensão superficial, e comparam outros modos de indução superficial como as lixas e o jateamento. Porém devido à falta de padronização dos métodos para estes estudos, não se conseguiu ainda uma conclusão significativa. Por fim, este estudo fez uma revisão sobre as próteses fixas confeccionadas em zircônia, porém os problemas com a cerâmica de cobertura foram mais frequentes do que com o material de infraestrutura propriamente dito, sendo resultado de presença ou desenvolvimento de tensões nesses materiais (Denry, Kelly, 2008).

Em uma revisão sobre diversos sistemas cerâmicos, estudos mais conclusivos sobre restaurações do tipo 'veneer' indicaram falhas de 5% após cinco anos e sucesso de até 98% após 6 anos. Em 'Inlays' e 'onlays', preparos mais referenciados na literatura, os casos de sucesso e insucesso são encontrados tanto em restaurações onde a cerâmica foi aplicada como feitas em sistemas CAD/CAM. Quanto às coroas unitárias, em estudos comparativos revisados pelos autores, foram avaliadas as taxas de sobrevivência destas coroas onde a variável era a forma de confecção das mesmas. Por fim, em estudos comparativos de próteses múltiplas, anteriores *versus* próteses múltiplas posteriores, obtidas por meio do mesmo processo, concluiu-se que devido à baixa taxa de falha dessas restaurações, os sistemas cerâmicos livres de metal terão um futuro promissor. Sendo assim, os sistemas livres de metal seriam indicados na maioria dos casos, com uso destes materiais a partir da introdução da zircônia como cerâmica de infraestrutura (Della Bona, Kelly, 2008).

Em 2009, a Influência da neutralização, do precipitado do ácido fluorídrico e da fadiga cíclica na força de união adesiva de pré-molares restaurados com inlays cerâmicas foi avaliada. Quarenta dentes hígidos receberam preparos MOD e restaurações cerâmicas. Durante a cimentação, os grupos foram separados, sendo que metade dos dentes recebeu neutralização com ácido fluorídrico e a outra metade não recebeu, e dez dentes por grupo foram submetidos à ciclagem mecânica. Os espécimes foram seccionados e submetidos ao teste de tração com amostras de tamanho reduzido e padronizados. Observou-se que os grupos onde não houve neutralização e os que não foram ciclados tiveram valores mais altos em relação aos outros grupos. Foi possível concluir que os precipitados influenciam negativamente na força de união adesiva, bem como a ciclagem (Saavedra G et al., 2009)

Ainda 2009, foi comparada a resistência à flexão de duas cerâmicas infiltradas por vidro e duas feldspáticas. Barras desses

materiais foram submetidas à análise quantitativa por meio do teste de flexão em três pontos. Ao se comparar cerâmicas da mesma composição, não houve diferenças significativas, porém quando comparadas as de composições diferentes, as infiltradas por vidro obtiveram valores mais altos. Concluiu-se assim que quando comparadas cerâmicas com características semelhantes não houve diferença significativa, o que não ocorreu quando foram comparadas cerâmicas com composições distintas (Bottino et al., 2009).

Para avaliar a dureza Knoop de cimentos resinosos, foi realizado um estudo em 2009. Discos de cerâmica (Heracem) e resina (Artglass) foram confeccionados e cimentados (Rely-x ARC) em matrizes de dentes bovinos. Foram empregadas três formas diferentes de ativação para os grupos experimentais: por meio de uma fonte convencional de luz halógena, por meio de ativação a LED e por meio uma fonte de plasma xênon, enquanto que o grupo controle não foi submetido à ativação. Após a fotoativação, os espécimes foram armazenados em água por 24 h, incluídos em resina e seccionados para avaliação da dureza Knoop. A análise dos resultados revelou que houve diferença significativa para os grupos, sendo os maiores valores de dureza do cimento resinoso foram encontrados para as ativações halógena e LED para a resina quando comparado à cerâmica (Luz halógena/resina: $51,76 \pm 5,01$); LED/resina $51,50 \pm (4,11)$. O grupo controle $28,47 \pm (2,99)$ e a ativação sob fonte de plasma xenon em resina $26,26 \pm (4,93)$ obtiveram valores menores de dureza quando comparado com a fonte halógena e em LED. E o por fim, os piores resultados foram obtidos pelas cerâmicas fotoativadas com fonte de *plasma-xenon*. Assim, os autores concluíram que os valores mais altos de dureza foram obtidos por meio das fontes halógena e LED comparando-os com a fonte de *plasma-xenon* e a presa química, sendo os maiores valores encontrados na resina e não na cerâmica. A ativação com *plasma-xenon* teve, portanto, efeitos negativos na dureza dos cimentos resinosos (Iriyama et al., 2009).

Foi estudado em 2010 o comportamento de materiais quando sinterizados por energia de micro-ondas. Uma suspensão de hidroxiapatita foi obtida e analisada qualitativamente e ligada ao pó de zircônia. Discos foram confeccionados com este composto e sinterizados em diferentes temperaturas por meio de forno convencional e forno de micro-ondas. Foi realizada análise qualitativa das amostras (densidade e porosidade) e quantitativa (dureza Vickers e flexão biaxial). Observou-se que a porosidade aumentou de acordo com a temperatura de sinterização e diminuiu de acordo com a porcentagem de zircônia nas amostras. A resistência biaxial do material apresentou diferença significativa de acordo com o processo de sinterização. Concluiu-se que a temperatura de 700 °C é insuficiente para produzir um corpo denso, sendo a temperatura de 1200 °C a que gera um corpo mais denso dentre as temperaturas estudadas. Entre os métodos de sinterização, existe uma pequena diferença entre as densidades geradas. As microestruturas obtidas no fim dos dois processos também foram diferentes (Curran et al., 2010).

Em um estudo comparativo entre duas cerâmicas, zircônia e alumina infiltrada por zircônia, Kawai et al., em 2011, confeccionaram amostras prensadas em uma matriz de 10 mm de diâmetro e sinterizadas em diferentes temperaturas (1350, 1400 e 1450 °C) durante 2 h. Após a sinterização, as amostras foram levadas à autoclave em água destilada, líquido de Hanks e solução de ácido láctico à 140 °C, 2 atm por 3, 7 e 14 dias. Para a avaliação da transformação de fase dessas amostras, foram utilizadas duas maneiras diferentes de análise por difratometria por raios-X, a convencional e a de “grazing angle” onde a incidência dos feixes de raios-X é alterada para variar entre 1 e 2°. Segundo esta análise, as amostras de zircônia infiltrada por alumina mostraram uma menor taxa de transformação de fase com todos os tratamentos hidrotérmicos sofridos. Com isso, os autores puderam concluir que o tratamento hidrotérmico induziu à transformação de fase nestes materiais, porém em menor quantidade nas amostras de zircônia

infiltrada por alumina, o que indica que a adição de alumina foi efetiva neste caso (Kawai et al., 2011).

Para o estudo do efeito da temperatura de sinterização na translucência e no tamanho dos grãos de zircônia, quarenta discos foram confeccionados e avaliados qualitativamente por meio da espectometria e separados em grupos de acordo com o processo de sinterização com variação da temperatura e da espessura das amostras. Após a sinterização, outras análises qualitativas das amostras foram realizadas (transmitância de luz, densidade e microestrutura das amostras, e em MEV após a fratura). Foi também realizado o ensaio de flexão biaxial. Foi observado que houve diferença significativa tanto para o tempo quanto para a espessura. Houve um aumento da densidade de acordo com o tempo de sinterização, houve também diferença significativa para a transmitância da luz em relação ao tempo de sinterização em relação ao tamanho dos grãos da amostra. Ficou evidente que a porosidade nas amostras diminuiu com o aumento da temperatura, exceto quando a temperatura é de 1500 °C, onde se mantiveram os níveis. Assim, concluiu-se que a temperatura e o tamanho das partículas afetam significativamente na forma com que a luz atravessa a estrutura já sinterizada (Jiang et al., 2011).

Em um estudo para investigar o efeito do tratamento térmico na resistência à flexão de barras cerâmicas (VM7) tratadas pelo protocolo de cimentação Saavedra GSFA et al., em 2012 utilizaram quarenta barras cerâmicas (20 x 4 x 1,2 mm) de VITA VM7 que foram separadas em 2 grupos: controle, que não sofreu tratamento térmico e o experimental que foi submetido a um tratamento térmico 50 °C acima da temperatura de transição da matriz vítrea (*recozimento/annealing*). Todos os espécimes foram submetidos ao mesmo processo de cimentação e ficaram armazenados em água destilada por 7 dias. Após a armazenagem, foram submetidos ao teste de flexão em 3 pontos. A análise dos resultados revelou que, apesar de estudos anteriores

mostrarem que pode existir a influência do tratamento térmico na resistência da união de cerâmicas devido à reorganização molecular, este estudo não apresentou diferença estatística entre os dois grupos testados (Saavedra GSFA et al., 2012).

Em 2012, o efeito do tamanho do grão na resistência da zircônia foi avaliado. Oitenta discos (14,5 x 1,4 mm) foram confeccionados em zircônia e separados em oito grupos onde houve a variação na temperatura de sinterização (1425, 1500 1575 °C com o objetivo de padronizar o tamanho dos grãos das amostras) e também queimas adicionais foram realizadas como se houvesse a queima de uma cerâmica de cobertura. A análise quantitativa das amostras foi realizada por meio de flexão biaxial segundo a norma ISO 6872, sendo que seis espécimes de cada grupo foram submetidos a um ataque térmico de 50 °C além da temperatura de sinterização por 30 min. Como análise qualitativa das amostras, foi realizada a microscopia de varredura. Foi observado que de acordo com o aumento da temperatura de sinterização, houve o aumento no tamanho dos grãos, sendo o contrário para a resistência das amostras. Desta forma, se concluiu que os tratamentos térmicos realizados com padronização de tamanho de grãos e suas diferentes temperaturas de sinterização não tem influência na microestrutura das amostras de zircônia e nas suas propriedades mecânicas (Nakamura et al., 2012).

A resistência à flexão de próteses fixas que simulavam infraestruturas adesivas reforçadas ou não com fibra de vidro em duas configurações geométricas diferentes foi estudada em 2012. Em resina composta (n = 40) foram confeccionados os espécimes e separados em 4 grupos de acordo com a geometria da infraestrutura e submetidos então ao teste de flexão em 3 pontos. Foi observado que o reforço da fibra de vidro gerou uma diminuição na resistência das amostras. Porém, quando as amostras possuem suporte proximal e oclusal elas são mais resistentes que as amostras que só possuem suporte oclusal, o que pode

ser justificado pelo comportamento anisotrópico da fibra de vidro, que distribui ou absorve as tensões geradas pelas forças recebidas. Outro fator de influência pode ser a não ligação da fibra de vidro utilizada à resina, que faz com que não haja a formação de um “monobloco”, o que resulta em falhas na estrutura da peça. Concluíram os autores que a utilização da fibra de vidro não melhora as propriedades mecânicas de próteses fixas e que o suporte oclusal associado ao proximal gera mais resistência às mesmas (Costa et al., 2012).

Em um estudo onde o foco foi a sinterização da zircônia por meio da energia de micro-ondas, as propriedades físicas e de estabilidade dimensional de cerâmicas Y-TZP pelos processos de micro-ondas e por meio da sinterização convencional foram investigadas. Para isso, vinte barras deste material foram confeccionadas e separadas em dois grupos de dez espécimes cada. Sendo os dois grupos sinterizados à temperatura de 1500 °C e submetidos à flexão em 3 pontos. Foram obtidos densidade, comprimento, largura e espessura. Com um difrator de raios-X, foram analisados a composição e o tamanho dos grãos das amostras e, por meio de MEV, as características da microestrutura foram estudadas. Os resultados revelaram que não houve diferença significativa para os processamentos quanto à flexão em três pontos e que os espécimes dos dois grupos obtiveram certa uniformidade após a queima e não foram vistas diferenças nos grãos e na porosidade das amostras sinterizadas de formas diferentes. Apesar das amostras não apresentarem diferenças significativas entre os grupos analisados, os espécimes sinterizados em micro-ondas apresentaram uma porosidade superficial um pouco menor do que os sinterizados de forma convencional, bem como para a uniformidade, que foi pouco superior à sinterização convencional. Uma desvantagem da sinterização por energia de micro-ondas foi a redução para duas amostras por ciclo. Desta forma, os autores concluíram que as duas formas possuem os requisitos aceitáveis para serem utilizadas, porém como a energia por micro-ondas

possui maior uniformidade de aquecimento, esta permitiu que as taxas de aquecimento fossem maiores, o que fez com que houvesse o aumento da produtividade e diminuição dos gastos energéticos (Almazdi et al., 2012).

Os efeitos dos colorantes obtidos por meio de transição do metal nas características mecânicas e de biocompatibilidades das zircônias odontológicas foi estudado em 2013. Para isso, foram obtidos agentes que coloriram a zircônia por imersão da mesma nesses produtos para que ela se tornasse mais estética. Foram realizados testes de flexão biaxial (n = 8) e tenacidade à fratura. Também foi realizado o teste de biocompatibilidade (n = 9) no qual estas amostras foram submetidas ao crescimento de culturas microbianas e analisadas em ensaio colorimétrico XTT (2 metoxi 4 nitro 5 sulfofenil 5 fenilalanina carbonil 2 H tetrazolium hidróxido) XTT assay após 24 e 72 h e em MEV após 24 h. Para o teste de flexão biaxial, as amostras sofreram redução nos valores, em especial para o grupo que foi infiltrado com cloreto de cromo. Para a tenacidade à fratura também houve a diminuição em seus valores comparado ao grupo controle, em especial para o grupo infiltrado com a solução em cloreto de vanádio. Para análise de biocompatibilidade, as amostras analisadas em XTT mostraram resultados semelhantes para os espécimes vistos após 24 e 72 h. E pelo MEV, não foi observada diferença no efeito de união das células e na morfologia dos fibroblastos gengivais. Com isso, os autores concluíram que os colorantes para a zircônia afetam negativamente as propriedades mecânicas das zircônias. Já quanto à biocompatibilidade, as amostras infiltradas foram compatíveis com os fibroblastos gengivais (Oh et al., 2013).

Griffin, em 2013, avaliou novos métodos de confecção de próteses, nos quais havia a utilização de novos materiais e levou em consideração suas características como propriedades mecânicas, características do preparo e principalmente a parte estética desses novos materiais. O autor relatou o uso de cerâmicas de dissilicato de lítio e das zircônias, mesmo essas tendo aspectos negativos, em detrimento do uso

das próteses de metal. O caso reportado pelo autor foi de um paciente que sofreu fratura de cúspide e restauração. Para a solução deste caso, o autor fez um preparo conservador e por meio da tecnologia dos sistemas CAD/CAM ele obteve uma coroa monolítica de zircônia, que foi o material restaurador de escolha. O autor ainda lembrou que em casos que necessitem de restauração temporária, a cimentação com cimentos temporários sem a presença de eugenol seria o ideal, devido a sua não interferência na força de união da cimentação definitiva. O profissional, neste caso, optou pela não obtenção dos modelos e sim pelo escaneamento do preparo. A coroa foi obtida por meio do CEREC e cimentada com um cimento por presa química (Ceramir) (Griffin, 2013).

Em 2013, a abrasão antes e depois da sinterização de blocos de zircônia foi avaliada. Sete grupos com diferentes formas de abrasão foram estudados e após a metodologia aplicada foram avaliados de forma qualitativa por meio da análise de difratometria por raios-X e rugosidade. Para análise quantitativa das amostras, foi realizado o teste de dureza Vickers. Observou-se que o tamanho das partículas abrasionadas contra a superfície da zircônia teve influência nos resultados, sendo que quanto maior a partícula, menores valores de rugosidade. E quanto a rugosidade das amostras, os grupos que não foram lixados antes da sinterização apresentaram resultados superiores aos que foram lixados. Concluiu-se que a abrasão, apesar de muito utilizada para aumentar a adesão da zircônia durante a cimentação, pode gerar danos à estrutura, como por exemplo a transformação de fase nessas amostras, o que possivelmente gera menor dureza na superfície dessas amostras (Monaco et al., 2013).

Para avaliar o efeito de tratamento de superfície na força de adesão no cisalhamento de amostras de zircônia sinterizadas por dois processamentos, convencional e por micro-ondas, Saka e Yuzugullu em 2013, confeccionaram noventa e seis discos de zircônia em CAD/CAM, posteriormente separados em dois grupos: convencional e por micro-

ondas sendo armazenados em água. Dez amostras de cada grupo foram submetidos ao teste de rugosidade e as demais foram separadas em 4 subgrupos: controle, grupo jateado com óxido de alumínio, aplicação de *liner*, jateado com hidróxido de alumínio com *liner* e após os tratamentos foi aplicado um polímero de cobertura nas amostras. As amostras foram envelhecidas em termocicladora e foi realizado o teste de cisalhamento. As amostras do grupo controle apresentaram uma superfície mais rugosa que as demais. E para o teste de cisalhamento, as amostras que foram jateadas com hidróxido de alumínio e aplicação de *liner* obtiveram os melhores resultados ($20,5 \pm 4,07$ MPa) enquanto os mais baixos foram nas amostras do grupo controle sinterizadas em micro-ondas ($13,6 \pm 3,61$). Assim, os autores concluíram que os diferentes tipos de tratamento de superfície não tiveram significância na rugosidade das amostras, e que a aplicação de um *liner* junto a um tratamento de superfície pôde melhorar a adesão das amostras (Saka, Yuzugullu, 2013).

Com o objetivo de estudar os efeitos das condições de sinterização de zircônia dental de duas marcas comerciais distintas (Lava e Kavo) no tamanho do grão e na translucência desse material, Kim et al., em 2013, confeccionaram 50 espécimes de zircônia e separaram em 4 grupos em condições diferentes de sinterização: sinterização por energia de micro-ondas por 20 min, e convencional por 20 min; 2 h; 10 h e 40 h. Foram analisados a densidade das amostras (método de Arquimedes), o tamanho de grãos na zircônia no MEV e a translucência por meio de um espectrofotômetro. Para densidade, não houve diferença significativa entre as duas marcas, e os resultados com maiores valores médios (em torno de $6,07 \text{ g.cm}^{-3}$) foram encontrados na sinterização por micro-ondas (MO) em 20 min. Quanto à translucência, as duas marcas de cerâmica obtiveram maiores valores (Lava 34,48% e Kavo 30,50%) na sinterização por MO. E em relação ao tamanho de grãos, as duas marcas obtiveram menores médias na sinterização por MO (Lava 347 e Kavo 373 nm). O tamanho dos grãos está diretamente ligado à translucência da

cerâmica, pois conforme o tamanho dos grãos a incidência da luz irá mudar e assim também muda o comprimento de onda, o que o torna mais ou menos estético. Assim, os autores concluíram que o tamanho dos grãos está ligado à forma e ao tempo de sinterização da zircônia, e quanto menor o tempo de sinterização da zircônia, menor é o tamanho do grão e maior é a translucência da cerâmica (Kim et al., 2013).

Foi finalizado um estudo com o objetivo de investigar o efeito da temperatura de sinterização na resistência à flexão, taxa de contraste e no tamanho do grãos de amostras de zircônia em 2013. Para isso nove grupos ($n = 22$) foram confeccionados, com variação do tempo de sinterização entre 1300 e 1700 °C durante 2 h e em seguida as amostras foram submetidas ao teste de flexão em 3 pontos. Para a taxa de contraste, 90 espécimes ($n = 10$) foram confeccionados em barras (20 x 20 x 0,7 mm) e sinterizados. Um espectrofotômetro foi utilizado para a mensuração desta taxa com 3 repetições e as médias foram calculadas por um software. Para a análise dos tamanhos de grãos, um espécime por grupo foi utilizado e sua análise realizada em MEV. O valor mais baixo encontrado para a resistência à flexão em 3 pontos (em MPa) foi para a temperatura de 1700 °C ($585,6 \pm 251$) e os melhores grupos para este teste foram os que a sinterização foi em 1400 e 1550 °C ($1119,3 \pm 143$); $1281,1 \pm 230$) respectivamente. A taxa de contraste diminuiu de acordo com o aumento da temperatura de sinterização. Já o tamanho de grão das amostras aumentou de acordo com o aumento da temperatura, com valores mais altos em 1700 °C. Assim, os autores concluíram que a zircônia possui melhores resultados mecânicos quando sinterizadas em temperaturas entre 1400 e 1500 °C e que, com o aumento da temperatura, o tamanho dos grãos também aumentou. Além disso, concluiu-se que que sinterização de zircônia acima de 1600 °C resulta em grãos maiores e porosidades na microestrutura do material (Stawarczyk et al., 2013).

3 PROPOSIÇÃO

O presente trabalho teve como hipóteses:

a) **H₀**: o processo de sinterização por meio de energia de micro-ondas, não influencia na microestrutura e na resistência mecânica da cerâmica VIPI Block Zirconn (Vipi Wieland, Pirassununga, Brasil) à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio;

b) **H₁**: o processo de sinterização, por meio de energia de micro-ondas, influencia na microestrutura e na resistência mecânica da cerâmica VIPI Block Zirconn à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio;

- **H₁₀**: o envelhecimento termomecânico não influencia na microestrutura e na resistência mecânica da cerâmica VIPI Block Zirconn à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio;

- **H₁₁**: o envelhecimento termomecânico influencia na microestrutura e na resistência mecânica da cerâmica VIPI Block Zirconn à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Quadro 1 – Material/composição/fabricante utilizado no estudo

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Vipi Block Zirconn 12 mm	Óxido de zircônia/óxido de ítrio	Vipi Wieland

4.2 Métodos

Para o desenvolvimento da pesquisa, o seguinte delineamento experimental (Figura 2) foi determinado:

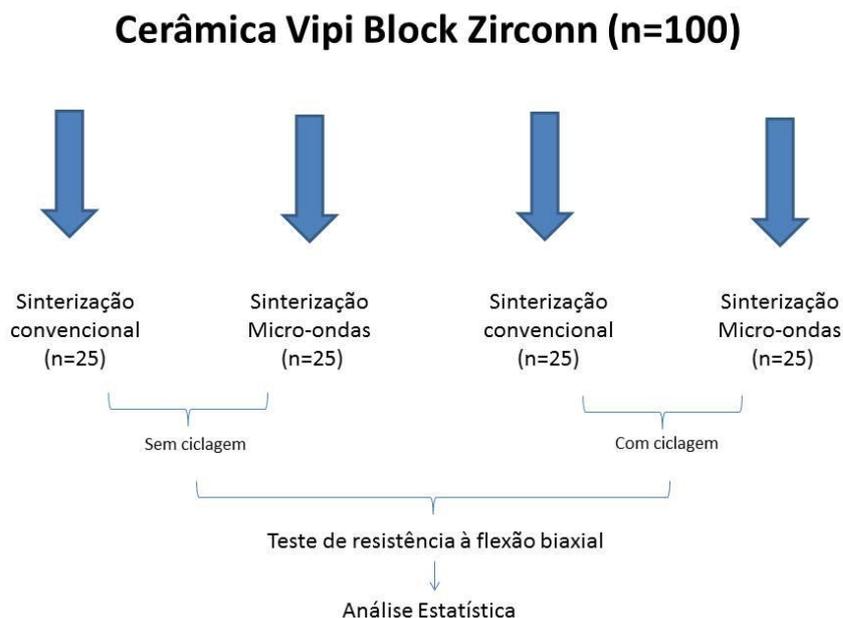


Figura 2 – Delineamento experimental.

4.2.1 Confeção dos corpos de prova:

Com blocos pré-sinterizados de zirconia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (Vipi block Zirconn, Vipi Wieland) foram confeccionados 100 discos de 12 mm x 1,2 mm de acordo com a norma ISO 6872:2008 (Figura 3).

As amostras foram obtidas por meio de fresagem com sistema CAD/CAM com dimensões de 22 % maiores em volume devido à contração de sinterização e foram submetidas a um acabamento com lixas d'água de granulação 1200.

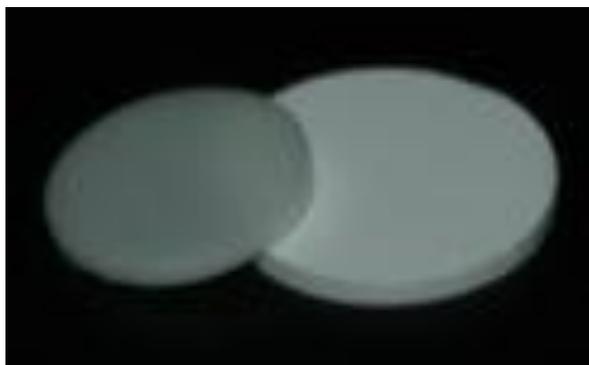


Figura 3 – Disco de zircônia sinterizado e pré-sinterizado, respectivamente.

As amostras foram separadas em quatro grupos (Quadro 2):

Grupo	Protocolo realizado
Grupo I	Sinterização Convencional sem ciclagem
Grupo II	Sinterização Convencional com ciclagem
Grupo III	Sinterização Micro-ondas sem ciclagem
Grupo IV	Sinterização Micro-ondas com ciclagem

Quadro 2 – Grupos analisados neste estudo

Para a sinterização das amostras dos dois grupos em que o processo foi feito por meio de forno convencional, foi utilizado um forno para zircônia (VIPISINT, Vipi, Pirassununga, Brasil) cuja temperatura foi de 1500 °C por 8 h. Na sinterização por micro-ondas, foi utilizado um forno customizado para sinterização da zircônia (FMO-1700, Fornos INTI, São Carlos, Brasil), sendo o processo de sinterização realizado a uma temperatura de 1400 °C por 30 min de acordo com um estudo piloto realizado (Figuras 4 e 5).



Figura 4 – Forno para sinterização por energia de micro-ondas.



Figura 5 – Amostras dentro de um cadinho para sinterização no forno de micro-ondas.

Após a confecção e sinterização dos corpos de prova, dois dos quatro grupos (um sinterizado de forma convencional e um por energia de micro-ondas) foram submetidos à ciclagem termomecânica, como determinado pelo delineamento experimental.

4.2.2 Envelhecimento:

As amostras foram submetidas ao envelhecimento termomecânico (Cicladora ERIOS, modelo ER – 37000, São Carlos, Brasil) (Figura 6) de 1.200.000 ciclos, carga de 45 N e frequência de 2,8 Hz. Durante esta ciclagem termomecânica, todas as amostras sofreram ciclos térmicos com banho em água a 5 °C por 30 s, escoamento da água durante 15 s, banho em água a 55 °C por 30 s, escoamento da água durante 15 s novamente e mecânicos com a haste aplicadora esférica de 4 mm de área de aplicação no centro do corpo de prova. Este envelhecimento corresponderia a cinco anos de utilização clínica (Veronezi et al., 2002; Komine et al., 2004; Curtis et al., 2006).

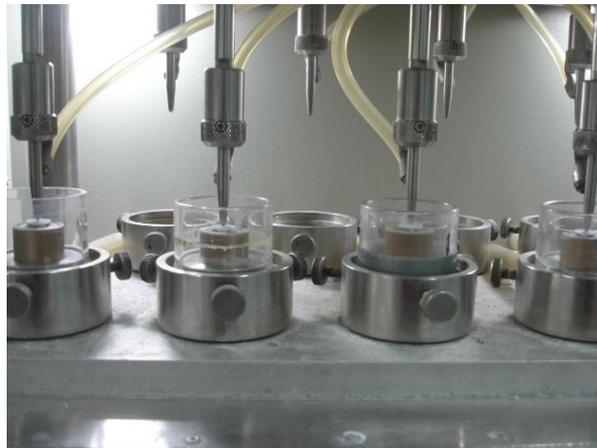


Figura 6- Amostras submetidas ao envelhecimento termomecânico em uma cicladora ERIOS, modelo ER – 3700.

4.2.3 Análise quantitativa:

4.2.3.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial

A análise quantitativa foi realizada por meio de um ensaio de resistência biaxial, realizado em uma máquina universal de ensaios (EMIC, DL-1000, São José dos Pinhais/PR, Brasil) com uma célula de carga de 1000 kg a uma velocidade de 1 mm/min até que ocorresse a fratura.

O dispositivo utilizado para o ensaio ($\varnothing = 41,5$ mm; altura: 25 mm) contém em sua face superior três esferas ($\varnothing = 3,2$ mm) fixadas equidistantemente 10 mm entre os seus centros formando um plano, e três hastes metálicas ($\varnothing = 2$ mm; altura 4 mm) fixadas equidistantes em 17 mm entre seus centros de maneira que o centro formado pelas três esferas e pelas hastes fosse coincidente. O dispositivo foi encaixado em um recipiente metálico ($\varnothing = 42$ mm; altura: 31 mm), que continha água em seu interior para que a amostra permaneça submersa. A amostra foi posicionada no dispositivo, juntamente com uma fita adesiva (12 x 10 mm, 3M ESPE, EUA) em sua face superior, para que as forças fossem aplicadas de modo a gerar tensões uniformemente distribuídas. Uma carga crescente foi aplicada por uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, $\varnothing = 1,6$ mm), acoplada à célula de carga, no centro da face superior das amostras até que a fratura tenha ocorrido (Souza, 2009).

Após a fratura das amostras, os dados obtidos (em N) foram submetidos às equações 1, 2 e 3, de acordo com a norma ISO 6872, para que a resistência biaxial seja calculada para cada amostra:

$$\frac{P(X - Y)}{d^2} \quad (1)$$

Onde:

S = resistência à flexão biaxial (MPa)

P = total de carga necessária para causar a fratura (N)

d = Espessura da amostra na origem da fratura (mm)

Os valores de X e Y foram determinados por meio das seguintes fórmulas:

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

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \quad (3)$$

Onde:

ν = coeficiente de Poisson

r_1 = Raio do círculo do suporte (mm)

r_2 = Raio da área de carga (mm)

r_3 = Raio da amostra (mm)

Todas as mensurações foram realizadas com o auxílio de um paquímetro digital (Starrett®, Itu, Brasil).

4.2.4 Análise qualitativa:

4.2.4.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a análise qualitativa, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura - MEV (JEOL, modelo JSM-T330A, Jeol Ltda. Tóquio, Japão), de forma a avaliar a microestrutura pelo tamanho, morfologia e espaçamento. Para isso, as amostras foram posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*), auxiliado por uma fita dupla face de carbono, e metalizadas com uma camada fina de ouro (80 Ângstrom), que foi depositada por meio de vaporização (sputtering) iônica na máquina metalizadora (polaron SC 7620, Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, Reino Unido) por 130 s com uma corrente de 10-15 mA em vácuo de 130 mTorr a uma taxa de metalização de 3,5 nm/min.

As imagens foram obtidas por meio do princípio de reflexão do feixe de elétrons secundários no qual os elétrons são projetados sobre a superfície da amostra por meio de um microscópio eletrônico de varredura em magnificações desde 5.000 X à 15.000 X (Souza, 2009).

4.2.4.2 Análise por difração de raios -X

Para determinar a porcentagem das possíveis transformações da zircônia (tetragonal transformada em monoclinica) induzida pelo processo de sinterização, convencional e micro-ondas, foi realizada a análise por difração de raios-X (Kosmac et al., 1981) em um

total de oito amostras, sendo duas por grupo ($n = 2$), foi realizada em dois momentos no presente estudo: (1) após a sinterização das amostras e (2) após a ciclagem das amostras.

Nos grupos em que as amostras não foram cicladas, também foi realizada a difração por raios - X uma vez que estas estavam sob influência da água. Esta análise foi realizada em um difratômetro de raios - X (Panalytical e modelo X'Pert Powder – Figura 7). Após a obtenção dos dados, estes foram enviados para um computador (Pentium 4, AMD Athon XP 2000) e interpretados com auxílio de gráficos gerados em um programa computacional (Origin 5.0, Califórnia, EUA).

Os parâmetros de análise foram: passo de $0,02^\circ$, 2θ com variação entre 25° e 80° , e tempo por passo de 25 s.



Figura 7 – Difratômetro de raios - X .

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial

A média e o desvio-padrão dos dados obtidos nas diferentes condições experimentais estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Média e desvio-padrão da resistência à flexão (MPa)

Grupo	Método	Ciclagem	Média ± DP	Coef. Var. (%)
Grupo I	Convencional	Sem	864.8 ± 161.3	18,66%
Grupo II	Convencional	Com	1008.3 ± 145.9	14,47%
Grupo III	Micro-ondas	Sem	349.6 ± 154.1	44,08%
Grupo IV	Micro-ondas	Com	363.5 ± 232.5	63,96%

Os dados obtidos no teste de flexão biaxial e avaliados segundo à distribuição de Weibull podem ser verificados na Figura 8. Nota-se que o comportamento das amostras no teste realizado obedece à distribuição de Weibull e que os grupos sinterizados pelo método convencional obtiveram estatisticamente maior valor de módulo m que os grupos sinterizados por energia de micro-ondas de acordo com o ciclo proposto no presente estudo. A presença ou ausência da termociclagem não influenciou na resistência comparativa dos grupos estudados.

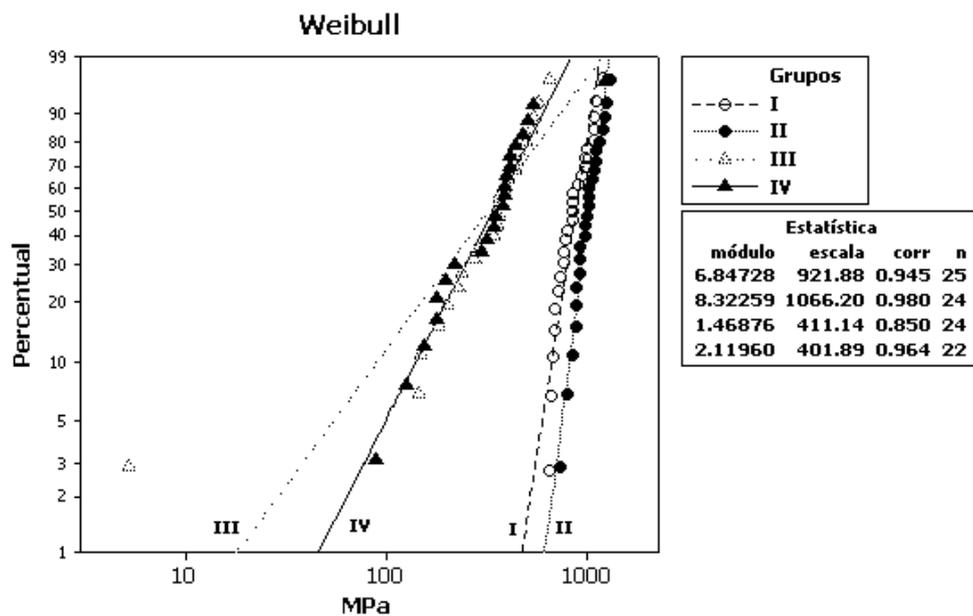


Figura 8- Gráfico do percentual de falhas cumulativas. Grupos Sinterização convencional sem ciclagem (Grupo I); Sinterização Convencional com ciclagem (Grupo II); Sinterização Micro-ondas sem ciclagem (Grupo III); Sinterização micro-ondas com ciclagem (Grupo IV).

Com confiabilidade de 95%, foi aplicado o teste ANOVA dois fatores o método de sinterização foi significativa ($p > 0,05$). Porém, o envelhecimento termomecânico das amostras não apresentou diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 2 - ANOVA aplicado para o método de sinterização

Método	N	Média (MPa)	DP	p
Convencional	49	935.1	168.7	p=0.001
Micro-ondas	46	356.2	193.4	

Com a aplicação do teste ANOVA, para a avaliação estatística, verificou-se que o método de sinterização das amostras (convencional ou por meio de energia de micro-ondas) foi estatisticamente significante ($p < 0.05$) (Tabela 2).

Tabela 3- ANOVA aplicado para o envelhecimento termomecânico

Sinterização	N	Média (MPa)	DP	P
Ausência	49	612.4	303.5	p=0.31
Presença	46	699.9	377.0	

Da mesma forma, o teste ANOVA foi aplicado para avaliação estatística em relação à influência da ciclagem termomecânica, e não foi verificada diferença estatisticamente significante nesta avaliação ($p > 0.05$) (Tabela 3).

5.2 Análise por meio de Microscópio Eletrônico de Varredura

A análise topográfica dos diferentes grupos mostrou que nos grupos onde houve a sinterização convencional, o processo permitiu que, os grãos de zircônia fossem visualizados na estrutura do material (Figuras 9 e 10). Porém, as amostras onde o protocolo realizado foi por meio da energia de micro-ondas, não foi possível a visualização da formação de grãos na superfície da amostra (ausência de aspecto uniforme), o que caracteriza uma sinterização incompleta dos discos. (Figuras. 11 e 12).

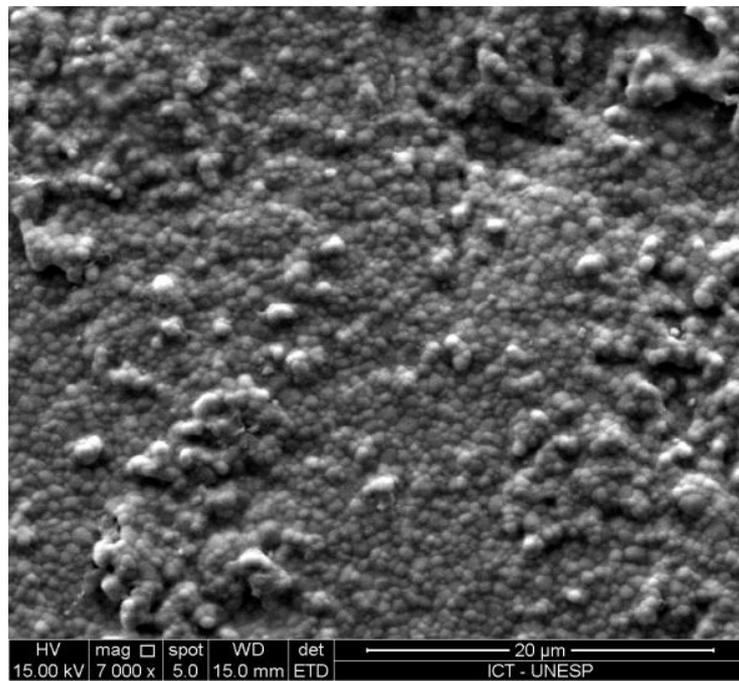


Figura 9 – Análise por MEV grupo I – Aspecto dos grãos de zircônia na superfície da amostra.

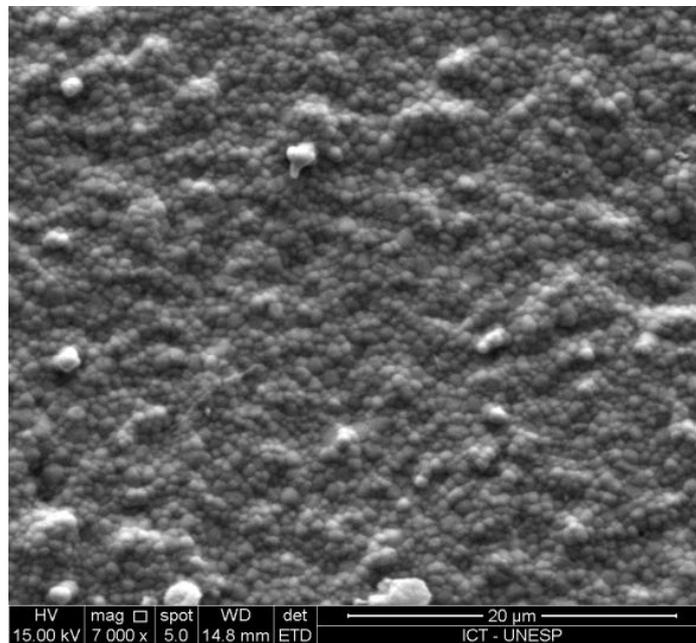


Figura 10 – Análise por MEV grupo II – Aspecto dos grãos de zircônia na superfície da amostra.

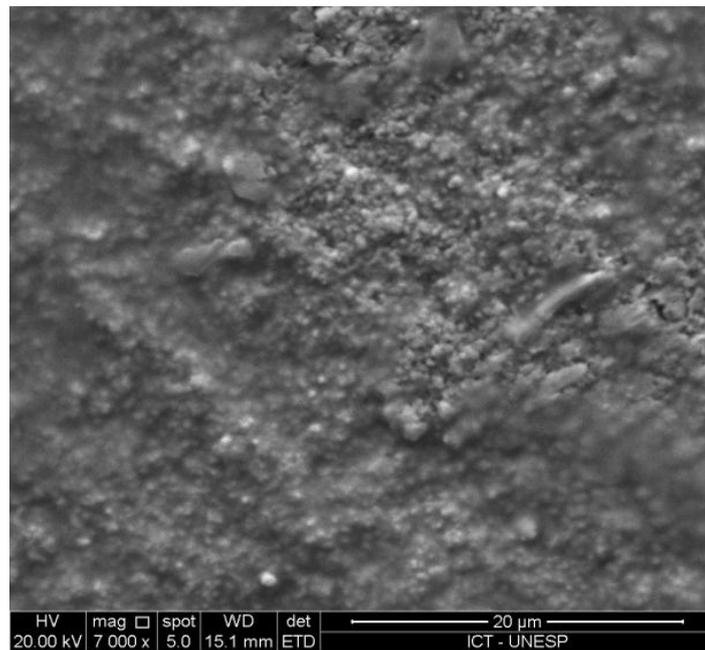


Figura 11 – Análise por MEV grupo III - Aspecto amorfo da superfície da zircônia indicando ausência de sinterização completa.



Figura 12 – Análise por MEV grupo IV - Aspecto amorfo da superfície da zircônia indicando ausência de sinterização completa.

5.3 Difração por raios-X

O resultado da análise microestrutural pode ser visualizado na (Figura 13).

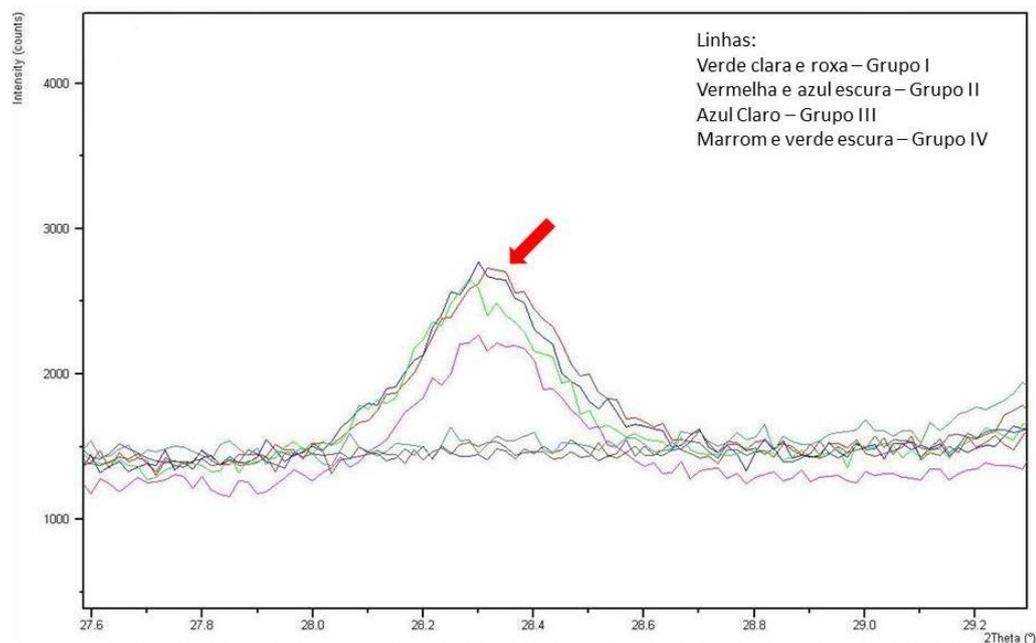


Figura 13 – Gráfico da análise por meio de DRX.

Os picos localizados na região de 28.3° aproximados de intensidade próximos a 3.000 sugerem a presença da fase monoclínica da zircônia nas amostras.

6 DISCUSSÃO

Após a obtenção e análise dos resultados deste estudo, foi possível observar que, quanto à influência do processo de sinterização nas características microestruturais de cerâmicas a base de zircônia, a hipótese nula proposta neste estudo foi rejeitada, visto que os dados obtidos para as cerâmicas sinterizadas em forno de micro-ondas foram estatisticamente inferiores às cerâmicas sinterizadas em forno convencional. Porém, a hipótese nula para os grupos ciclados e não-ciclados foi aceita, já que os grupos I e II, sem ciclagem, não diferiram estatisticamente dos grupos III e IV, nos quais a ciclagem termomecânica foi realizada.

Embora a hipótese nula tenha sido rejeitada, com o bom desempenho do processamento da zircônia em fornos convencionais, vale destacar que os achados deste estudo não podem ser extrapolados para qualquer processamento em fornos de micro-ondas e sim apenas para o protocolo e para o ciclo tempo/temperatura aqui estabelecidos. Logo, ao longo do presente estudo, foi possível observar que o tempo de sinterização para o material em estudo era muito elevado, em torno de 12 h para que um ciclo fosse completo e, desta forma, o objetivo geral do estudo foi buscar uma solução para este problema. Com vistas à literatura, Almazdi et al., em 2012 revelou que a sinterização por energia de micro-ondas poderia fazer com que o tempo elevado de sinterização das cerâmicas fosse reduzido em até 30 min, o que seria um caminho para iniciar o presente estudo em busca de um novo protocolo de sinterização.

Para realização dos testes, foi buscado o teste que melhor representaria a resistência de uma cerâmica. Desta forma, Wagner e Chu em 1996, destacaram o teste de flexão biaxial devido a características como menor variação nos dados para a determinação da resistência e por ser um teste de comparação eficaz e relativamente livre de falhas, além de ser capaz de eliminar o efeito causado pelas arestas (teste de flexão em três pontos) já que neste, o carregamento é central.

Com intuito de simular as condições mais próximas do que acontece em boca, as amostras foram envelhecidas em uma termocicladora. Como ainda foi estabelecido na literatura um protocolo de envelhecimento de cerâmicas, este estudo baseou-se em metodologias utilizadas previamente por alguns pesquisadores na área (Curtis et al., 2006; Sundh, Sjogren, 2006; Souza, 2009) que realizaram 100.000 ciclos com os seguintes parâmetros: frequência de 4 Hz a uma carga de 50 N, na etapa mecânica do ciclo e, para a etapa térmica, como descrita anteriormente, foram realizados de ciclos de 5 °C e 55 °C por 30 s. Alguns outros autores (Itinoche et al., 2006) utilizaram outros parâmetros como: 20.000 ciclos com 1Hz e 50 N de carga em discos de alumina; e outros ainda (Pittayachawan et al., 2007): 500.000 ciclos e carga de 50 a 70% da resistência média do material (Y-TZP Lava). Ambos encontraram dificuldades nos protocolos realizados, portanto, como o objetivo deste estudo foi a avaliação dos efeitos da termociclagem nas características estruturais de cerâmicas a base de zircônia, o protocolo realizado por Souza foi o utilizado como referência para os este procedimentos .

Apesar das cerâmicas a base de zircônia possuírem um efeito de crescimento de grãos quando submetidas a ciclagem, o que pode ser considerado como um aumento de resistência na estrutura, foi observado que a ciclagem termomecânica não apresentou valores estatisticamente significantes entre os grupos estudados quanto à flexão biaxial de discos de Y-TZP, o que corrobora com alguns estudos de referência (Souza, 2009; Veronezi et al., 2002; Komini et al., 2004) . Isto

pode estar associado à grande durabilidade destes materiais, o que não geraria danos consideráveis mesmo se submetido a longos períodos de ciclagem térmica associada à ciclagem mecânica (Gale, Darvell, 1999).

Em relação ao processo de sinterização, o protocolo de sinterização convencional realizado neste estudo obteve resultados compatíveis com os resultados indicados pelo fabricante (Manual VIPI block Zirconn – VIPI Wieland, Pirassununga, Brasil). Neste manual, a resistência à flexão de um teste em 4 pontos é de 950 MPa. Este estudo, como já citado, utilizou o teste de flexão biaxial, que normalmente apresenta valores de resistência inferiores ao teste de flexão em 4 pontos (Della Bona, 2009). Sendo assim, os valores médios obtidos nos grupos onde houve a sinterização convencional foram de 864,8 MPa para o grupo onde não houve a ciclagem, e de 1008,3 MPa para o grupo onde a ciclagem foi realizada. Este aumento da resistência na média do grupo ciclado provavelmente foi referente à transformação de fase (tetragonal para monoclínica) que ocorre quando uma cerâmica Y-TZP é submetida a um estado de tensões, sejam elas térmicas e/ou mecânicas (Stawarczyk et al. 2013).

A sinterização de cerâmicas Y-TZP foi realizada em um estudo por Almazdi et al., em 2012, no qual as características estruturais dessa cerâmica foram avaliadas após sinterização por micro-ondas e convencional. Os autores não observaram diferenças estatisticamente significantes, o que também não foi observado no presente estudo quando comparado os grupos em que houve ou não a ciclagem, porém, se comparados os métodos de sinterização, diferença estatisticamente significativa foi obtida. Almazdi et al., (2012) sinterizam a zircônia por 30 min até uma temperatura de 1500 °C. No presente estudo, devido as características do forno de micro-ondas utilizado, a temperatura de sinterização alcançada foi 1400 °C e foi constante ao longo de todo o processo.

Entretanto, em um estudo realizado por Stawarczyk et al., em 2013, a temperatura de sinterização foi o objeto a ser estudado e foi encontrado que entre 1400 °C e 1550 °C, foram obtidos os melhores resultados para resistência à flexão biaxial. Visto isto, a temperatura de sinterização utilizada no presente estudo está de acordo com o recomendado, o que descartaria a possibilidade de que a temperatura isoladamente seria a responsável pelos baixos valores encontrados nos grupos sinterizados por energia de micro-ondas. Sendo assim, outras variáveis podem ter influenciado nos resultados deste estudo, como por exemplo, a densificação alcançada pela amostra no período de sinterização. Adicionalmente, também não se pode descartar o fato de que neste estudo foi utilizada apenas uma marca comercial de cerâmica que não foi necessariamente a utilizada nos estudos aqui referenciados, apesar de ser de mesma composição geral, o que limita a extrapolação dos resultados e dificulta a comparação com os dados já publicados na literatura. Um estudo para avaliar a densificação da cerâmica pelo método de Arquimedes seria recomendado para trabalhos futuros, assim como a verificação desse comportamento em uma quantidade maior de materiais.

Curran et al., em 2010, sinterizou amostras de zircônia com adição de uma suspensão de hidroxiapatita em diferentes temperaturas (700, 1000 e 1200 °C) e seus resultados foram crescentes de acordo com o aumento da temperatura de sinterização tanto para a porosidade (densificação) quanto para a flexão biaxial. Sendo assim, levando em consideração o estudo de Stawarczyk et al., 2013, seria possível que, se aumentada a temperatura de sinterização para 1450 ou até 1500 °C, as características mecânicas e estruturais da zircônia sinterizada em micro-ondas fossem melhoradas, o que não deve ser obtido caso a temperatura ultrapasse esses níveis, já que a partir desta temperatura, Stawarczyk e Ozcam, não obtiveram resultados satisfatórios.

A análise microscópica foi realizada com um MEV para que a topografia relacionada aos métodos de sinterização fosse

observada. A principal característica observada nessa análise foi a ausência do aspecto definido da morfologia dos grãos nas amostras sinterizadas por forno de micro-ondas. Nos grupos os quais a sinterização foi a convencional, as amostras apresentaram grãos bem definidos, o que permitiu a contagem dos grãos. Não houve diferença morfológica nos grupos ciclados ou não. Entretanto, nos grupos nos quais a sinterização realizada foi por energia de micro-ondas esta morfologia de grãos não pôde ser observada. A superfície da amostra se apresentou de forma amorfa, sem uma característica específica, isto independente da presença/ausência da ciclagem termomecânica.

Em um estudo semelhante a este apresentado, alguns autores (Borrell et al., 2012) sinterizaram amostras de zircônia por meio de energia de micro-ondas com diferentes temperaturas e tempos de sinterização (utilizando temperaturas menores que este estudo bem como tempos inferiores também) e atingiram densificações entre 96 % e 98 %. Desta forma, é possível acreditar que a ausência de sinterização completa neste estudo não se deve a temperatura de sinterização alcançada (1400 °C) nem ao tempo utilizado (30 min), e sim a algum fator como os já citados anteriormente como o posicionamento da amostra dentro do forno e as especificidades do forno.

Por meio da análise de difratometria por raios-X, as fases presentes na superfície dos discos foram avaliadas. A ausência de fase monoclinica na superfície das amostras cicladas por micro-ondas, mesmo as dos grupos nos quais a ciclagem termomecânica foi realizada, é, inicialmente, uma característica favorável à sinterização por meio da energia de micro-ondas, já que uma zircônia já com a presença da fase monoclinica é mais susceptível ao crescimento de trincas, o que confirma a potencialidade do método para esse procedimento.

Desta forma, apesar dos resultados inferiores, a sinterização por micro-ondas deve ser investigada de uma maneira mais profunda, com diferentes temperaturas de sinterização, juntamente com a

análise de densidade por meio da densidade de Arquimedes e os tempos de sinterização, isto permite a busca de resultados que sejam mais próximos da sinterização convencional, e também, soluções para as possíveis falhas do processo como o posicionamento dos corpos de prova no interior do forno. Talvez isto influencie na qualidade da sinterização de amostras de zircônia em fornos de micro-ondas. Assim, a resistência mecânica deste material poderá aumentar a valores que não haja diferença estatística para as amostras sinterizadas em forno convencional.

7 CONCLUSÃO

Respeitando as limitações deste estudo, podemos concluir que:

O protocolo de sinterização por meio de energia de micro-ondas obteve resultados inferiores para este estudo, não permitindo que, nessas condições, cerâmicas Y-TZP sejam sinterizadas por energia de micro-ondas independente do envelhecimento das amostras, já que este não teve influência nos resultados.

8 REFERÊNCIAS*

Almazdi AA, Khajah HM, Monaco EA Jr Kim H. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. *J Prosthet Dent.* 2012;108(5):304-9.

Souza RO. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria. [tese], São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2009.

Borrell A, Salvador MD, Pañaranda - Foise FL, Cátala-Civera JM. Microwave sintering of zirconia materials: mechanical and microstructural properties. *Int J Appl Ceram Technol.* 2012, 10(2):313-20.

Bottino MA, Salazar-Marrocho SM, Leite FP, Vasquez VC Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *J Prosthodont.* 2009;18(5):417-20.

Costa AK, da Silva LH, Saavedra GS, Paes TJ Jr., Borges AL. Flexural strength of four adhesive fixed dental prostheses of composite resin reinforced with glass fiber. *J Adhes Dent.* 2012;14(1):47-50.

Curran DJ, Fleming TJ, Towler MR, Hampshire S. Mechanical properties of hydroxyapatite-zirconia compacts sintered by two different sintering methods. *J Mater Sci Mater Med.* 2010;21(4):1109-20.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006;34(5):317-25.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008;139 Suppl:8S-13S.

Della Bona, A. Adesão as cerâmicas: evidências científicas para uso clínico. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 20 ago 2013; acesso em 25 out 2014]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.

Flório DZ. Estudos de sinterização e de envelhecimento térmico de cerâmicas de zircônia-ítria por espectroscopia de impedância [dissertação]. São Paulo(SP): Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, USP - Universidade de São Paulo; 1998.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27(2):89-99.

Griffin JD Jr. Tooth in a bag: same-day monolithic zirconia crown. *Dent Today.* 2013;32(1):124,126-31.

Iriyama NT, Tango RN, Manetta IP, Sinhoreti MA, Sobrinho LC, Saavedra GSFA. Effect of light-curing method and indirect veneering materials on the Knoop hardness of a resin cement. *Braz Oral Res.* 2009;23(2):108-12.

Itinoche KM, Ozcan M, Bottino MA Oyafuso D. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. *Dent Mater.* 2006;22(11):1029-34.

Jiang L, Liao Y, Wan Q Li W. Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci Mater Med.* 2011;22(11): 2429-35.

Kawai Y, Uo M, Wang Y, Kono S, Ohnuki S Watari F. Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation. *Dent Mater J.* 2011;30(3):286-92.

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008;24(3):289-98.

Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY and Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(2):161-6.

Komine F, Tomic M, Gerds T Strub JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent.* 2004;92(4):359-64.

Kosmač T, Wagner R Claussen N. X-Ray determination of transformation depths in ceramics containing tetragonal ZrO₂. *J Am Ceram So.* 1981;64(4): c-72-c-73.

Marinis A, Aquilino SA, Lund PS, Gratton DG, Stanford CM, Diaz-Arnold AM, et al. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia

sintered in conventional and microwave ovens. *J Prosthet Dent.* 2013;109(3):165-71.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte III: Sinterização de zircônia, mulita e alumina. *Cerâmica.* 2007a;53(327):218-26.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: aspectos fundamentais. *Cerâmica.* 2007b;53(325):1-10.

Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent.* 2013;41(2):121-6.

Nakamura K, Adolfsson E, Milleding P, Kanno T, Ortengren U. Influence of grain size and veneer firing process on the flexural strength of zirconia ceramics. *Eur J Oral Sci.* 2012;120(3):249-54.

Oh GJ, Park SW, Yun KD, Lim HP, Son HJ, Koh JT, et al. Effect of transition metal dopants on mechanical properties and biocompatibility of zirconia ceramics. *J Nanosci Nanotechnol.* 2013;13(6):4252-5.

Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007;23(8):1018-29.

Saavedra GSFA, Ariki EK, Federico CD, Galhano G, Zamboni S, Baldissara P, et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. *Oper Dent.* 2009;34(2): 211-216.

Saavedra GSFA. Effect of additional surface treatment on resin cement/feldspar ceramic bond strength and flexural strength. (tese), São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2009.

Saavedra GSFA, Pedrique B, Cavalheiro RF, Borges ALS and Paes-Junior TJA. Effect of thermal treatment on the bending strength of glass ceramic/resin cement. *Brazilian Dental Science.* 2012;15(4):10-3.

Saavedra GSFA, Kimpara ET, Vásquez VZC, Landim KT, Alonso AA, Goia TS, et al. Influence of neutralization on precipitates from hydrofluoric acid on bond strength between a resin cement and glass-ceramic. *Braz Oral Res.* 2005;19(1):146.

Saka M, Yuzugullu B. Bond strength of veneer ceramic and zirconia cores with different surface modifications after microwave sintering. *J Adv Prosthodont*. 2013;5(4):485-93.

Silva AGP, Alves Júnior C. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*. 1998;44(289):171-6.

Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hammerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013;17(1):269-74.

Sundh A, Sjogren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater*. 2006;22(8):778-84.

Upadhyaya DD, Gosh A, Dey GK, Prasad R, Suri AK. Microwave sintering of zirconia ceramics. *J Mat Scie*. 2001, 36: 4707-10.

Veronezi MC, Ishikiriama A, Bastos MTAA Franco EB. Influence of the thermocycles and the evaluation methods in the assessing the marginal microleakage of composite resin restorations. *Rev Fac Odontol Lins*. 2002;14(1):9-18.

Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J Prosthet Dent*. 1996;76(2):140-4.