



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

STEFHANY COSTA BARBIZAN ASTUTI

**EFEITO DA ESCOVAÇÃO SIMULADA NAS PROPRIEDADES DE
ZIRCÔNIAS ESTABILIZADAS POR ÍTRIA (Y-TZP) ENVELHECIDAS
HIDROTERMICAMENTE**

2017

STEFHANY COSTA BARBIZAN ASTUTI

**EFEITO DA ESCOVAÇÃO SIMULADA NAS PROPRIEDADES DE
ZIRCÔNIAS ESTABILIZADAS POR ÍTRIA (Y-TZP) ENVELHECIDAS
HIDROTERMICAMENTE**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Rubens Nissie Tango
Coorientador: Prof. Dr. Alberto Noriyuki Kojima

São José dos Campos

2017

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2018]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Astuti, Stefhany Costa Barbizan

Efeito da escovação simulada nas propriedades de zircônias estabilizadas por ítria (Y-TZP) envelhecidas hidrotermicamente. / Stefhany Costa Barbizan Astuti. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.
114 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2017.

Orientador: Rubens Nisie Tango

Coorientador: Alberto Noriyuki Kojima

1. Escovação simulada. 2. Envelhecimento Hidrotérmico. 3. Y-TZP. I. Tango, Rubens Nisie, orient. II. Kojima, Alberto Noriyuki, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Rubens Nisie Tango (Orientador)
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Profa.Dra. Anelyse Arata
Universidade Federal do ABC

Prof. Dr. Eduardo Bresciani
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 14 de dezembro de 2017.

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho primeiramente a Deus, pois sem sua presença constante, minha dissertação de mestrado e tantos outros sonhos realizados durante esses 2 anos, não seriam possíveis de se realizar.

Dedico ao meu avô ORLANDO *in memoriam*, por ter partido dessa terra, mas ter deixado um lindo legado de amor e perseverança! Por sempre olhar em meus olhos e enxergar minhas melhores qualidades! Uma vez prometi ao senhor que cuidaria da vovó e que faria meu sonho se tornar realidade! E olha onde chegamos...sim, sei que ai do céu, o senhor me ajudou!

Dedico aos meus pais, por acreditarem que eu seria capaz de vencer mais esse desafio, e não só me deram todo apoio possível, como sonharam junto comigo que esse grande dia chegaria.

A minha irmã, por saber exatamente a hora certa em que eu precisava de socorro, um alívio no meio de tanta tensão e coragem para seguir em frente.

Dedico ao meu marido Thiago, por me acompanhar nessa longa jornada de dias e noites de renúncias, em que precisei abrir mão de tantas coisas, para me dedicar ao mestrado! Eu sentia culpa, ele demonstrava sentir orgulho! Atitudes como essa, me mantiveram firme!

Dedico a minha vó Terezinha, por ser um anjo enviado de Deus! Por escrever junto comigo minha história, por ser única e simplesmente ser feita só de amor! Dedico não só esse trabalho a Senhora, mas dedico minha profissão, dedico minha vida, meu casamento, meus sonhos e todo meu futuro, pois sei que estará ao meu lado fazendo o impossível para e ver feliz!

Por fim, dedico a mim mesma! Um sonho tão sonhado, daqueles que a gente não consegue esquecer, não consegue deixar de realizar! 2 anos muito

difíceis, de trabalho pesado! Mas hoje tenho meu sonho realizado, minha dissertação tomou forma, cresci como pessoa, cresci como profissional, descobri o valor de ser um pesquisador e mais do que isso, descobri qual é próximo capítulo da minha história e sei exatamente onde quero estar, ou melhor, sei exatamente que quero lecionar!

AGRADECIMENTOS

Quando estava prestes a me formar em Odontologia, fiz um pedido a Deus, que ele conduzisse meu futuro da maneira que ele achasse melhor e que independente do caminho que eu iria trilhar dali em diante, eu saberia que não estaria sozinha, pois Deus tinha feito a escolha por mim.

Hoje agradeço primeiramente a **DEUS**, por ouvir minhas orações e por estar ao meu lado durante esses 2 anos de Mestrado cumprindo suas promessas de vitória em minha vida.

Agradeço a minha mãe **MARIA TEREZA**, por ser meu porto seguro, por enxergar meu futuro com olhos atentos e me guiar em todos os processos que passei. Se não fosse por sua persistência em me fazer feliz, certamente não chegaria a lugar algum. Obrigada por sua paciência nos momentos de desespero, por sua força nos momentos de fraqueza e por olhar nos meus olhos e dizer “Você confia em mim? Dará tudo certo! ”. Obrigada por ter escolhido ser mãe, por nunca desistir de nós, por tirar forças de onde não tinha e por ser esse exemplo de ser humano!

Agradeço ao meu pai **EDMILSON**, por acreditar em meus sonhos e transforma-los em realidade! Por ultrapassar barreiras e estar sempre ao meu lado, por esperar sempre o melhor de mim e me fazer sentir protegida. Obrigada pelos abraços apertados nas despedias de domingo e por me dizer: “Filha eu estou aqui”. Obrigada por ser um grande pai, um grande exemplo de superação e de humildade!

Agradeço a minha irmã **GABRIELLE**, por ser meu motivo de rir até doer a barriga, mesmo quando havia uma lágrima no canto dos olhos. Obrigada por deixar a vida mais leve, por levar seu canto doce aos corações preocupados, por ser meu maior presente! Obrigada por comemorar ao meu lado cada vitória e por fazer as derrotas bem menores do que elas são.

Agradeço ao meu marido **THIAGO**, por aceitar ser meu companheiro não só por se casar comigo, mas por pegar na minha mão e caminhar ao meu lado independente

do caminho que eu esteja seguindo. Obrigada por cursar esse Mestrado comigo, me dando um abraço quando eu queria desistir, me incentivando quando o desânimo superava meus objetivos, por sentar ao meu lado no sofá e me olhar estudar por horas e mesmo cansado e com sono, ficava ali comigo até o fim. Obrigada pela paciência sem fim, pela compreensão dos meus sonhos e por me desafiar, me mostrando que eu poderia fazer melhor. Obrigada!

Agradeço a minha vó querida **TEREZINHA**, por cuidar de mim durante esses 25 anos, maiormente, por me ensinar que a distância entre nós e nossos sonhos, está na força da nossa oração! Obrigada por ser minha amiga, por conhecer meu coração e sonhar meus sonhos. Através da sua dedicação, cursei minha faculdade e posso dizer que chegar em casa e ter seus abraços me esperando, fizeram de mim a pessoa mais feliz desse mundo.

Agradeço a toda minha **FAMÍLIA**, que de maneiras diferentes e especiais, estiveram sempre ao meu lado, me apoiando e me dando todo suporte necessário para chegar até aqui!

Agradeço ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, por ser minha segunda casa e por nos dar todo suporte para realizar nossas pesquisas.

Agradeço ao meu Orientador **RUBENS TANGO**, por aceitar a missão de me guiar na pós-graduação, por confiar em mim e me dar todo suporte para enfrentar esse novo desafio! Obrigada por sua compreensão e paciência! Maiormente por nos passar sua tranquilidade e perseverança de que apesar das pedras no caminho, chegaríamos lá! Desejo que possamos colher muitos frutos da nossa parceria!

Agradeço ao meu Coorientador **ALBERTO NORIYUKI**, por ter me incentivado a seguir a carreira acadêmica, por despertar em mim o desejo de aprender sempre mais! Obrigada por acreditar em mim, por me inserir em trabalhos de extensão ainda na graduação e me encorajar nas apresentações de congressos! Obrigada por esperar sempre o melhor de nós!

Agradeço muito a professora **ANELYSE ARATA**, que privilégio incrível tê-la conhecido! Uma professora tão jovem, mas com tanto carinho em ensinar. Me conheceu quando eu estava perdida e teve tanta paciência para me ensinar conceitos que eu jamais imaginei aprender! Não tenho palavras para agradecer por sua dedicação em me ajudar na realização desse trabalho, com certeza, sem sua ajuda, eu não teria conseguido! Agradeço ainda por estar ao meu lado no dia da minha defesa compondo minha banca examinadora!

Agradeço ao professor **EDUARDO BRESCIANI**, por ter me dado o grande privilégio de tê-lo como professor na graduação e me mostrar o amor por nossa profissão, e desde então, fazer parte de todos os grandes momentos da minha formação! Muito obrigada por ser amigo dos alunos, por escolher as palavras certas e mostrar que a humildade é que enobrece o homem. Eu jamais poderia defender minha dissertação sem sua presença em minha banca examinadora! Obrigada!

Agradeço ao professor **JOÃO PAULO BARROS**, por fazer parte desse time de grandes professores no qual eu fui presenteada por Deus! Com seu carisma único, fez dos desafios dessa pesquisa muito mais fáceis do que realmente eram, se propôs a me ajudar do início ao fim e o mais incrível, se preocupava e se interessava pelo desenvolvimento do trabalho! Obrigada pelas horas dedicadas em me ensinar o porquê de cada análise e como elas me auxiliariam a chegar no grande objetivo! Obrigada pelas conversas descontraídas entre um gráfico e outro, pelas comemorações a cada imagem perfeita que conseguíamos no microscópio! Sou grata não só pelos conhecimentos agregados ao meu trabalho, mas sim, por aprender que se fizermos algo sozinhos, chegamos ao destino, mas se fizermos com ajuda dos amigos, chegamos muito mais rápido!

Agradeço aos meus amigos e colegas de pós-graduação que tornaram esses dois anos mais felizes e mais leves!

Obrigada **PEDRO HENRIQUE PRADO**, por ser realmente amigo! Por prometer que estaríamos sempre juntos e por cumprir não só na faculdade, mas por estar ao meu

lado nos momentos mais importantes da minha vida! Obrigada por me ensinar tanto, por compartilhar comigo seus conhecimentos, por me ajudar a entender a pós-graduação e por me fazer rir das suas besteiras e me emocionar com seu coração gigante!

Obrigada **BRUNA LUCATTO**, por mostrar que o tempo pode passar, as coisas podem até mudar as vezes, mas o que fica mesmo, é sempre o verdadeiro valor da amizade! Obrigada por ser muito mais que uma amiga!

Agradeço a amiga **POLLYANNA NOGUEIRA**, por me receber tão carinhosamente na pós-graduação e desde então, sempre se disponibilizar a me ajudar! Com certeza, sua amizade e seu apoio fizeram toda diferença! Obrigada por compartilhar comigo seus conhecimentos, me acalmar nos momentos de desespero, me mostrando sempre uma saída para os problemas e maiormente por fortalecer minha fé e me lembrar de que Deus está no comando!

Agradeço ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, pela grande oportunidade de estar cercada pelos melhores professores, técnicos e laboratórios de pesquisa! Em especial, ao Coordenador Professor **ALEXANDRE BORGES**, pela dedicação em melhorar nosso programa, trazendo as melhores informações e nos permitindo ter a melhor formação possível! Além disso, agradeço por todas as vezes que além de professor, foi amigo!

Agradeço grandemente aos professores **Valter Ussi e Dolores Lazar**, da Universidade de São Paulo, por dedicarem parte importante de seu tempo para me ajudar na realização desse trabalho!

Agradeço a Professora **ALESSANDRA BORGES** por me auxiliar na etapa de escovação, me dando todo suporte necessário para realização dessa etapa importante do trabalho! Juntamente com sua orientada **MARINA GULLO**, que não hesitou em me ajudar em cada passo, me orientando no laboratório e me mostrando
Mais uma vez como Deus é bom em minha vida e sempre coloca pessoas incríveis em meu caminho!

Agradeço a todos os **Técnicos** do Departamento de prótese, por desempenharem suas funções com perfeição e sempre com um sorriso no rosto, nos ajudando de coração aberto.

Agradeço a toda a equipe de funcionários da Biblioteca, em especial a **RENATA COUTO MARTINS** por auxiliar na formatação de nossos trabalhos, etapa imprescindível que somente alguém com sua paciência e dedicação poderia nos ajudar!

Agradeço a todos os **PROFESSORES do ICT**, que contribuíram para minha formação acadêmica e que fazem da Unesp São José, nossa segunda casa!

Agradeço a todos os **FUNCIONÁRIOS do ICT**, sem a colaboração de todos, nossa universidade não estaria entre as melhores e a partir dessa dedicação, podemos oferecer aos nossos pacientes um tratamento de excelência!

Agradeço aos **PACIENTES**, que confiam em nossas mãos sua saúde bucal, seus medos e seus desejos! Agradeço por acreditarem em nosso trabalho e por escolherem nossa Faculdade para cuidar dos seus sorrisos.

***“Lute com determinação, abrace a vida com paixão,
perca com classe e vença com ousadia,
porque o mundo pertence a quem se atreve
e a vida é muito para ser insignificante. ”
(Charles Chaplin)***

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	13
RESUMO.....	16
ABSTRACT.....	17
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	21
2.1 Zircônia na Odontologia	21
2.2 Resistência a fratura em Y-TZP de aplicação odontológica.....	22
2.3 Processo de envelhecimento na zircônia.....	26
2.4 Efeito da escovação simulada nos materiais restauradores.....	30
2.5 Métodos de determinação e caracterização de envelhecimento da Y-TZP.....	34
3 PROPOSIÇÃO.....	36
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	37
5 RESULTADOS.....	43
6 DISCUSSÃO.....	99
6.1 Envelhecimento Hidrotérmico.....	100
6.2 Escovação Simulada.....	102
CONCLUSÃO.....	104
REFERÊNCIAS.....	105

LISTA DE FIGURAS

Figura1- Ciclo de Sinterização da zircônia.....	37
Figura2- Esquema gráfico de separação dos grupos e subgrupos.....	38
Figura 3- Sequência de preparo laboratorial das amostras.....	38
Figura 4- Amostras acopladas em suporte desenvolvido em resina acrílica, para correto posicionamento na máquina de escovação.....	40
Figura 5- Suportes e escovas posicionados na máquina de escovação.....	41
Figura 6- Máquina de escovação em funcionamento.....	41
Figura 7- Visor digital da máquina de escovação.....	42
Figura 8- Comparação dos gráficos obtidos após difração de Raios x realizada no grupo controle.....	44
Figura 9- Gráfico obtido após difração de Raios x realizada no grupo YZ, envelhecido por 6 horas.....	45
Figura 10- Gráficos obtidos após difração de Raios x realizada no grupo controle e envelhecimento de 6 horas nas cerâmicas do grupo ZT.....	46
Figura 11- Gráfico obtido após difração de Raios x realizada no grupo CZ 2, após escovação simulada.....	47
Figura 12- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo CZ 3, após envelhecimento hidrotérmico de 6 horas e escovação simulada.....	47

Figura 13- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo YZ 2, após escovação simulada.....48

Figura 14- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo YZ 3, após envelhecimento hidrotérmico de 6 horas e escovação simulada.....49

Figura 15- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo HT 2, após escovação simulada.....50

Figura 16- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo HT 3, após envelhecimento hidrotérmico de 6 horas e escovação simulada.....50

Figura 17 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0)51

Figura 18 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0)52

Figura 19 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0)53

Figura 20 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0)54

Figura 21- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....56

Figura 22- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico56

Figura 23- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	57
Figura 24- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	58
Figura 25- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	58
Figura 26- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	59
Figura 27- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	59
Figura 28- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Evidenciando o destacamento de grãos de zircônia.....	60
Figura 29- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	61
Figura 30- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	62
Figura 31- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	62

Figura 32 - Micrografia da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Evidenciando aglomerado de grãos característicos do envelhecimento.....	63
Figura 33 - Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0).....	64
Figura 34 - Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0)	65
Figura 35 - Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0)	66
Figura 36 - Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0).....	67
Figura 37 - Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0).....	68
Figura 38- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	69
Figura 39- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	69
Figura 40- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	70
Figura 41- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	71

Figura 42- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	72
Figura 43- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	73
Figura 44- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	73
Figura 45- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	74
Figura 46- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	75
Figura 47- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada com	76
Figura 48- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada	77
Figura 49- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	77

Figura 50- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada	78
Figura 51- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	78
Figura 52- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	79
Figura 53- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) com aumento de.....	80
Figura 54- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0)	81
Figura 55- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0).....	81
Figura 56- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) com aumento de 10000.....	82
Figura 57- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0).....	83
Figura 58- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	84

Figura 59- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	84
Figura 60- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas ao envelhecimento hidrotérmico.....	85
Figura 61- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	86
Figura 62- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	87
Figura 63- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	88
Figura 64- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	88
Figura 65- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada.....	89
Figura 66- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (2) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	89
Figura 67- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (2) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....	90

Figura 68- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada91

Figura 69- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....91

Figura 70- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....92

Figura 71- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....93

Figura 72- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (3) – Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada.....93

Barbizan SC. Efeito da escovação simulada nas propriedades de zircônias estabilizadas por ítria (Y-TZP) envelhecidas hidrotérmicamente. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

A literatura mostra escassez de informações sobre o envelhecimento de cerâmicas Y-TZP de uso odontológico, quando associado a escovação simulada. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da escovação simulada em algumas propriedades de zircônias estabilizadas por ítria (Y-TZP) após envelhecimento hidrotérmico. Foram confeccionados 36 discos da cerâmica (YZ®) – ISO 6872, 36 da cerâmica Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e 36 discos da cerâmica (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®) os quais foram separados de acordo com o envelhecimento em reator hidrotérmico (controle e 6 horas de envelhecimento) e submissão à ciclagem de escovação simulada (controle e 72000 ciclos com carga de 350g e solução creme dental/água), resultando em 3 grupos de estudo, de acordo com o tipo de cerâmica utilizada para confecção da amostra e 4 Sub grupos, de acordo com a realização ou não do envelhecimento Hidrotérmico e escovação simulada nas amostras (n=9). Sendo YZ- Amostras realizadas com a cerâmica-(YZ®);CZ- Amostras realizadas com a cerâmica-(Cercon®Zirconia);ZT- Amostras realizadas com a cerâmica (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®).Teremos como subgrupos, 0- Grupo controle, amostras não submetidas nem ao envelhecimento, nem a escovação simulada; 1- Amostras submetidas apenas ao envelhecimento por 6 horas; 2- Amostras submetidas somente a escovação simulada; 3- Amostras submetidas ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas e escovação simulada. Os corpos de prova foram avaliados por difração de Raio-X para verificar transformação de fase T-M e uma amostra de cada grupo submetida à análise morfológica em microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram submetidas ao teste de flexão biaxial em máquina de ensaios universal, ensaiadas até o momento da fratura e os dados obtidos foram submetidos a análise de variância de dois fatores. Também foi realizado o teste de Tukey ($P<0,05$), para analisarmos a interação entre o tipo de cerâmica e o tratamento realizado (CxT). As análises nos mostraram que os grupos envelhecidos sofreram maior alteração de fase que os grupos só escovados, e quando os dois procedimentos foram associados, a formação de fase monoclinica foi maior. Além disso, as micrografias mostraram que os grãos de zircônia se expandiram na tentativa de conter um possível defeito estrutural e muitos se soltaram devido a abrasão da escovação. Dessa forma, pode-se concluir que, as análises de DRX e MEV foram essenciais para identificação da alteração de fase sofrida pelas cerâmicas, confirmando o comportamento de desgaste já descrito na literatura, quando submetidas a tratamentos de envelhecimento hidrotérmico.

Palavras-chave: Escovação simulada. Envelhecimento Hidrotérmico. Y-TZP.

Barbizan SC. *Effect of simulated brushing on the properties of hydrothermally aged yttria stabilized zirconia (Y-TZP)*. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.

ABSTRACT

The literature shows a shortage of information about the aging of Y-TZP ceramics for dental use, when associated with simulated brushing. Therefore, the objective of this study was to evaluate the effect of simulated brushing on some properties of yttria stabilized zirconia (Y-TZP) after hydrothermal aging. Sixteen ceramic discs (YZ®) - ISO 6872, 36 Cercon®Zirconia ceramics (DENTSPLY Ceramco, USA) and 36 ceramic discs (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®) were prepared, which were separated according to the aging in the reactor hydrothermal (control and 6 hours of aging) and submission to simulated brushing cycle (control and 72000 cycles with 350g load and toothpaste / water solution), resulting in 3 study groups, according to the type of ceramics used for cooking of the sample and 4 Sub groups, according to whether or not Hydrothermal aging and simulated brushing were performed in the samples (n = 9). (YZ®); CZ- Samples made with ceramics- (Cercon®Zirconia); ZT- Samples made with ceramics (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®) .We will have as subgroups, 0- Control group, samples not submitted neither to aging nor simulated brushing; 1- Samples submitted only to aging for 6 hours; 2 - Samples submitted only to simulated brushing; 3 - Samples submitted to hydrothermal aging for 6 hours and simulated brushing. The specimens were evaluated by X-ray diffraction to verify T-M phase transformation and a sample of each group submitted to scanning electron microscopy (SEM) morphological analysis. The samples were submitted to the biaxial flexion test in a universal test machine, tested until the moment of fracture and the data obtained were submitted to two-way analysis of variance. The Tukey test ($P < 0.05$) was also used to analyze the interaction between the type of ceramic and the treatment (CxT). The analyzes showed that the aged groups suffered a greater phase change than the groups only brushed, and when the two procedures were associated, the monoclinic phase formation was larger. In addition, the micrographs showed that the zirconia grains expanded in an attempt to contain a possible structural defect, and many were released due to abrasion of the brush. Thus, it can be concluded that the XRD and SEM analyzes were essential for the identification of the phase change suffered by the ceramics, confirming the wear behavior already described in the literature when submitted to hydrothermal aging treatments.

Keywords: Simulated toothbrushing. Hydrothermal aging. Y-TZP

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas policristalinas de zircônia parcialmente estabilizadas por ítria (Y-TZP, do inglês “Yttrium cation-doped tetragonal zirconia polycrystals”) têm sido largamente utilizadas na confecção de infra-estruturas unitárias e próteses parciais fixas devido à alta tenacidade e biocompatibilidade (Guazzato et al., 2004).

A literatura mostra tendência de falha de união entre a zircônia de infraestrutura e a cerâmica de cobertura devido à diferença da taxa de esfriamento entre os materiais (Baldassarri et al., 2012).

A zircônia pode ser encontrada em três formas cristalográficas: monoclinica (M), cúbica (C) e tetragonal (T). A zircônia monoclinica é estável até a temperatura de 1170°C, acima desta temperatura ela se torna tetragonal, e a 2370°C ela passa para uma fase cúbica, que é estável até sua fusão. O acréscimo de outros óxidos metálicos à zircônia melhora sua estabilidade molecular, agentes como o CaO, MgO, CeO, e o Y₂O₃ permitem a produção de um material multifásico conhecido como zircônia parcialmente estabilizada, mantida em sua fase tetragonal em temperatura ambiente (Piconi, Maccauro, 1999). Garvie et al., em 1975, observaram que incorporando ítria (Y₂O₃) há melhor estabilidade do material e este apresenta-se na literatura como o de melhores propriedades mecânicas.

Quando se inicia uma fratura neste material, os grãos de zircônia tetragonal se transformam em monoclinico que apresentam maior volume, o que dificulta a propagação da fratura. (Kim et al., 2000; Larsson et al., 2007; Manicone et al., 2007; Adatia et al., 2009).

A zircônia apresenta ainda baixa rugosidade superficial, o que permite cópia com maior fidelidade pelo material de moldagem e facilita a penetrabilidade do cimento na posição de assentamento final da prótese (Tjan, Sarkissian, 1986; Prestipino, Ingber, 1993; McLaren, White, 2000; Yildirim et al., 2000; Park et al., 2006; Kolbeck et al., 2008; Adatia et al., 2009).

Porém, problemas em relação à degradação da zircônia, sua resistência à esterilização a vapor e a estabilidade hidrotérmica da Y-TZP tem sido questionadas.

Esse fenômeno de degradação da Y-TZP é conhecido há mais de 20 anos com a descoberta de sua limitação quando submetida ao envelhecimento hidrotérmico em temperaturas inferiores a 250°C (Kobayashi et al., 1981).

A ocorrência de transformação de fase tetragonal para monoclinica foi encontrada na superfície de cerâmicas mantidas em temperatura por volta 100°C a 500°C (Sato, Shimada, 1984,1985), em superfícies em contato com a água ou com fluidos corpóreos, sendo denominada degradação à baixa temperatura. (Borba et al., 2011)

Chevallier, em 1999, descreve que o processo de transformação de fase tetragonal para monoclinica é acelerado em temperaturas de 200-300°C. A água ou vapor d'água aumenta essa transformação, sendo um processo dependente do tempo de exposição. Essa transformação cria uma superfície rugosa (Chevalier, 1999), onde grãos são destacados e ocorre micro trincas (Lilley, 1990; Lughi, Sergio, 2010).

Várias investigações demonstraram que a transformação não controlada na superfície é acompanhada pelo decréscimo do desempenho mecânico (Grant et al., 2001; Kelly, Denry, 2008).

Quando cerâmicas são submetidas ao carregamento de intensidade abaixo do nível crítico em ambiente úmido, como o ambiente bucal, defeitos destes materiais podem apresentar crescimento lento e estável. Esse fenômeno é chamado de crescimento subcrítico da trinca que leva à degradação a longo prazo (Myers et al., 1994).

A presença de água na extremidade da trinca sob tensão resulta na ruptura de óxidos metálicos do material com formação subsequente de hidróxidos. Como consequência da corrosão a falha pode atingir um tamanho crítico, que resulta em fratura mais rápida. O crescimento subcrítico da trinca depende também da temperatura e outras variáveis (Ritter, 1995; De Aza et al., 2002).

A utilização da zircônia como material restaurador, foi ainda mais considerada por volta dos anos 1990, com o surgimento das restaurações monolíticas, que se tornaram uma alternativa por dispensarem a aplicação de porcelana de cobertura, eliminando o problema de chipping e permitindo reduzir a espessura do material restaurador, o que resulta em um preparo ainda mais

conservador (Raigrodski et al., 2012). Atualmente, os dois materiais mais utilizados para construção de restaurações monolíticas são a vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio e a Y-TZP.

As vitrocerâmicas têm maior translucidez do que a Y-TZP, entretanto, suas propriedades mecânicas são bem menores, como consequência à Y-TZP é utilizada em restaurações monolíticas em dentes posteriores, pois o alto índice de sucesso alcançado com as infraestruturas de zircônia deu segurança aos clínicos para estenderem a sua indicação para coroas totais monolíticas (Ozcan et al., 2007).

A YTZP tem uma limitação na sua aplicação clínica com próteses monolíticas, devido a sua cor opaca. Sendo assim, estão sendo desenvolvidas, cerâmicas com a mesma composição, porém apresentando propriedades de translucidez, permitindo melhor reprodução dos aspectos dos dentes naturais, que atualmente representa a escolha de pacientes portadores de próteses, nos cuidados referentes a estética do sorriso.

As infraestruturas usadas em próteses dentárias, por estarem protegidas por uma camada de cerâmica de recobrimento, podem não sofrer alterações significativas, porém no caso das coroas monolíticas, a superfície externa da coroa de Y-TZP está em contato direto com a saliva, podendo sofrer alterações estruturais.

Por isso, é necessário o estudo dos efeitos da escovação simulada, na Y-TZP. Em recente descoberta a escovação com água destilada ou com dentifício fluoretado não foi capaz de alterar a rugosidade e a dureza da zircônia Y-TZP, portanto, o presente estudo não avaliará a rugosidade e a dureza (Meira et al., 2013).

Não existem relatos na literatura a respeito dos efeitos da escovação em temperatura corporal no comportamento de diferentes cerâmicas de Y-TZP submetidas previamente ao envelhecimento hidrotérmico. O presente estudo visa verificar o efeito da escovação simulada na transformação de fase cristalina (T-M), morfologia superficial e resistência à flexão biaxial de diferentes cerâmicas de YTZP.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Foi realizada revisão bibliográfica buscando informações quanto à degradação da zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP). Para facilitar a compreensão dos estudos apresentados, a revisão de literatura foi dividida em tópicos.

2.1 Zircônia na Odontologia

A zircônia parcialmente estabilizada por ítria, foi apresentada na comunidade médica, em 1989, por Christel et al. e observaram, que a Y-TZP apresentava melhores propriedades mecânicas comparada a alumina (cerâmica utilizada em implantes ortopédicos). A zircônia em sua forma pura é um material policristalino que apresenta três fases alotrópicas: monoclinica, tetragonal e cúbica. Além disso, apresenta um mecanismo de aumento de tenacidade à fratura, que acontece devido a transformação de fase tetragonal para monoclinica.

Essa transformação pode promover um aumento do volume em média de 3% em áreas localizadas ao redor de micro-fissuras, que ocasiona tensões de compressão, a qual inibem ou dificultam a propagação da trinca (Chevalier et al., 2009).

Manicone et al., em 2007 faz uma revisão de literatura das cerâmicas em zircônia, com relação as suas propriedades e aplicações clínicas. Os autores relatam que a Y-TZP apresenta resistência à compressão necessária para ser utilizada em infraestruturas de próteses parciais fixas em dentes anteriores, posteriores e sobre implantes. Sendo que uma das vantagens da zircônia é a sua opacidade, sendo útil nas situações de dificuldade estética, além de facilitar a avaliação durante controles radiográficos (Manicone et al., 2007).

As propriedades mecânicas de infraestruturas em zircônia, usinadas utilizando tecnologia CAD-CAM e cimentadas com cimento resinoso, demonstraram-se superiores a outros sistemas livres de metal. Na área da implantodontia o uso de

pilares protéticos em zircônia melhorou a estética, apresentando propriedades mecânicas e biológicas satisfatórias (Manicone et al., 2007).

Bachhav e Aras (2011) destacam as características clínicas, das aplicações da zircônia em próteses parciais fixas, demonstrando algumas vantagens da zircônia, tais como resistência mecânica e tenacidade, estabilidade química e dimensional.(Bachhav, Aras, 2011). A partir da coleta de dados na literatura, os autores comparam estudos *in vitro* de resistência em próteses parciais fixas em Y-TZP comparando a outros sistemas cerâmicos verificando que a Y-TZP possui maior valor comparado aos outros sistemas.

2.2 Resistência à fratura em Y-TZP de aplicação odontológica

Em 2007, Pittayachawan et al. estudaram a transformação de fase induzida pela resistência à flexão e vida em fadiga de uma cerâmica dental Y-TZP. Discos de cerâmica Y-TZP Cercon (15 x 1,2 mm²) foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872.

Os discos foram lixados com lixas d'água 300, 500, 800 e 1000 e polidos com suspensão diamantada. Após esse procedimento, 30 discos foram submetidos ao teste de flexão biaxial. Os dados de resistência à flexão foram submetidos à análise de variância e comparados pelo teste Bonferroni ($\alpha=0,05$). Trinta amostras de cada grupo foram submetidas à análise de Weibull. A superfície fraturada foi analisada em MEV e os elementos químicos foram identificados pelo detector de energia dispersiva (EDS). Cinco amostras fraturadas foram submetidas ao teste de dureza Vickers.

Cinco nanoindentações foram realizadas em cada peça do espécime nas superfícies polidas e não polidas, utilizando carga de 1,5 Kg. Além dos testes de dureza e resistência à flexão os autores realizaram o teste de fadiga.

Foram realizados 500.000 ciclos de carga senoidal a 37°C, 2 Hz de 50 a 80% da média de resistência à flexão (MPa). O DRX foi utilizado para análise de transformação de fase em amostras polidas, não polidas e dos efeitos do polimento na transformação de fase. Além disso, foi utilizada a espectroscopia Raman (He/Ne

633 nm) para analisar a tensão induzida pela tenacidade de transformação de fase em endentações Vickers de cargas de 20, 30 e 40 Kg.

Foi observado média de resistência à flexão biaxial de 823,3 (+/- 114,7) MPa e Módulo de Weibull de 8,3. A resistência característica necessária para fratura em 63,2% dos espécimes foi de 871,2 MPa. As médias de dureza para as amostras não polidas foram ligeiramente maiores (1378,7 HV) em relação as amostras polidas (1354,33 HV).

Com relação à curva numérica de tensão, os autores observaram a falha dos espécimes em menores números de ciclos a uma força acima de 70% da média de resistência à flexão biaxial. Porém, utilizando uma força de 70% ou menor em relação à média de flexão biaxial (575 MPa) todos os espécimes sobreviveram. Foi observado que as fraturas se iniciaram na superfície polida.

Os resultados de DRX demonstraram fase predominante tetragonal, tanto nas superfícies polidas como não polidas. A fase cúbica I foi identificada para os dois tipos de amostras, e uma terceira fase (cúbica II) foi identificada para as amostras não polidas, mas não foi encontrada para as amostras polidas, nas quais houve o aumento da fase cúbica I. Não foi observado pico de fase monoclinica fora da indentação pela análise de espectroscopia Raman. Os autores concluíram que o polimento apesar de proporcionar menores valores de dureza não apresentou significância estatística. Os resultados de DRX demonstraram que o polimento aliviou alguma tensão na fase cúbica. Já o Raman demonstrou transformação de fase frente à indentação Vickers.

Em recente revisão de literatura Martins et al., (2010) compararam o comportamento biomecânico de cerâmicas odontológicas, durante a utilização clínica, relatando as falhas frequentes, visando à busca por soluções.

Os autores observaram que a zircônia é a cerâmica, com maior resistência, cerca de 1150 Mpa, aproximando-se de algumas ligas metálicas. Contudo, translucidez e resistência são grandezas inversamente proporcionais e quanto mais translúcido for o material, mais apropriada será sua indicação para a solução de casos com extrema exigência estética.

Heffernan et al. (2002) apontaram que os valores da translucidez do metal e da zircônia foram similares estatisticamente. Porém, apesar da baixa translucidez da zircônia, a mesma não apresenta substrato acinzentado, assim, não há a

necessidade de técnica adicional para mascarar a cor da infraestrutura (Heffernan *et al.*, 2002).

O mecanismo para aumento da tenacidade, difere das demais cerâmicas, pois esse aumento da tenacidade da Y-TZP, dado pela mudança de fase, baseia-se na obstrução da propagação de trincas (Chevalier, 2006). O processo de obstrução da propagação da trinca surge quando o material é submetido a uma tensão externa, que induz a desestabilização das partículas tetragonais e a ocorrência de uma transformação de fase (martensítica) (Raigrodski, 2004).

Esta transformação é acompanhada por um aumento de volume (3-5%) do material, que provoca uma força compressiva contra as superfícies da trinca, pressionando-a e dificultando sua propagação ou crescimento mostrando propriedades mecânicas superiores as demais cerâmicas, ampliando então sua utilização não só como infraestruturas, mas como próteses fixas (Manicone *et al.*, 2007).

Kobayashi *et al.* (1981), apresentaram o problema relacionado à transformação de fase T-M acelerada em ambiente úmido, relacionado a degradação a baixas temperaturas, ocasionando alteração das propriedades mecânicas da Y-TZP.

Martins *et al.* (2010) salientaram que, próteses fixas ou unitárias podem ser cimentadas sobre pilares vitais, os quais apresentam umidade oriunda dos túbulos dentinários, sendo importante a capacidade do cimento de impedir que a superfície da zircônia entre em contato com esta umidade.

Conclui-se que, comparada com outros materiais cerâmicos, a zircônia apresenta estabilidade superior da infraestrutura e exibe a combinação de elevada resistência flexural e elevada tenacidade à fratura, associada à propriedade de transformação de fase (tetragonal para monoclinica), além de menor módulo de elasticidade. Estas propriedades, não isoladamente, mas de forma combinada, podem justificar as excelentes taxas de sobrevivência para a infraestrutura. Entretanto, a principal causa de complicações mecânicas nas próteses à base de zircônia relaciona-se com a fratura da porcelana de revestimento (Conrad *et al.*, 2007; Sailer *et al.*, 2007).

Em um estudo realizado por Tsalouchou *et al.* (2008), foram avaliadas as propriedades de fratura e resistência de coroas de infraestrutura em Y-TZP (Zirconia

Everest) e cerâmica de cobertura prensada ou sinterizada IPS e.max Zirpress e IPS e.max Ceram, respectivamente. Cinquenta coroas foram feitas utilizando moldes metálicos de 7 mm de altura, 8 mm de diâmetro na base, 4,2 mm de diâmetro na ponta e angulação de 8°, com margens de 0,5 mm de raio acabados em chanfro. Os moldes metálicos foram moldados e obtidos modelos em gesso que foram escaneados pelo scanner Kavo Everest (Tsalouchou et al., 2008). Após este procedimento, foram realizadas 50 infraestruturas pelo sistema Kavo CAD/CAM e sinterizadas a 1500°C. As cerâmicas de cobertura foram aplicadas como recomendado pelo fabricante.

Vinte e cinco coroas foram prensadas e outras 25 sinterizadas. Após estes procedimentos foi realizada a ciclagem mecânica (50.000 ciclos, carga entre 20 e 200 N, 1 Hz, aplicadas perpendicularmente no meio da superfície oclusal). O teste de fadiga foi realizado sob carga dinâmica, velocidade de 1mm/min até causar a falha. Foi realizada a análise cristalográfica por DRX antes e depois da sinterização. Os dados coletados foram submetidos à análise de Bonferroni e análise de Weibull, permitindo obter a carga de falha característica de cada grupo. Não houve significância estatística para os resultados de fadiga, fratura e análise de Weibull entre os grupos. As imagens em MEV demonstraram falha coesiva dentro do material de cobertura e nenhuma fratura na infraestrutura. A origem da fratura foi localizada no centro da superfície oclusal onde a carga estava sendo aplicada.

Antes da sinterização das infraestruturas em zircônia foram encontrados picos de fase monoclinica e tetragonal e após a sinterização somente picos tetragonais.

A conclusão obtida foi, que apesar das limitações encontradas em estudos *in vitro*, os materiais utilizados apresentaram propriedades favoráveis tornando-os viáveis para construção de coroas com alta resistência. A sinterização ou prensagem da cerâmica de cobertura não teve efeito significativo na fadiga e fratura das infraestruturas em zircônia. Porém estudos a respeito dos métodos de processamento e acabamento das cerâmicas de cobertura em contato com o ambiente oral e sujeitas à degradação química e física devem ser realizados.

Em 2011, Fukushima, estudou o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas odontológicas, no qual, os objetivos foram avaliar o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica de 1

milhão de ciclos a uma frequência de 2 Hz, sobre a resistência à flexão biaxial de três materiais cerâmicos, utilizados para a construção de infra estruturas de próteses parciais fixas, 1-) YTZP; 2-) ALUMINA; 3-) ICZ- Compósito de alumina e zircônia infiltrada por vidro e determinar a influência da tensão gerada durante a ciclagem sobre a degradação da resistência dessas cerâmicas (Borba et al., 2011).

Foram confeccionados discos conforme as recomendações dos fabricantes, com espessuras diferentes e a resistência a flexão desses materiais foi determinada por meio do ensaio de flexão biaxial.

Os resultados encontrados mostraram que o ICZ apresentou o maior valor de módulo de Weibull comparado ao da YTZP e da AL, porém os valores de resistência apresentaram diferenças significativas, sendo para os espécimes de YTZP maiores que para os outros grupos.

Os autores concluíram que apesar do aumento do nível de tensão aplicada na ciclagem mecânica, a YTZP, continuou com elevados valores de resistência, quando comparada a outros materiais.

2.3 Processo de envelhecimento na Zircônia (Y-TZP)

Em 2010, Kim et al., avaliaram a degradação hidrotérmica em 15 placas de Y-TZP (IPS e.max ZirCAD) usinadas pelo sistema CAD-CAM com broca de 64 μm . As amostras foram divididas em 5 grupos ($n=3$). O grupo controle não recebeu tratamento adicional.

Os outros grupos receberam diferentes tipos de tratamento de superfície como: jateamento com partículas de alumina de 50 μm a pressão de 0,5 MPa por 5 segundos, distância de 10 mm; lixados com discos diamantados de diferentes tamanhos de partículas – 80 (200 μm), 120 (162 μm), 600 (30 μm).

O envelhecimento foi realizado em autoclave a 122°C, sob pressão 2 bars, em tempos predeterminados. A superfície foi analisada em MEV e a transformação de fase da superfície em DRX de radiação $\text{CuK}\alpha$, nos ângulos de 27° a 33°.

A fração monoclinica foi calculada de acordo com a equação de Garvie Nicholson. Foi observado que a superfície usinada com CAD-CAM sem tratamento

posterior apresentou inicialmente maior resistência à degradação, mas com o aumento do tempo de tratamento em autoclave houve maior taxa de degradação comparada às superfícies lixadas e jateadas.

Os autores concluíram que a degradação hidrotérmica acelerada é atribuída ao dano dado pela usinagem CAD-CAM e a ausência de tensões compressivas na superfície do material totalmente sinterizado.

Lorente et al. (2011) avaliaram a degradação à baixa temperatura de uma cerâmica Y-TZP dental. Cinco amostras de Y-TZP (Lava, 3M-ESPE) em formato de barra (40 x 5 x 3 mm) foram lixadas com lixas d'água de granulação de 250 a 600 e polidas com pasta diamantada de 3 e 1 μm .

Foi realizado tratamento térmico durante 32 minutos a 1450°C para exposição da microestrutura. Antes do envelhecimento, as amostras foram analisadas por espectroscopia de fluorescência de raios X para caracterização química das amostras, DRX e MFA. Além disso, foi verificada a densidade das amostras pelo método de Archimedes.

As amostras foram envelhecidas em vapor d'água a 140°C à pressão atmosférica. Cada amostra foi avaliada por DRX após 25, 96 e 168 horas de envelhecimento para identificar e quantificar as fases cristalinas existentes. Após o envelhecimento as amostras foram submetidas ao teste de nanoindentação para análise das propriedades mecânicas.

Foi encontrada na composição química das amostras a presença de alumina e sílica. Antes do envelhecimento as fases identificadas pelo DRX foram predominantemente tetragonais (87%) e cúbica (13%). A análise de mudança topográfica foi verificada por MFA, imagens demonstraram grãos equiaxiais com tamanhos de 270 a 800 nm e superfície lisa desprovida de textura notável. Após o envelhecimento de 168 horas foi verificado a presença de 48% e 52% de fase tetragonal e cúbica, respectivamente.

Após 96 horas de envelhecimento a degradação manteve-se estável. As imagens de MFA apontaram para presença de placas martensíticas nos limites dos grãos.

No teste de nanoindentação a maior penetração foi observada após o envelhecimento hidrotérmico devido à diminuição dos valores de módulo de Young e dureza. Antes do envelhecimento o módulo de Young foi de 237 GPa e dureza de

18,8 GPa na profundidade de 800 nm. Após 168 horas de envelhecimento para mesma profundidade foi encontrado módulo de Young de 163 GPa e dureza de 12,5 GPa.

Os autores concluíram que a cerâmica Lava foi susceptível à degradação hidrotérmica quando exposta ao vapor d'água a 134°C, apesar de possuir alumina em sua composição. Além disso, a transformação t-m foi seguida pela cinética de nucleação e crescimento, resultando na diminuição das propriedades mecânicas, com redução em 30% do módulo de Young e dureza. Houve forte correlação entre o aumento da fração monoclinica e declínio das propriedades mecânicas e a causa mais provável da degradação das propriedades mecânicas foi o surgimento de fase monoclinica e microtrincas.

Kawai et al. (2011) avaliaram a transformação de fase de zircônia em consequência da degradação hidrotérmica, dois tipos de zircônia foram utilizados, a Y-TZP e a ATZ (zircônia estabilizada com alumina).

As amostras foram sinterizadas em temperaturas de 1350, 1400 e 1450°C. Foram obtidos discos de zircônia que foram polidos e autoclavados em água destilada, solução de Hank (solução salina) e ácido láctico a 140°C, 2 atm por 3, 7 e 14 dias.

A análise cristalográfica foi realizada por DRX. Foi realizada a perfilometria de superfície para obter-se o perfil de superfície e a média de rugosidade (Ra) das amostras polidas e tratadas termicamente. Porém, para a ATZ sinterizada a 1350°C os valores de conteúdo monoclinico foram menores de 40% em comparação aos 76% para a YTZP.

Os maiores valores de fase monoclinica para a Y-TZP também foram identificados para todos os diferentes tempos de autoclave a 140°C. Em 14 dias o conteúdo monoclinico para a Y-TZP foi de 67% comparado a 37% para a ATZ.

Esses resultados indicaram que houve a supressão da transformação t-m com a adição de alumina.

Não houve diferença do conteúdo monoclinico quando autoclavado com solução de Hanks ou ácido láctico. A solução em si não afetou a degradação hidrotérmica.

O perfil de superfície das amostras polidas e envelhecidas da Y-TZP apresentou-se liso com média Ra de 0,01 μm . Porém, a superfície da ATZ

demonstrou maior rugosidade de superfície comparada com a YTZP, com Ra de 0,1 μm para a superfície polida e 0,13 μm para a amostra envelhecida. Não foram observadas mudanças significativas na rugosidade de superfície após o envelhecimento hidrotérmico.

Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de transmissão demonstraram estruturas de grão semelhantes tanto para a Y-TZP como para ATZ a 1350 e 1450°C. No entanto, observou-se o aumento do tamanho do grão com o aumento da temperatura de sinterização.

Os autores concluíram que a transformação de fase para ambas cerâmicas pode ser observada pelo DRX.

A ATZ apresentou menor grau de transformação de fase monoclinica e a presença de alumina foi efetiva em suprimir a degradação hidrotérmica. Quando sinterizado em alta temperatura o grão da ATZ foi ligeiramente menor em comparação ao grão da Y-TZP. Foi concluído que há relação entre o tamanho do grão e a degradação hidrotérmica.

Na tentativa de contornar a tendência à degradação à baixa temperatura Nakamura et al. (2011) estudaram o efeito da adição de sílica na zircônia. Dois tipos de pó de zircônia foram utilizados Y-TZP (Z) contendo 3 mol% de ítria e outro Y-TZP (S) adicionando-se 0,2 mol % de sílica. Blocos com espessura de 20 x 4 x 1,2 mm foram sinterizados a 1400, 1450 e 1500°C e polidos com disco diamantado. Para cada temperatura 14 amostras foram preparadas e divididas em grupo controle e grupo de envelhecimento.

O envelhecimento foi realizado em tubo de teflon, com as amostras imersas em água destilada, durante 50 horas a 200°C, sob 2 atm.

Após o envelhecimento, as amostras foram submetidas ao teste de flexão de 3 pontos de acordo com a ISO 6872 e análise em DRX.

Além disso, amostras de ambos os pós (n=7) sinterizados a 1450°C foram submetidas ao envelhecimento em 5, 10, 20 e 40 horas a 200°C, 2 bars e submetidas ao teste de flexão 3 pontos.

Os autores observaram que a resistência à flexão antes do envelhecimento, nas amostras do tipo Z, foi de 1,010-1,050 Mpa e para as amostras do tipo S foi de 1,160-1200 MPa, sendo a resistência da última maior em todas as temperaturas de sinterização. Após 50 horas de sinterização a resistência da Z caiu de 50 a 60%

(380-520 MPa). Todas as amostras de S apresentaram menor resistência após o envelhecimento devido à temperatura de sinterização. A 1450 e 1500°C a resistência à flexão foi de 950 MPa havendo redução em 20%.

Os resultados de DRX demonstraram que após o envelhecimento houve aumento da quantidade monoclinica nos dois tipos de zircônia.

Levando em conta os diferentes tempos de envelhecimento o S apresentou maiores valores de resistência, havendo diferença estatística entre os dois materiais. Após 20 horas a Z apresentou enfraquecimento significativo. Todas as amostras, Z ou S, foram danificadas quando envelhecidas por 40 horas ou mais, quanto maior o tempo de envelhecimento maior foi o conteúdo monoclinico.

O tipo Z apresentou 8,65% de conteúdo monoclinico antes do envelhecimento crescendo a 62,7% após 5 horas. Depois disso, as mudanças foram menores e após 10 horas a quantidade monoclinica foi de 67% e 50 horas em 78%. Para o tipo S o conteúdo monoclinico cresceu de 7,4% para 18,5% após 5 horas e 32,5% após 10 horas, 44,9% e 47,8% em 20 e 50 horas, respectivamente.

Os autores concluíram que a zircônia com adição de sílica mostrou menores quantidades de conteúdo monoclinico, havendo boa resistência à degradação, e sofrendo pouca redução na resistência quando comparada com a Y-TZP convencional.

2.4 Efeito da escovação simulada nos materiais restauradores

Em 1980 já se avaliava o efeito da abrasão ocasionada pela escovação.

Aker et al. (1980) utilizaram três cerâmicas dentais (Vita VMK, Biobond e Ceramco) para esse estudo.

Amostras dos materiais foram confeccionadas, seguindo as recomendações dos fabricantes, e divididas em três grupos conforme aplicação de pigmento e métodos de cocção: G1) pigmento aplicado e cocção na temperatura recomendada para o autoglaze, seguida de uma camada de glaze e cocção na temperatura recomendada para glaze; G2) pigmento aplicado e cocção na temperatura

recomendada para autoglaze por 3 minutos sem vácuo; G3) cerâmica autoglazeada na temperatura recomendada por 3 minutos, seguido da aplicação do pigmento e cocção na temperatura recomendada.

As escovas dentais e as amostras dos materiais foram adaptadas a uma máquina simuladora de escovação contendo solução de dentífrico/água (1:1).

As amostras foram submetidas à escovação a velocidade de 66 ciclos/min, sob carga de 450 g. A Avaliação da abrasão foi realizada após 6 horas do início do experimento e a cada hora subsequente. Escovas e solução de dentífrico foram trocadas a cada 15 horas.

Os autores observaram que a escovação associada à solução de dentífrico removeu a camada de pigmento das superfícies das amostras. Para as amostras de G1, o tempo necessário para remover o pigmento foi maior do que em G2 e G3. Os outros 2 métodos (G2 e G3) foram estatisticamente similares.

Tanoue et al. (2000) avaliaram a influência da escovação no desgaste abrasivo e na rugosidade superficial de resinas compostas indicadas para coroas, prótese parciais fixas, inlays e onlays. (Tanoue et al., 2000)

Foram avaliadas 7 resinas compostas (Artglass, Axis, Cesead II, Conquest Sculpture, Estenia, Infis e Targis) e um material cerâmico usinável (Cerec 2 Vitablocs) foi utilizado como controle. Amostras padronizadas dos materiais foram confeccionadas conforme recomendações dos fabricantes e a seguir, foram desgastadas e polidas para produzir superfícies lisas e uniformes. As amostras foram submetidas ao teste de escovação (20.000 ciclos, 140 ciclos/min., com carga de 350 g) associada à solução de dentífrico (1:1) contendo abrasivos de hidróxido de alumínio.

A rugosidade superficial e a quantidade de perda vertical (desgaste) de cada amostra foram determinadas em rugosímetro. Os autores observaram que os materiais Targis e Estenia foram mais resistentes que as demais resinas; já Artglass e Conquest Sculpture foram os menos resistentes, apresentando maior abrasão. Dentre as resinas, a Conquest Sculpture apresentou a menor rugosidade e o Cesead II apresentou a maior rugosidade. O material cerâmico controle (Cerec) apresentou significativamente menor rugosidade e desgaste comparado aos outros materiais.

Em 2005 e 2010 Heintze et al., estudaram a rugosidade superficial, de diferentes materiais dentários, antes e após a escovação simulada in vitro.

Vinte e um materiais dentários, sendo 16 resinas compostas, amálgama e 4 materiais cerâmicos, tiveram suas superfícies polida previamente, e foram submetidos a 36,000 ciclos, o que corresponde a aproximadamente 5 horas de escovação circular, com uma força de 1,7 Newtons, em um dispositivo para escovação simulada. Como grupo controle foram utilizadas as superfícies de esmalte e dentina, previamente polidos de dentes anteriores extraídos.

A rugosidade média (Ra), foi medida com um sensor óptico (FTR MicroProf), antes e após a escovação, a fim de comprovar a rugosidade dos diferentes materiais.

Depois de armazenamento a seco a 37°C durante 24 horas, a superfície foi polida com lixas de granulações 1200, 2500 e 4000, sob água corrente utilizando um dispositivo de polimento (Phoenix 4000, Wirtz-Buehler, Düsseldorf, Alemanha). O esmalte vestibular dos incisivos foi medido para avaliar o efeito da escovação simulada sobre o esmalte, enquanto o do segundo grupo de incisivos foi utilizado para avaliar o impacto sobre dentina.

Para escovação simulada, uma suspensão de pasta de dente foi preparada por mistura de 150 g de creme dental anti-cárie (Lever, Suíça) e 75 ml de água destilada em um misturador magnético durante 10 minutos. Durante a simulação, a suspensão foi constantemente substituída na caixa do espécime. Após cada série de testes, a cabeças de escova e pasta de dentes pasta foram substituídos. Antes da medição da rugosidade, os espécimes foram limpos com água corrente.

Na medição de rugosidade antes da escovação simulada, exceto para o grupo experimental de material cerâmico, não foram encontradas diferenças estatísticas na rugosidade média (Ra). Já para Esmalte, dentina e Empress glazeada, mostraram uma diferença estatística significativamente maior de rugosidade média.

Já na medição de rugosidade após a escovação simulada, ambos os tecidos dentais duros e materiais cerâmicos Empress e d.SIGN exibiram uma diminuição em média de rugosidade após a simulação de escovação.

A superfície da maioria das amostras de compósitos, duplicaram ou triplicaram a rugosidade após a simulação da escovação No que diz respeito ao

desempenho dos diferentes materiais, pode-se concluir que os compósitos híbridos mostraram o maior aumento de rugosidade média de todos compósitos, enquanto os compósitos micropartículas e o Compoglass F compômero demonstrado o menor aumento.

Os outros materiais cerâmicos, e os espécimes com superfícies de dentina e esmalte, apresentaram significativa diminuição da rugosidade média, após a simulação da escovação. O material Glazeado, demonstrou um aumento estatisticamente significativo maior inicial, em relação ao material Polido. Para resinas compostas, nenhuma correlação foi encontrada entre o tamanho médio da partícula e a rugosidade média, após a escovação simulada.

Em 2004, Garcia et al. estudaram a perda de massa e as alterações de rugosidade superficial de compósitos após escovação simulada com dentifício. As seguintes resinas compostas foram testadas: Aeliteflo (Bisco), Flow-It (Pentron), Flow-It LF (Pentron), Natural Flow (DFL), Wave (SDI), Z100 (3M/ESPE), e Silux Plus (3M/ESPE). Amostras padronizadas dos materiais foram confeccionadas, seguindo as recomendações dos fabricantes, as quais foram submetidas a 100.000 ciclos de escovação em máquina simuladora contendo solução de dentifício/água (1:2), sob carga de 200 g e velocidade de 374 ciclos/min. Antes e após o teste de escovação, as amostras foram avaliadas quanto ao peso em balança analítica (0,0001 g) e quanto à rugosidade em rugosímetro.

Todas as resinas testadas apresentaram diferença significativa entre o peso inicial e o peso final, com exceção a Flow-It LF, entretanto, não houve diferença estatística entre os materiais. Em relação à rugosidade superficial, todos os materiais apresentaram-se mais rugosos após escovação.

Um dos maiores desafios está em comparar os trabalhos existentes a respeito das metodologias de escovação, que apesar de serem muito parecidas, detalhes como o número de ciclos de escovação e tempo correspondente diferem.

Kanter et al. (1982), propõe que 21.600 ciclos correspondem a cinco anos da escovação diária humana, enquanto que para De Gee et al. (1985), 2.600 ciclos está associado a 1 mês de desgaste. Bull et al. (1968), destacam três considerações fundamentais: o material a ser abrasionado, o método abrasivo e o método de mensuração empregados. A diferença entre esses itens irá determinar o melhor método a ser utilizado em relação ao comportamento a ser avaliado.

2.5 Métodos de determinação e caracterização do envelhecimento da Y-TZP

Um estudo comparando a sensibilidade de métodos de determinação de envelhecimento da Y-TZP de aplicação biomédica, foi realizado em 2005 por Deville et al., no qual utilizaram amostras polidas, para obter-se rugosidade (R_a) abaixo de 3 nm. O tamanho médio de grão foi de 0,5 μm e a densidade foi medida pelo método de Archimedes. Pelo fato da transformação de fase ser tanto termicamente ativada como acelerada na presença de água e pressão, as amostras foram colocadas em autoclave a 134°C, 2 bars, para induzir a transformação de fase, em tempos controlados.

O DRX, que é o teste preconizado pela ISO 13356 para avaliação de mudança de fase, foi utilizado para análise quantitativa de transformação de fase e a quantidade de fase monoclinica encontrada foi calculada de acordo com o método de Garvie e Nicholson. Porém nesse estudo, os autores observaram que a técnica de DRX tradicionalmente utilizada para seguir quantitativamente a propagação de transformação de fase possui limitações. Nenhuma informação precisa pode ser obtida nos primeiros estágios de transformação, a precisão de medidas foi limitada pela taxa de ruído, especialmente na baixa taxa de transformação, e em função da região em uma mesma amostra.

Por estas razões, não foi possível obter-se uma informação precisa de DRX em frações de transformação menores que 5%, que são os primeiros estágios de transformação. Além disso, o raio-X incide somente na camada superficial não ultrapassando mais que alguns microns do topo. A informação providenciada do DRX é relacionada com a superfície e não com a infraestrutura da amostra levando à uma saturação aparente de transformação. Assim, quando a camada transformada é mais profunda que a profundidade de penetração de raio-X, o envelhecimento não pode mais ser acompanhado pelo DRX.

Porém o DRX é um método não destrutivo e pode ser utilizado como primeiro passo para investigar a sensibilidade ao envelhecimento em qualquer grupo de zircônia. Com base nesses conceitos, a propagação da transformação de fase

dentro da infraestrutura foi seguida por MEV, no qual as observações em cortes transversais, puderam ser utilizadas para seguir a propagação de transformação dentro da infraestrutura da Y-TZP (Arata, 2012).

Deville et al. (2005) observaram uma estagnação da cinética de envelhecimento medido por DRX após 12 horas de envelhecimento em autoclave a 134°C. Porém, a análise em MEV demonstrou que a transformação continuou se propagando para dentro da massa do material, confirmando então o fato observado por Lughì e Sergo (2010), que a estagnação aparente medida por DRX, está relacionada com a limitação do método à superfície da amostra (Lughì, Sergo, 2010). A observação por MEV evita esta desvantagem permitindo o acompanhamento da propagação da transformação na distância necessária abaixo da superfície. Os autores colocam que tanto o DRX como MEV são métodos tradicionalmente utilizados para seguir quantitativamente a transformação. Micrografias demonstraram que a profundidade de penetração da transformação foi de 4 μm após 11 horas e 11 μm após 16 horas a 134°C.

Os autores concluíram que as técnicas experimentais puderam ser utilizadas para a caracterização do envelhecimento à baixa temperatura. A utilização de testes que aceleram o envelhecimento providenciou dados do comportamento da cerâmica zircônia em longo prazo. O MEV apresenta observações locais da propagação de degradação, em volume. O DRX pôde ser utilizado para quantificar a cinética de degradação. O conhecimento completo da cinética de envelhecimento da cerâmica em zircônia necessita do uso de todas estas técnicas, devido ao fato de nenhuma delas poder descrever todo o processo de transformação (Arata, 2012).

3 PROPOSIÇÃO

Este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da escovação simulada e do envelhecimento hidrotérmico *in vitro*, na alteração de fase cristalina de uma zircônia estabilizada por ítria (Y-TZP).

Especificamente:

- a) Verificar a transformação de fase em envelhecimento em reator;
- b) Verificar a porcentagem de fases presentes na Y-TZP previamente mensuradas, após o envelhecimento térmico, após a simulação da escovação dental e se esta transformação tem impacto significativo na resistência mecânica do material;
- c) Comparar diferentes métodos de leitura quanto ao processo de envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada na Y-TZP, sendo eles: Difração de Raio-X e Microscopia eletrônica de varredura.

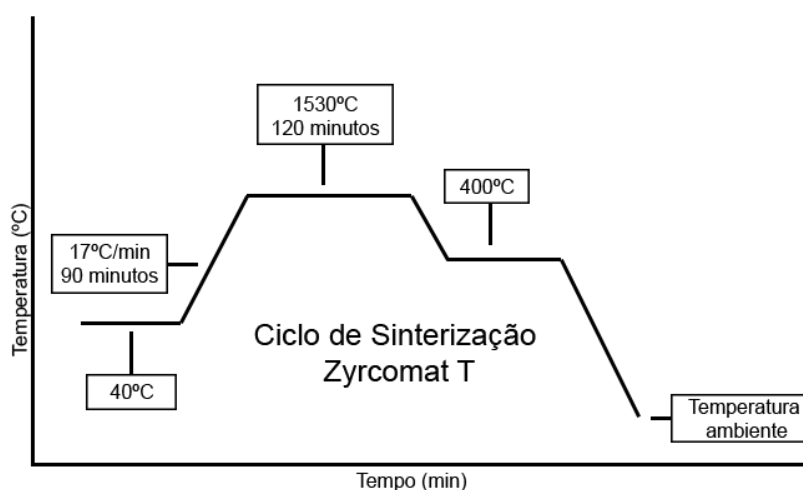
São esperados os seguintes resultados:

- a) Espera-se obter maior transformação de fase cristalina para as amostras submetidas à escovação;
- b) Espera-se que o envelhecimento *in vitro* associado à escovação diminua os valores de resistência biaxial.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Foram utilizadas como marcas comerciais, a cerâmica de YZ (VITA®), Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®). A partir de blocos pré-sinterizados das marcas, foi realizado o arredondamento dos mesmos em politriz de bancada (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) para obtenção de cilindros, os quais foram seccionados com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Bluff – IL, EUA) sob irrigação à água para obter discos de 1,5 mm de diâmetro por 2 mm de espessura com dimensões padrões determinadas pela norma ISO 6872. As amostras foram regularizadas com lixas d'água de granulação 400 e 600 (Norton Saint-Gobain, Pernambuco, Brasil), limpas em água destilada em banho ultrassônico (Elmasonic E15H, Elma Hans, Singen, Alemanha) e sinterizadas em forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Bad Sackingen, Alemanha) sob temperatura de 1530°C durante 120 minutos. O esquema de sinterização, encontra-se abaixo (Figura 1).

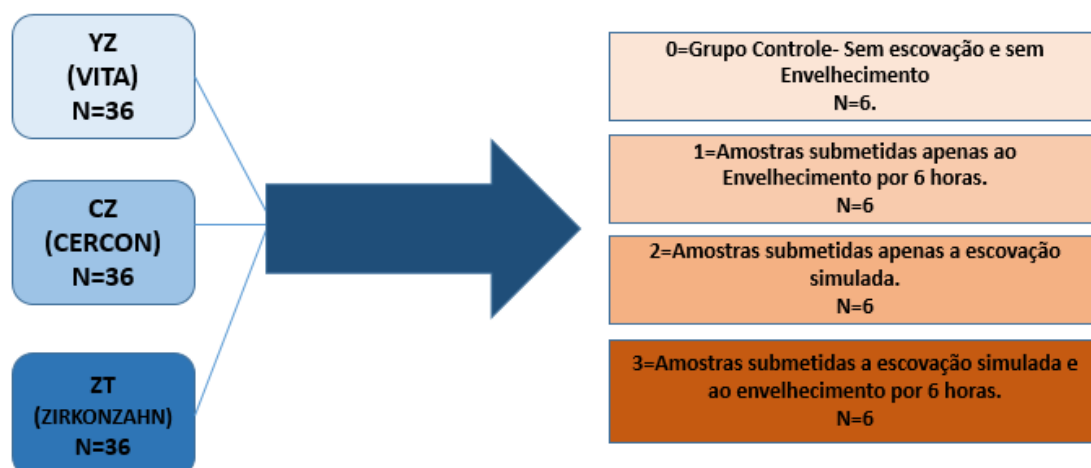
Figura1- Ciclo de sinterização da Zircônia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras foram separadas de acordo com o esquema que segue:

Figura 2- Esquema gráfico de separação dos grupos e subgrupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 3- Sequência de preparo laboratorial das amostras; - Blocos de Y-TZP; Arredondamento dos blocos, em politriz de bancada; -Corte dos blocos em discos, em cortadeira de precisão





Fonte: Elaborado pelo autor.

Nesse estudo escolhemos 3 zircônias para análise, a Y-TZP (VITA), CERCON ZIRCONIA (DENTSPLY) e a ZIRCONIA TRANSLUCIDA (ZIRKONZAHN), justamente para analisarmos se a translucidez prometida por esse material, influencia em sua resistência final e qual será o comportamento dessas cerâmicas frente ao envelhecimento hidrotérmico e a ciclagem de escovação simulada.

Após sinterização, as amostras foram avaliadas em DRX ($\text{CuK}\alpha$, 2θ , $25-40^\circ$, 40 Kv , 45 mA ; PANalytical X'pert Pro, Modelo 3050, Phillips) para certificar-se que as cerâmicas apresentam predominância de fase tetragonal, o que é esperado neste momento.

A média do volume da porção monoclinica (V_m) foi calculada e analisada por um *software* próprio (Gsas), utilizando o refinamento de Rietveld. Após esta confirmação, as amostras foram submetidas ao envelhecimento hidrotérmico em reator.

O envelhecimento hidrotérmico, foi realizado a fim de acelerar o processo de envelhecimento hidrotérmico que ocorre na Y-TZP em meio bucal, que em contato com água, cria uma superfície rugosa, onde grãos são destacados, podendo ocorrer as micro trincas, limitando sua estabilidade a longo prazo (Chevalier et al., 2011).

De acordo com Chevalier et al. (2007) 1 hora de envelhecimento em reator hidrotérmico, corresponde a aproximadamente 2 anos de uso do material em ambiente bucal.

Quando cerâmicas são submetidas ao carregamento mecânico abaixo do nível crítico em ambiente úmido, como o ambiente bucal, os defeitos podem apresentar crescimento lento e estável, fenômeno chamado de crescimento

subcrítico da trinca (Myers et al., 1994), também dependente da temperatura (De Aza et al., 2002).

As amostras foram introduzidas em um recipiente com água deionizada acondicionado em um reator hidrotérmico pressurizado à temperatura constante de 130°C, pressão 2,07 bars (Parr Instrument, modelo 4566 MiniReactor, Illinois, EUA) pelo tempo de 6 horas. O grupo controle representa o grupo não envelhecidos.

Após as análises iniciais, as amostras foram submetidas à ciclagem de escovação, de acordo com Heintze et al. (2010), no qual aplica-se 72.000 ciclos de escovação com 200 g de carga com mistura de creme dental (Colgate Máxima Proteção Anticáries, Colgate Palmolive, SP, Brasil) com água destilada na proporção 150 g / 75 ml, homogeneizado em agitador magnético (Fisatom, modelo 752A, Fisatom Equipamentos Científicos Ltda, SP, Brasil) por 10 minutos, formando a solução denominada “*Slurry*”.

A velocidade de escovação da máquina é de 106 ciclos por minuto, sendo que um ciclo completo compreende, a passagem da escova na amostra por duas vezes (Movimento de vai-e-vem), sob uma carga de 200 g (Figura 6).

Segundo Miller, (1907) 100.000 ciclos de escovação simulada, correspondem a 10 anos de escovação dental, sendo assim 72.000 ciclos, correspondem em média a 7 anos de escovação dental.

Figura 4- Amostras acopladas em suporte desenvolvido em resina acrílica, para correto posicionamento na máquina de escovação



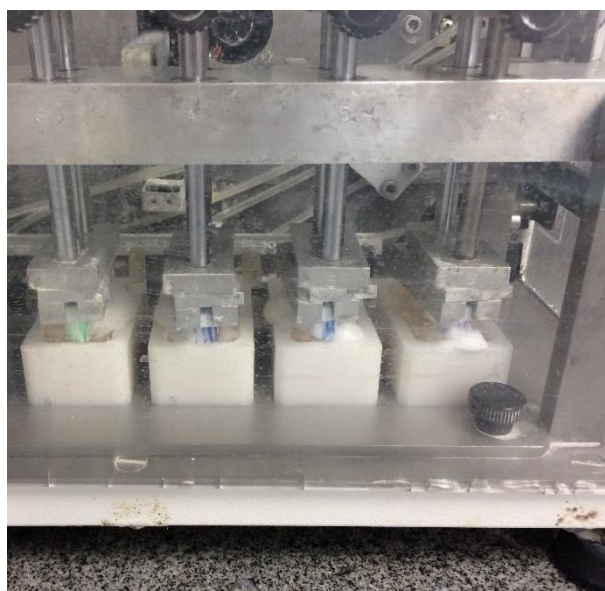
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5- Suportes e escovas posicionados na máquina de escovação, com o “*Slurry*”, cobrindo totalmente as amostras



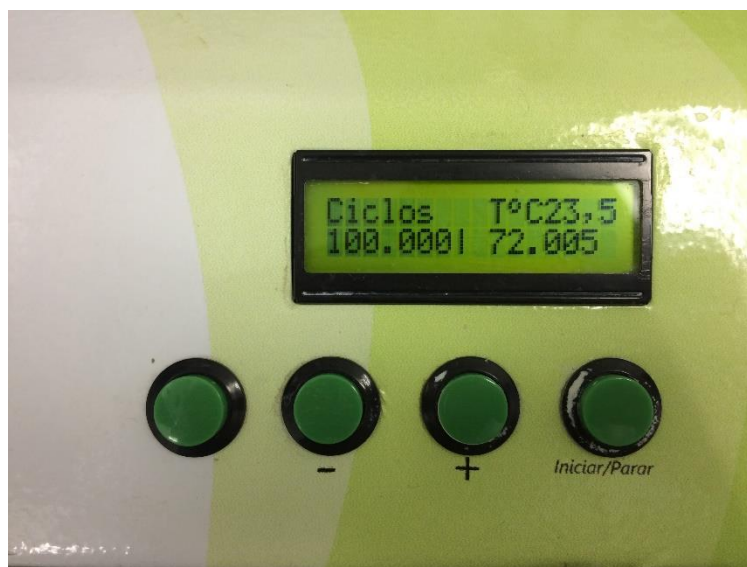
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 6- Máquina em funcionamento, mostrando escovas posicionadas, escovando as amostras com carga de 200 g



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 7- Visor digital da máquina de escovação; os 72.000 ciclos foram realizados em temperatura ambiente de 23,5°C



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras não submetidas aos ciclos de escovação foram consideradas como controle. Desta forma foi definido um esquema fatorial 2 x 2, tendo como fatores: 1 – envelhecimento hidrotérmico e 2 – ciclagem por escovação.

Depois da escovação as amostras foram submetidas aos mesmos testes pré-escovação, e foi calculada média do volume da porção monoclinica (V_m), utilizando o refinamento de Rietveld, no qual utiliza a área integrada de todo o difractograma (Arata et al., 2014). Em continuação à análise por DRX, foi realizada para a análise em microscopia. Para obter-se análises de maior resolução, foi utilizado o MEV com canhão de emissão de campo (Field Emission Gun-FEG) em microscópio da marca/modelo Tescan/Mira 3, instalado no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS/INPE).

Após a realização dos tratamentos, as amostras foram submetidas ao teste de flexão biaxial, em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Pinhais/PR, Brasil), à velocidade de 1mm/min e célula de carga de 1.000 Kg até o momento da fratura da amostra, de acordo com a norma ISO6872. Os valores de T-M (%) e resistência à flexão biaxial (MPa) foram submetidos à análise estatística, que foi explorada posteriormente.

5 RESULTADOS

Após o processo de Sinterização, 5 amostras de cada grupo, foram submetidas a análise por Difração de Raio X, ($\text{CuK}\alpha$, 2θ , 25-40°, 40 Kv, 45 mA; PANalytical X'pert Pro, Modelo 3050, Phillips), para que fosse confirmada a presença predominante de fase tetragonal nos três grupos de zircônias estudadas.

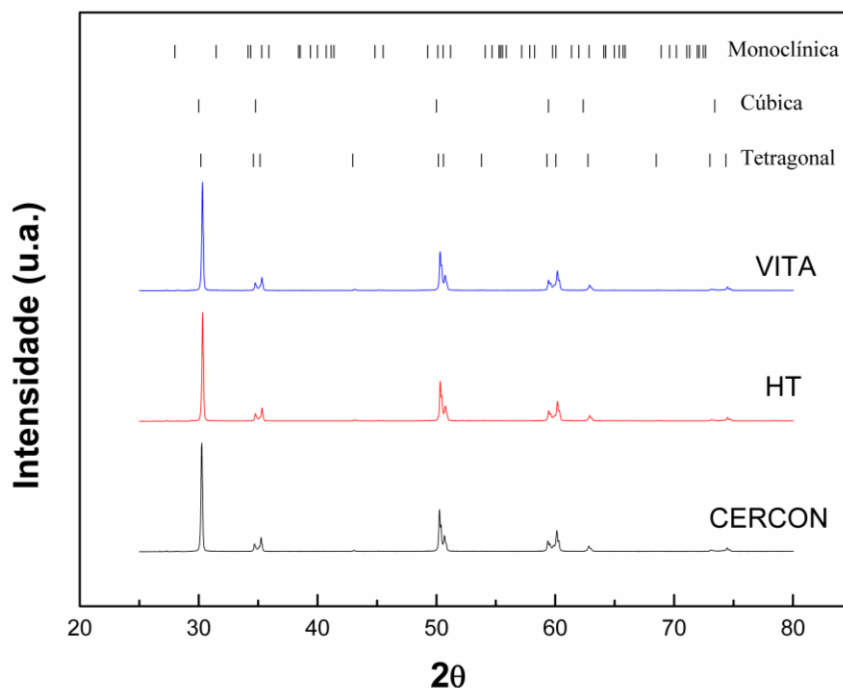
Nessa análise, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas utilizando a radiação do $\text{Cu-K}\alpha$ com varredura entre 20 e 80°, passo angular de 0,02° e tempo de integração de 10 segundos.

O gráfico a seguir (Figura 8), mostra a comparação dos resultados obtidos na análise de DRX, dos diferentes grupos cerâmicos. Sendo que a caracterização da cerâmica YZ (VITA®), corresponde ao gráfico em azul, a cerâmica translúcida (Zirkon Transluzent - ICE Zirkonzahn®), corresponde ao gráfico em vermelho e a cerâmica Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA), em preto.

Na porção superior, pode-se observar uma legenda, indicando os três tipos de fases cristalinas que poderíamos encontrar nesses materiais, sendo que para cada uma, existe um conjunto de picos característicos, que identifica a composição cristalina do material, e onde esses picos deveriam se concentrar no gráfico.

Dessa forma, comparando a legenda com os picos obtidos para cada cerâmica, nota-se que em todos os gráficos houve maior predominância de picos correspondentes as fases tetragonal e cúbica, caracterizando então as amostras do grupo controle, como zircônias em fase tetragonal e cubica, o que de fato era esperado para esse momento.

Figura 8- Comparação dos gráficos obtidos após difração de Raios x realizada no grupo controle



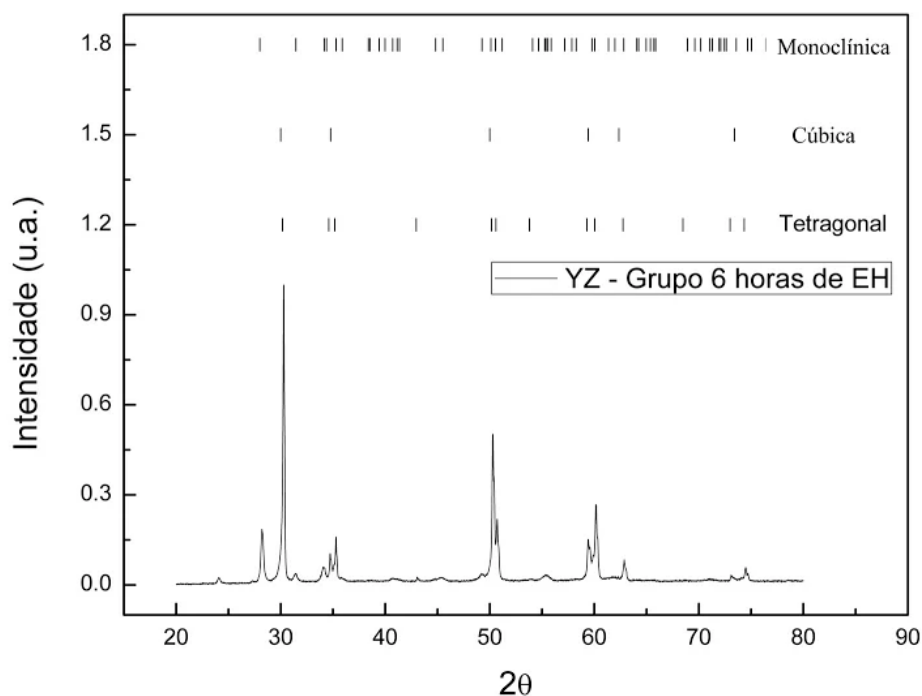
Fonte: Elaborado pelo autor.

Após confirmação dos resultados obtidos na análise por DRX, as amostras foram envelhecidas hidrotérmicamente, em reator a 130°C, pressão 2,07bar (Parr Instrument, modelo 4566 MiniReactor, IL – EUA) pelo tempo de 6 horas de acordo com os subgrupos previamente delineados.

O ponto de partida para caracterização das amostras é a análise por DRX, pois trata-se de um método não destrutivo e consolidado para o início da investigação do envelhecimento de zircônias.

Sendo assim, o primeiro grupo analisado foi o grupo de zircônias YZ (VITA®), em que as amostras foram envelhecidas por 6 horas, e os resultados obtidos, estão representados na Figura 9.

Figura 9- Gráfico obtido após difração de Raios x realizada no grupo YZ, envelhecido por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

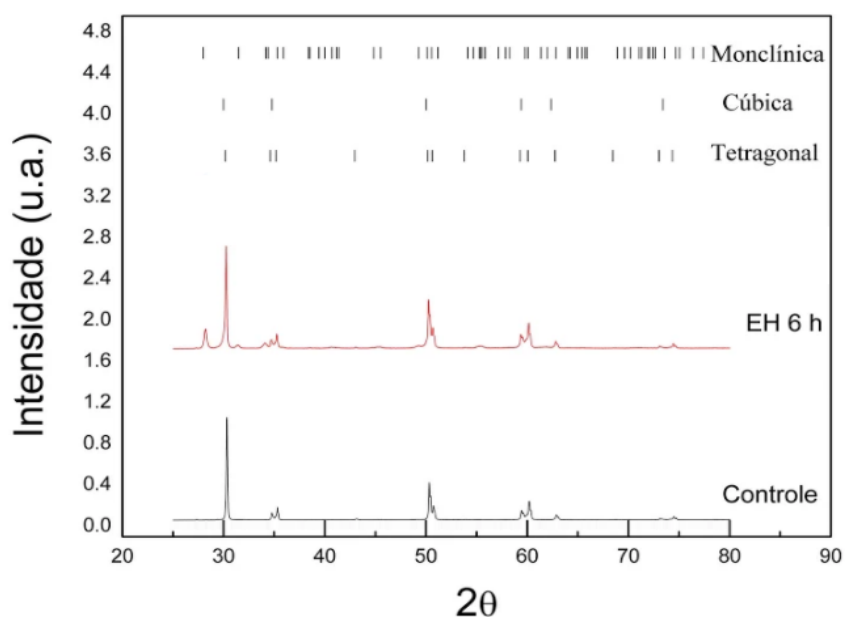
Comparando qualitativamente com o difractograma (Figura 8) obtido na análise do grupo controle, observa-se que houve aumento de picos característicos de fase monoclinica, evidenciando a forte correlação existente entre o envelhecimento hidrotérmico e a transformação de fase cristalina (t-m) do material testado.

Analisando o gráfico (Figura 9), percebe-se que o aumento da intensidade dos picos de fase monoclinica, se deu especificamente próximo aos $31,2^\circ$ (2θ).

As amostras do grupo ZT (Zirkonzahn®), referente a zircônia translúcida, foram envelhecidas hidrotérmicamente, seguindo o mesmo protocolo de envelhecimento utilizado para o grupo YZ, e analisadas por difração de Raio X, para caracterização das mesmas nos respectivos tempos de envelhecimento.

A Figura 10, mostra os gráficos obtidos na análise do grupo controle e grupo envelhecido por 6 horas.

Figura 10- Gráficos obtidos após difração de Raios x realizada no grupo controle e envelhecimento de 6 horas nas cerâmicas do grupo ZT

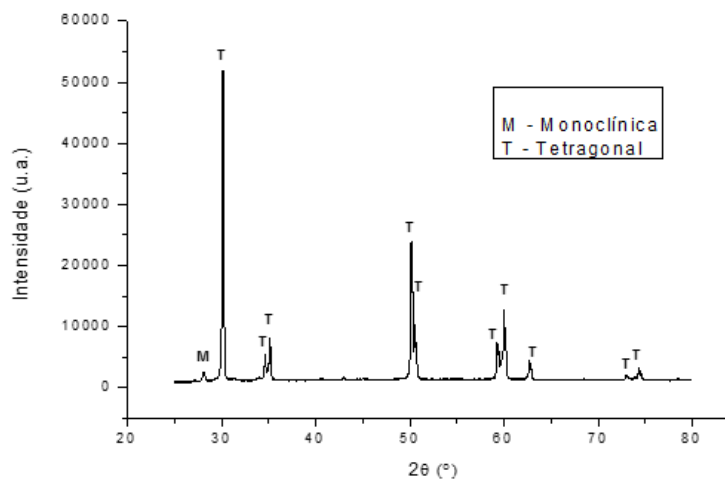


Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando os gráficos por meio da comparação entre eles, podemos novamente observar que, com o aumento do tempo de envelhecimento, há também aumento na intensidade de picos característicos de fase monoclinica, confirmando a conclusão da análise feita por (Chevalier, 1999) de que, a transformação de fase tetragonal para monoclinica, é um processo dependente do tempo de exposição.

Após a escovação simulada, as amostras também foram analisadas por DRX. O primeiro grupo refere-se a cerâmica Cercon somente escovada, e podemos observar na figura 11, que houve formação do pico característico de fase monoclinica, porém de baixa intensidade, mantendo posteriormente somente picos característicos de fase tetragona e cubica.

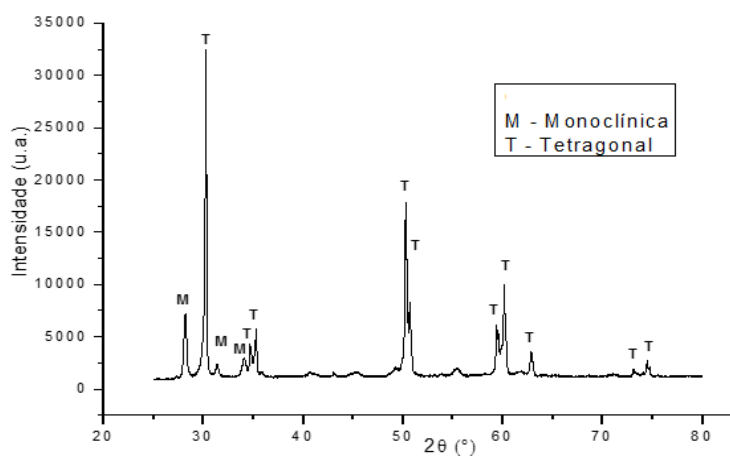
Figura 11- Gráfico obtido após difração de Raios x realizada no grupo CZ 2, após escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

Porém quando essa zircônia foi submetida ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas e posteriormente submetida a escovação simulada, observamos no gráfico representado na figura 12, que houve formação de picos característicos de fase monoclinica caracterizando então a mudança de fase cristalina do material.

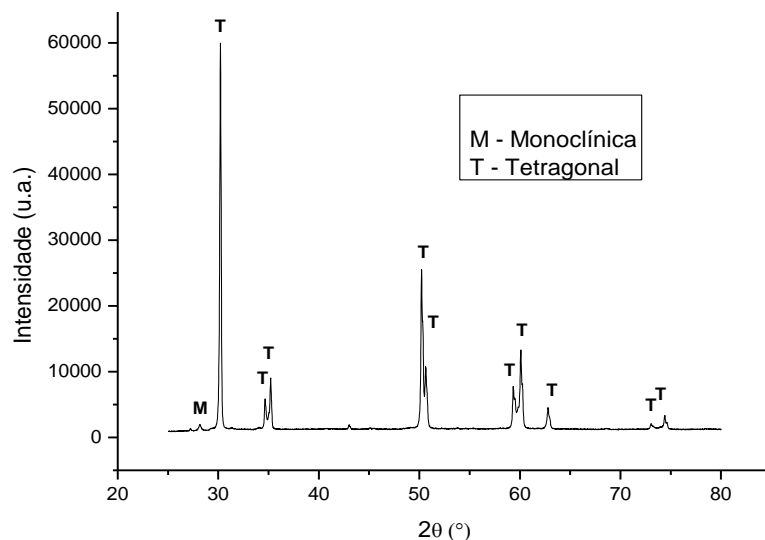
Figura 12- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo CZ 3, após envelhecimento hidrotérmico de 6 horas e escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

Ao analisarmos o grupo YZ, observamos que, quando as amostras foram apenas submetidas a escovação simulada, houve formação de um pico característico de monoclinica, porém de menor intensidade (Figura 13).

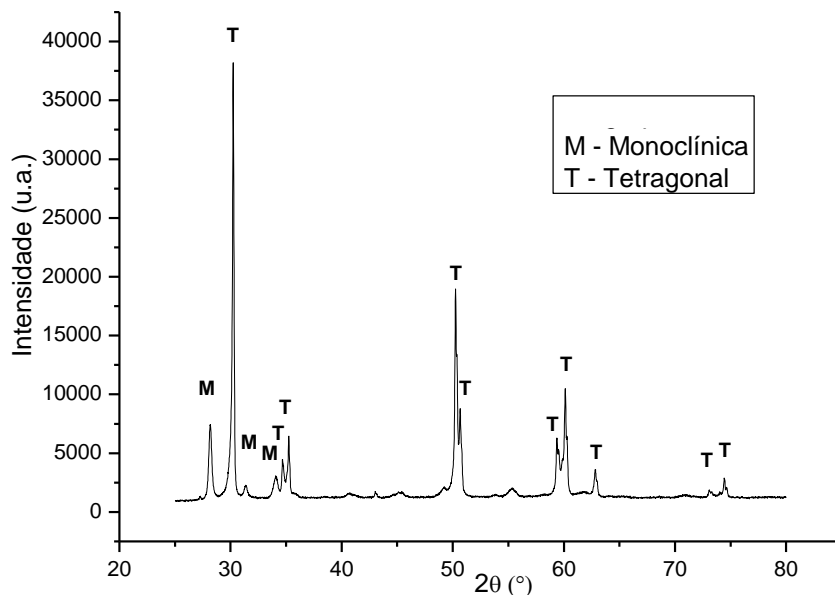
Figura 13- Gráficos obtido após difração de Raios-x realizada no grupo YZ 2, após escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

O mesmo observado no grupo CZ 3, foi observado quando as zircônias do grupo YZ foram submetidas ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas e posteriormente a escovação simulada. Houve formação de picos característicos de fase monoclinica (Figura 14).

Figura 14- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo YZ 3, após envelhecimento hidrotérmico de 6 horas e escovação simulada

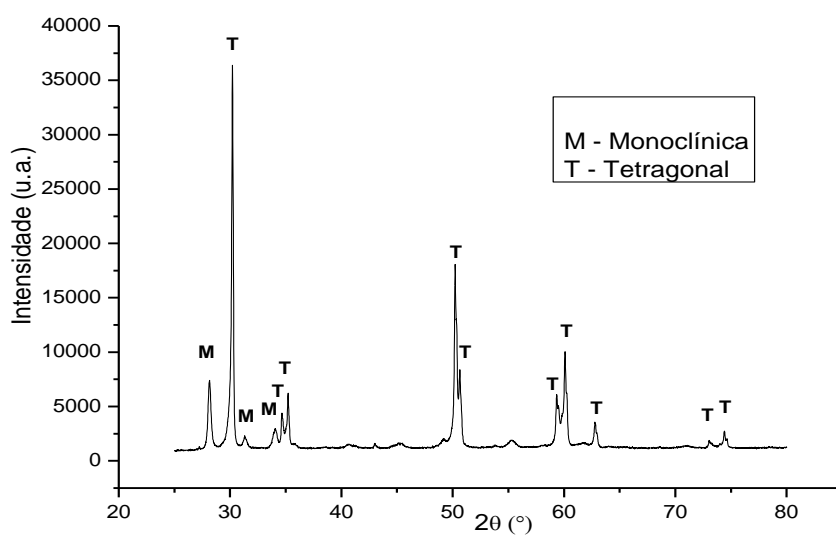


Fonte: Elaborado pelo autor.

Diferente dos outros grupos, as amostras do grupo ZT submetidas apenas a escovação simulada, quando analisadas por difração de Raio X, mostraram significativa formação de picos característico de fase monoclinica, mostrando que, para essa zircônia a simulação da escovação sem o envelhecimento hidrotérmico foi capaz de gerar picos de fase monoclinica (Figura 15).

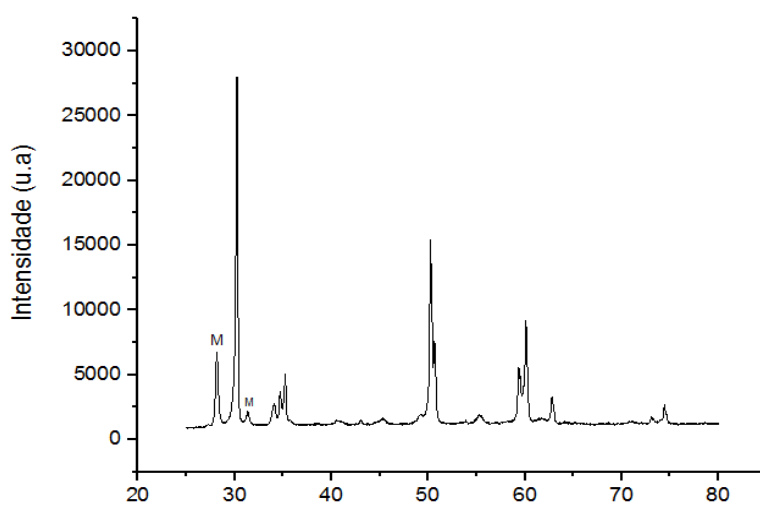
Já a figura 16, mostra o difractograma obtido após envelhecimento hidrotérmico e escovação simulada, para as cerâmicas do grupo HT 3.

Figura 15- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo HT 2, após escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 16- Gráficos obtido após difração de Raios x realizada no grupo HT 3, após escovação simulada e envelhecimento hidrotérmico por 6 horas.

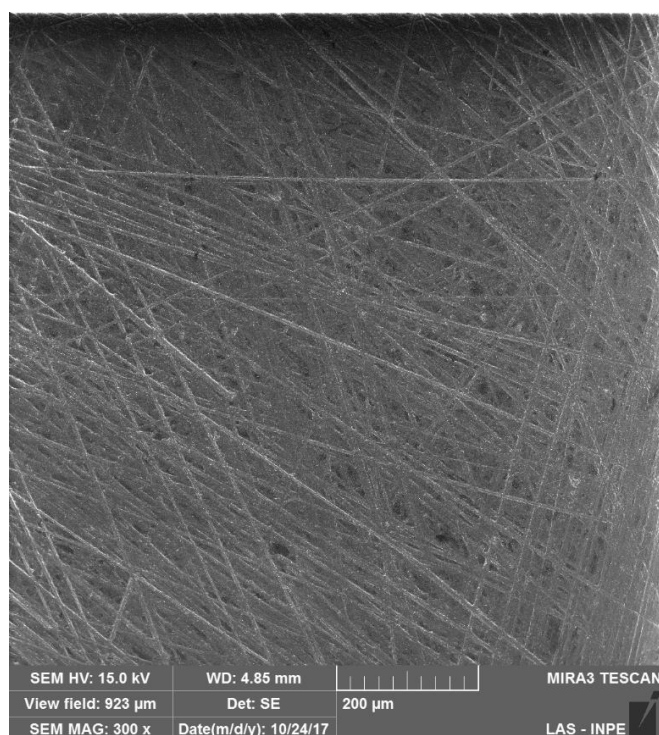


Fonte: Elaborado pelo autor.

2θ (°)

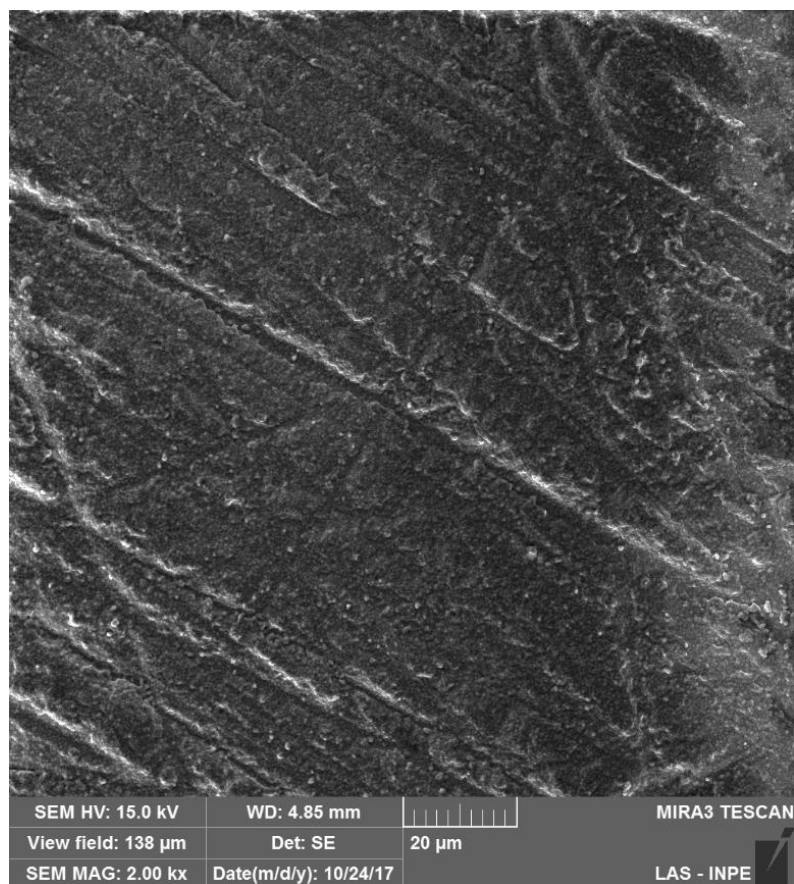
Em continuação à análise por DRX, foi realizada para a análise em microscopia. Na figura 17, podemos observar, as linhas de direcionamento do polimento realizado pré sinterização das amostras. Porém na figura 20, conforme nos aprofundamos na análise, observamos os grãos de zircônia em sua conformação característica.

Figura 17- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



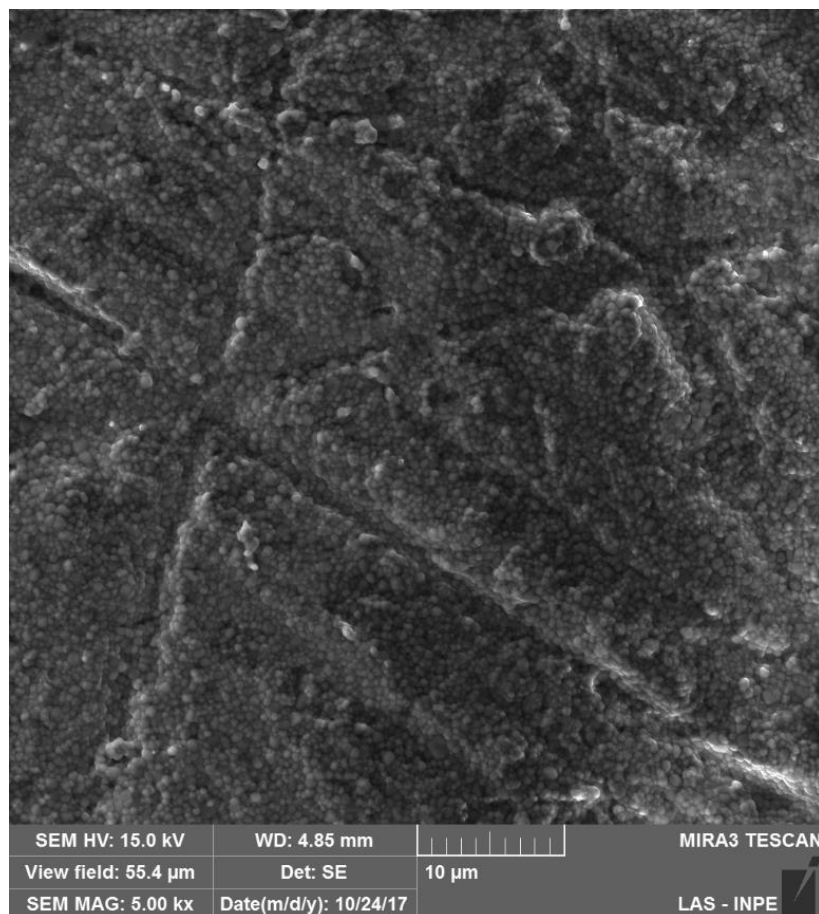
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 18- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



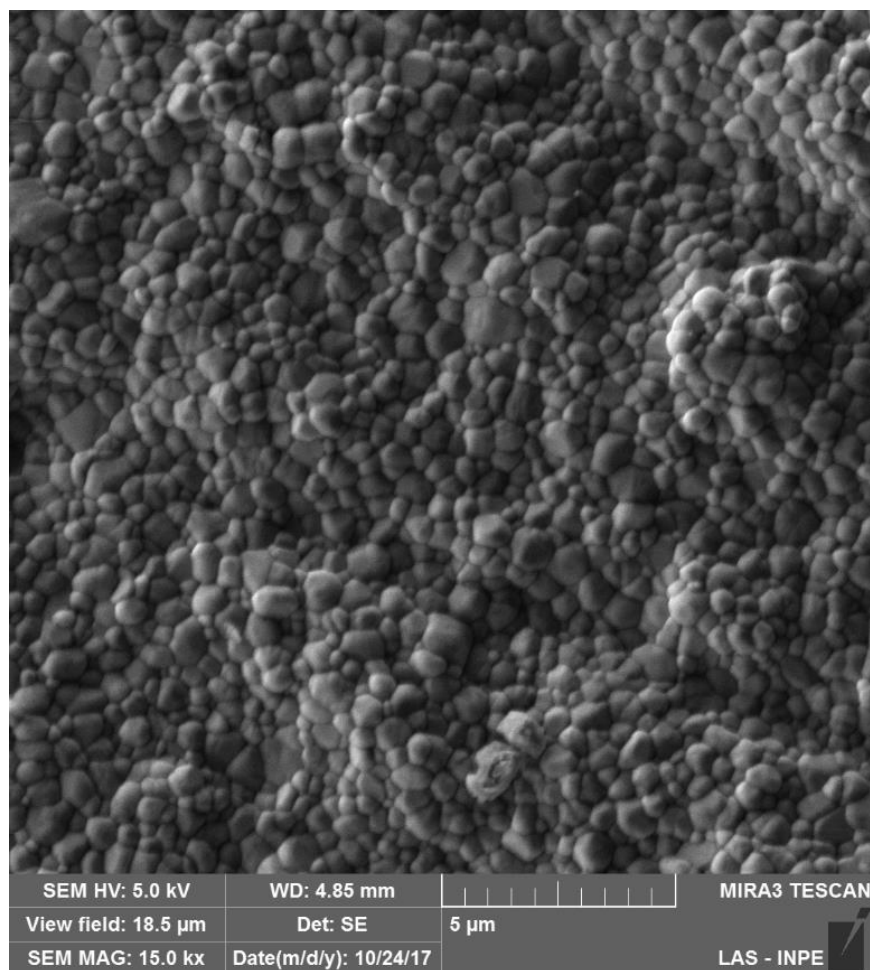
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 19- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



Fonte: Elaborado pelo autor.

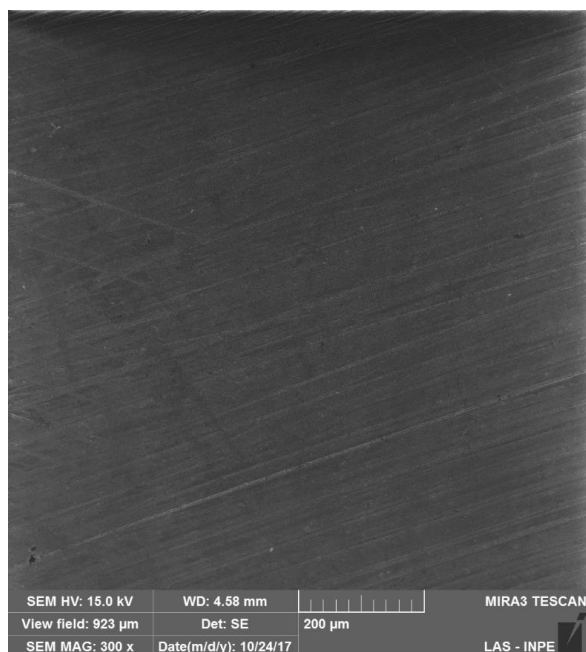
Figura 20- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



Fonte: Elaborado pelo autor.

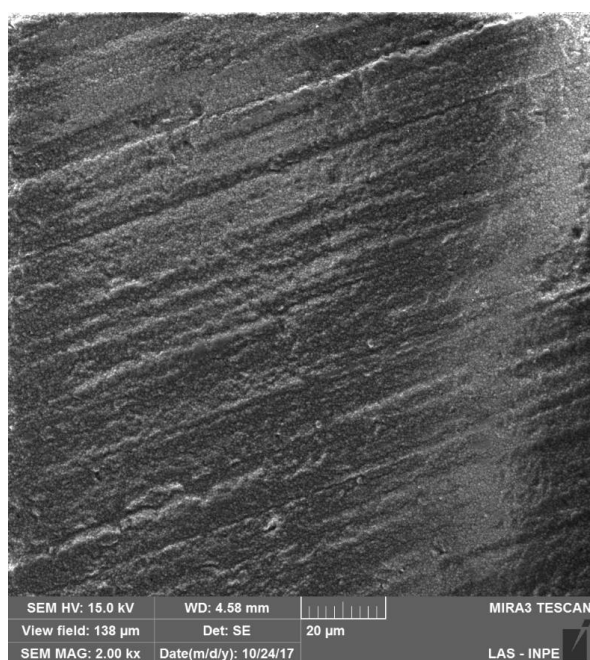
O grupo YZ 1, no qual as amostras foram envelhecidas por 6 horas, está representado nas figuras 21 a 24, nas quais observamos aumento volumétrico dos grãos.

Figura 21 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) -Envelhecida por 6 horas



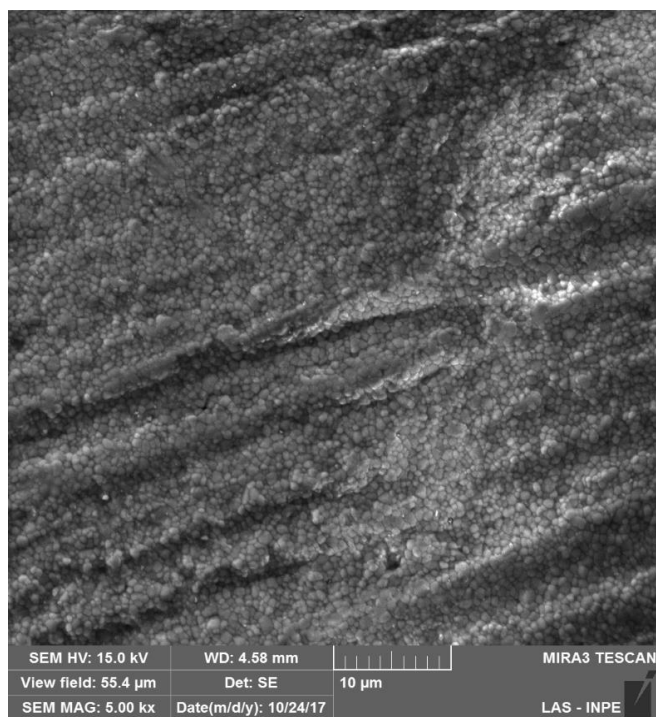
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 22 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) -Envelhecida por 6 horas



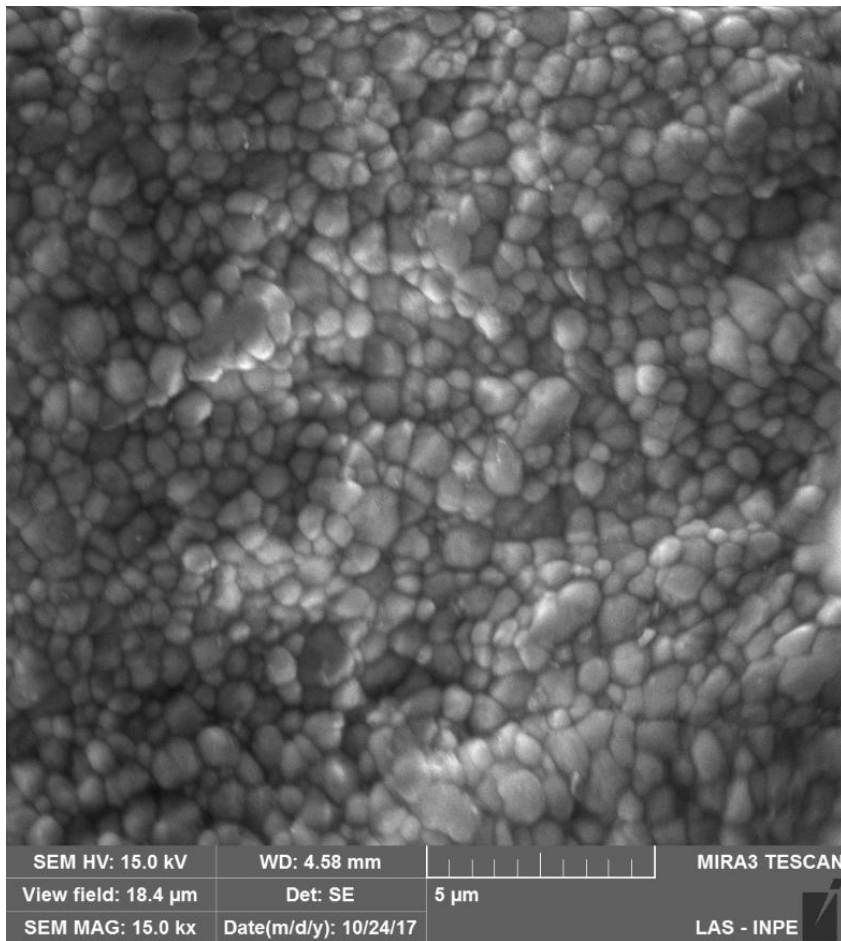
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 23 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) -Envelhecida por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

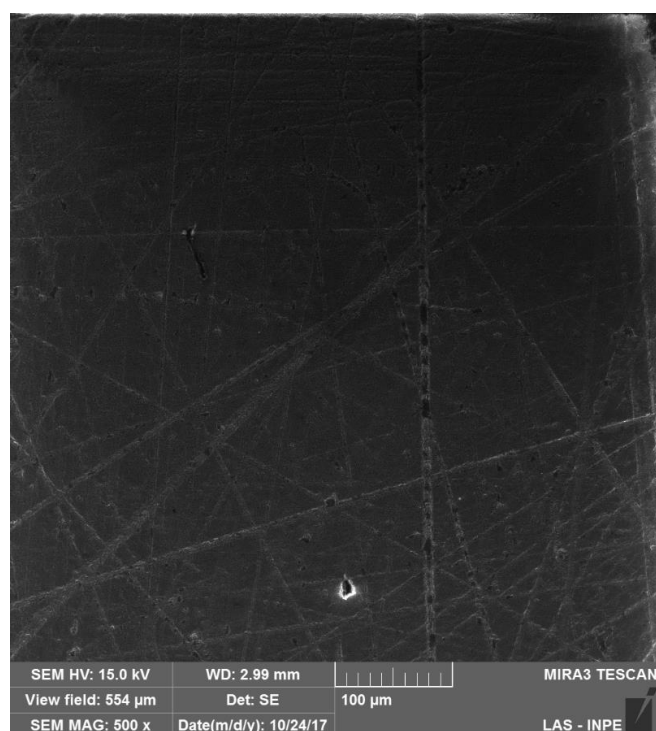
Figura 24 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (1) -Envelhecida por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

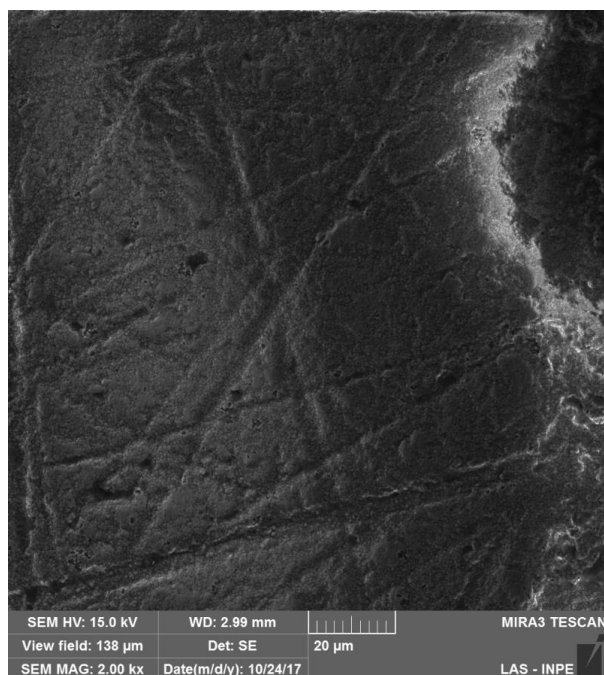
A figura 25, representa a micrografia da zircônia YZ do grupo 2, na qual observamos mesmo em menor aumento, o desgaste causado pelo procedimento de escovação simulada. As figuras 26 a 28 representam esse mesmo grupo, porém em maiores aumentos.

Figura 25- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



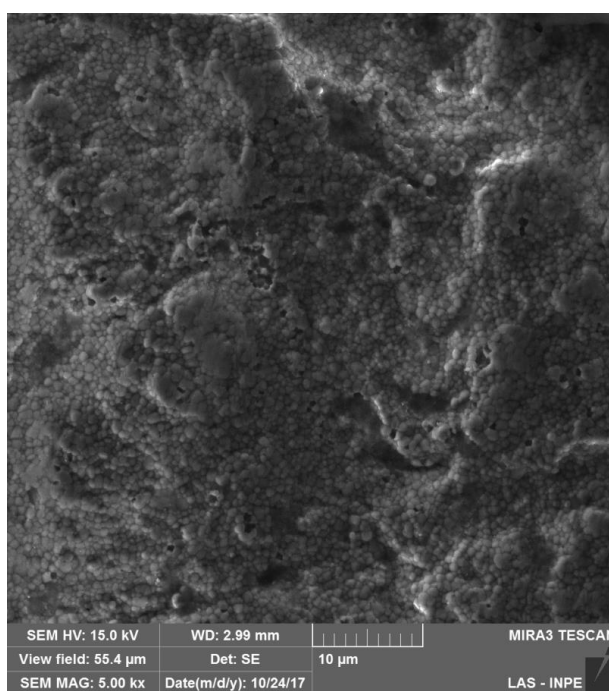
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 26- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



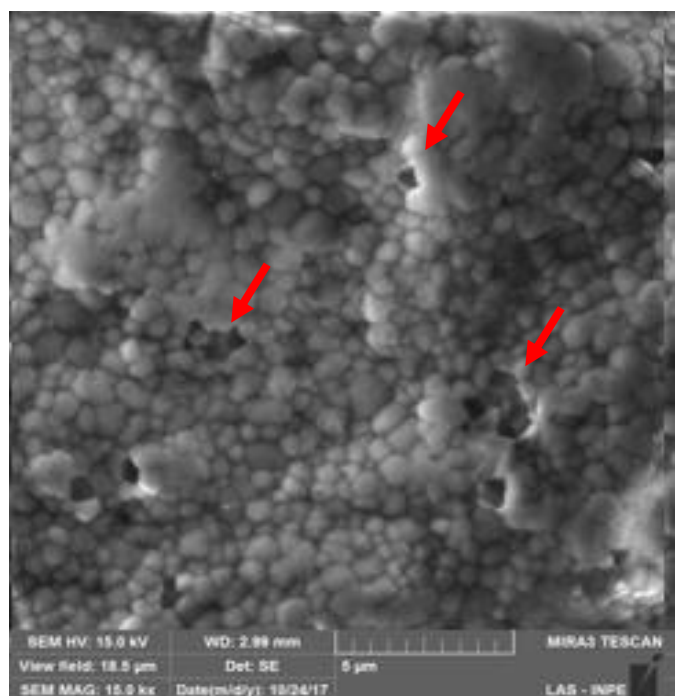
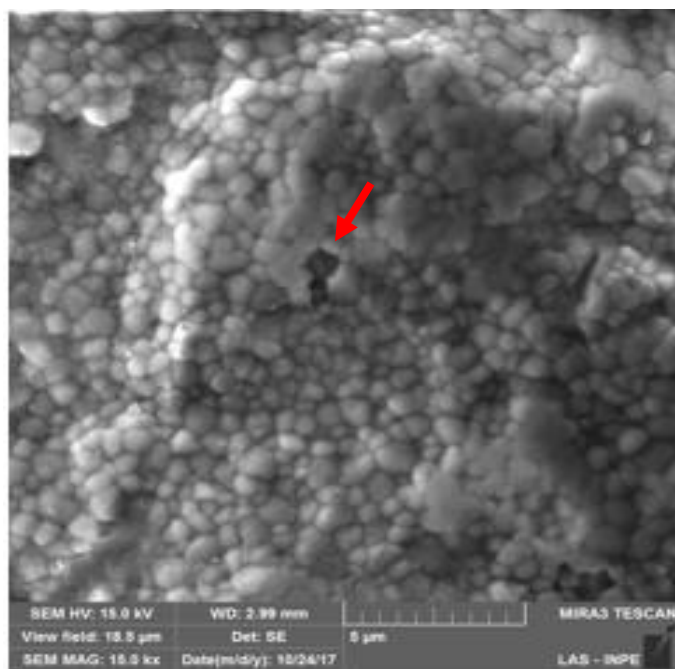
Fonte: Elaborado pelo autor.

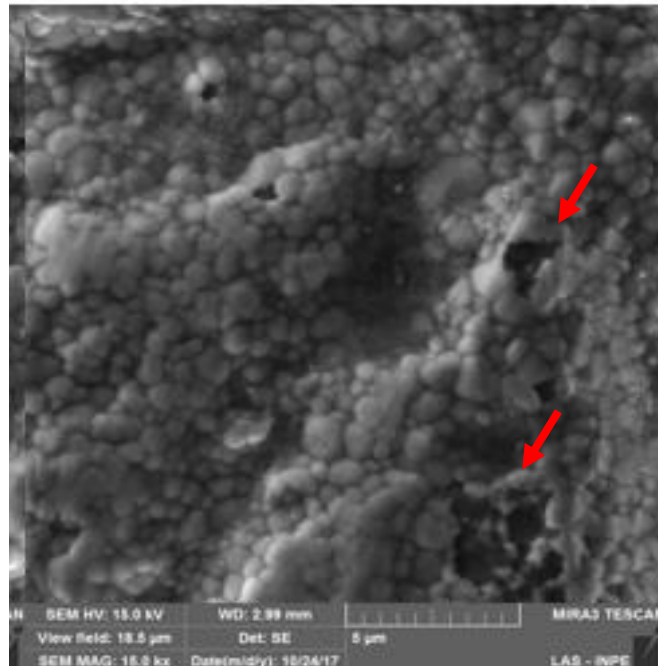
Figura 27- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 28 - Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada- evidenciando pelas setas em vermelho, destacamento de grãos de zircônia, em diferentes regiões, devido a abrasão da escovação

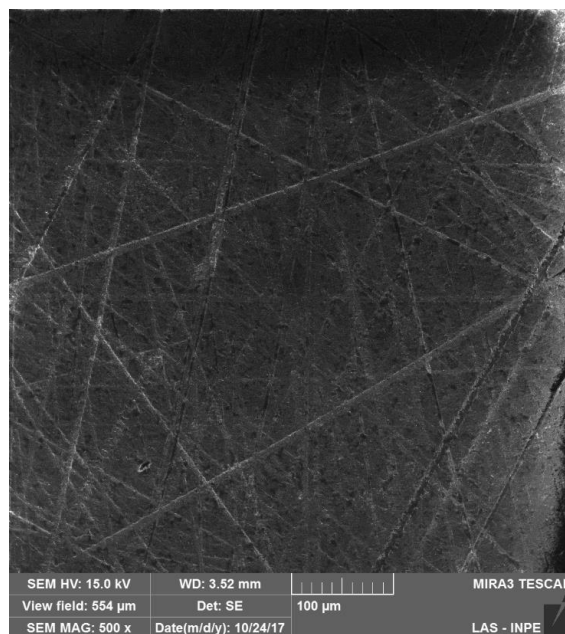




Fonte: Elaborado pelo autor.

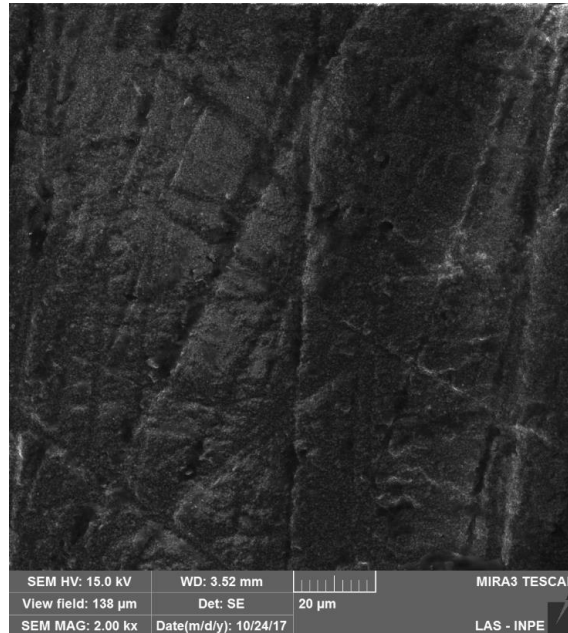
O fenômeno de arrancamento de grãos é novamente observado na figura 28, sinalizada pelas setas em vermelho. Nesse momento, a causa desse fenômeno foi principalmente a abrasão da escovação na amostra.

Figura 29- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



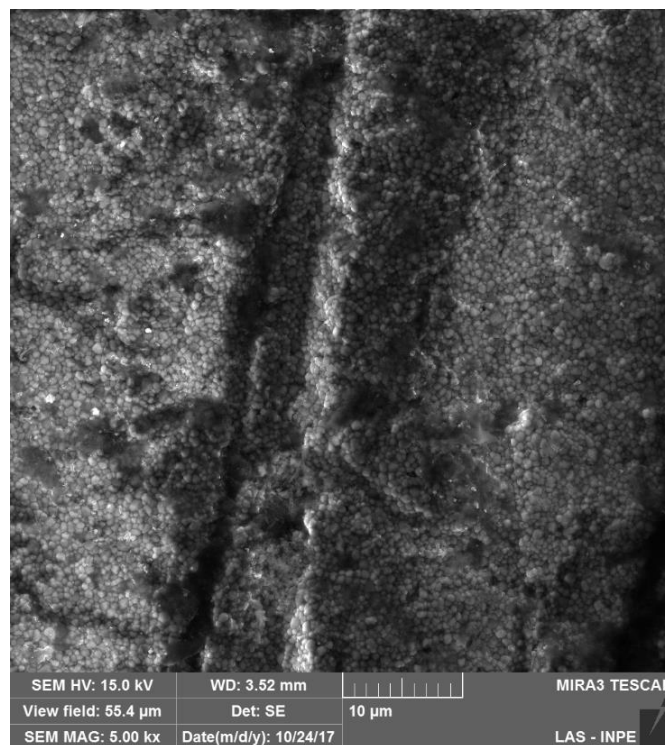
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 30- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



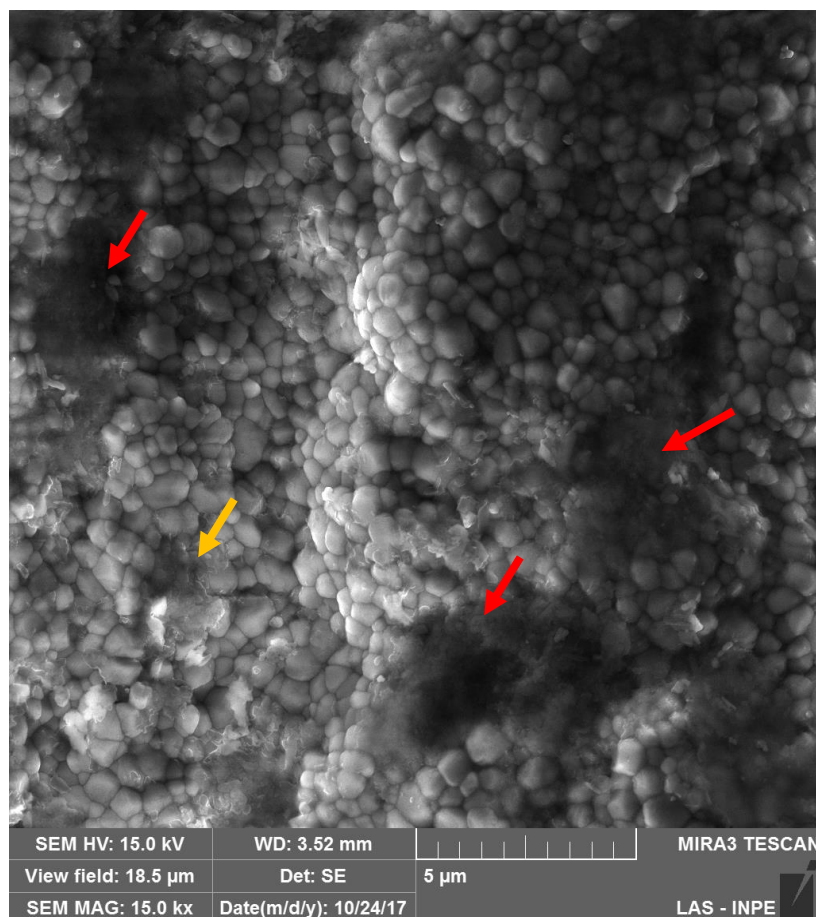
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 31- Micrografias da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 32 - Micrografia da cerâmica Zircônia YZ do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas- Evidenciando aglomerado de grãos característicos do envelhecimento.

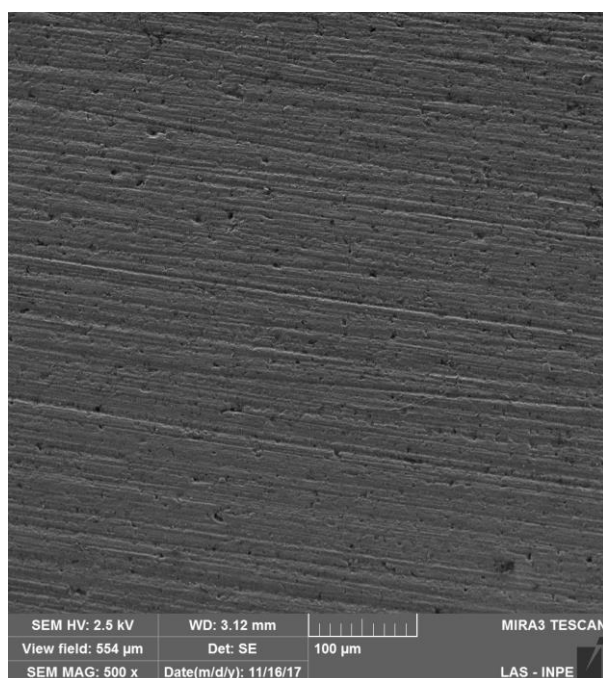


Fonte: Elaborado pelo autor.

As figuras 29 a 31, representam o grupo YZ, no qual as amostras foram submetidas tanto a escovação simulada, quanto envelhecimento hidrotérmico. A figura 32, mostra a micrografia da Zircônia YZ submetida a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas, a seta amarela evidencia uma região na qual, devido ao processo de envelhecimento, grãos de zircônia trincaram e os pedaços se uniram, deixando de ter então a característica dos grãos desse material. As setas vermelhas, indicam o mesmo fenômeno, unido ao destacamento dos grãos devido a abrasão da escovação.

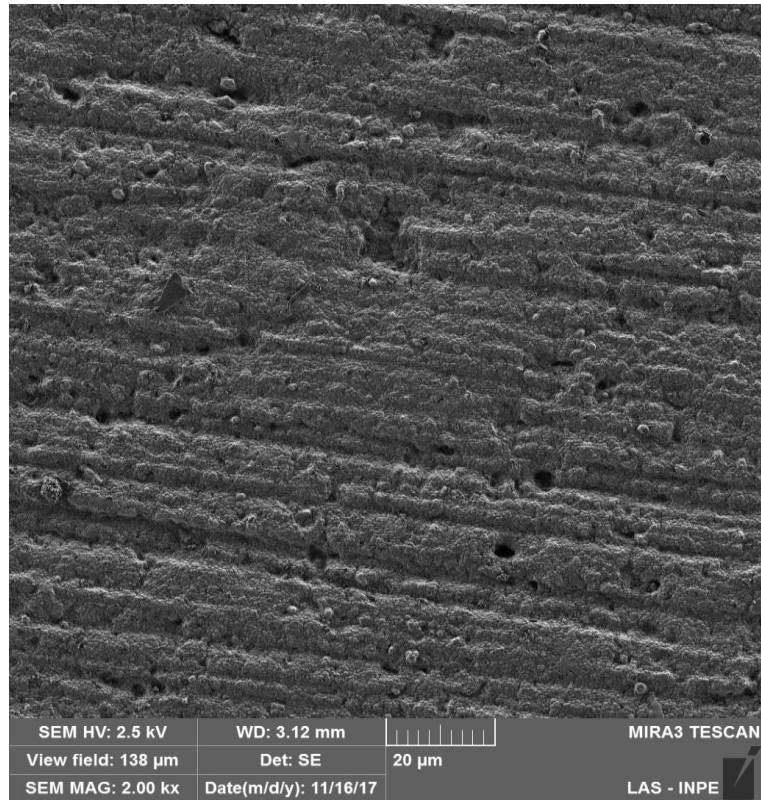
As figuras 33 a 37 representam micrografias da cerâmica Cercon, do grupo controle, no qual as amostras receberam apenas polimento pré-sinterização e podemos observar que houve a formação de novos grãos após a sinterização, alterando o aspecto superficial. Porém quando em maior aumento, observamos que os grãos mantiveram sua configuração característica, com limites bem determinados.

Figura 33- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



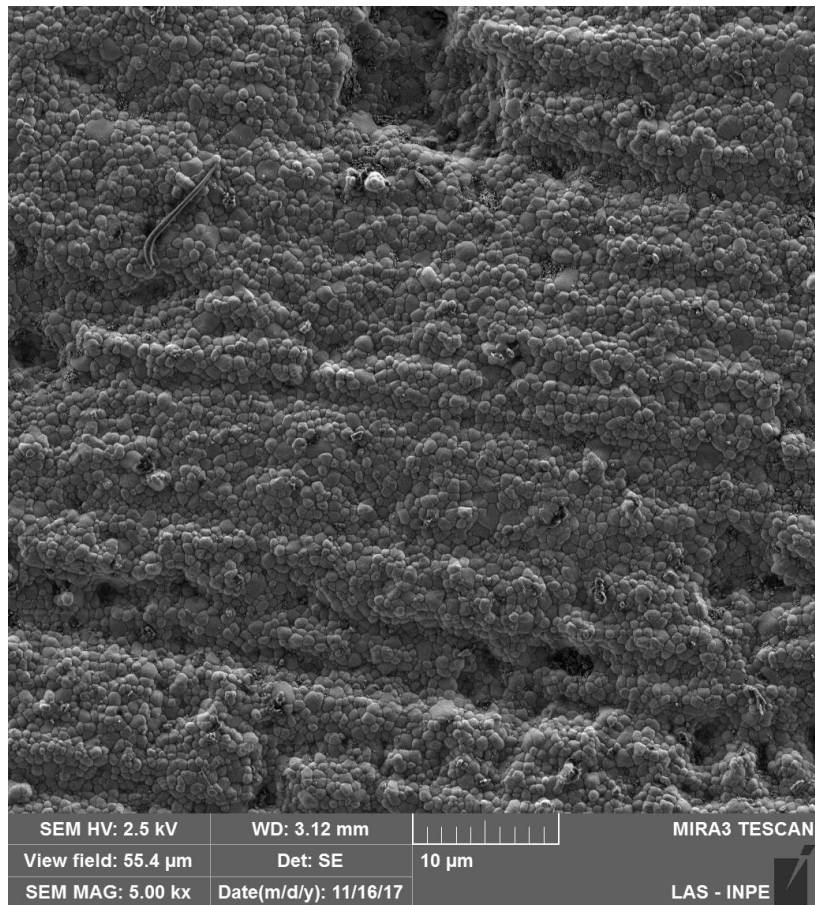
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 34- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



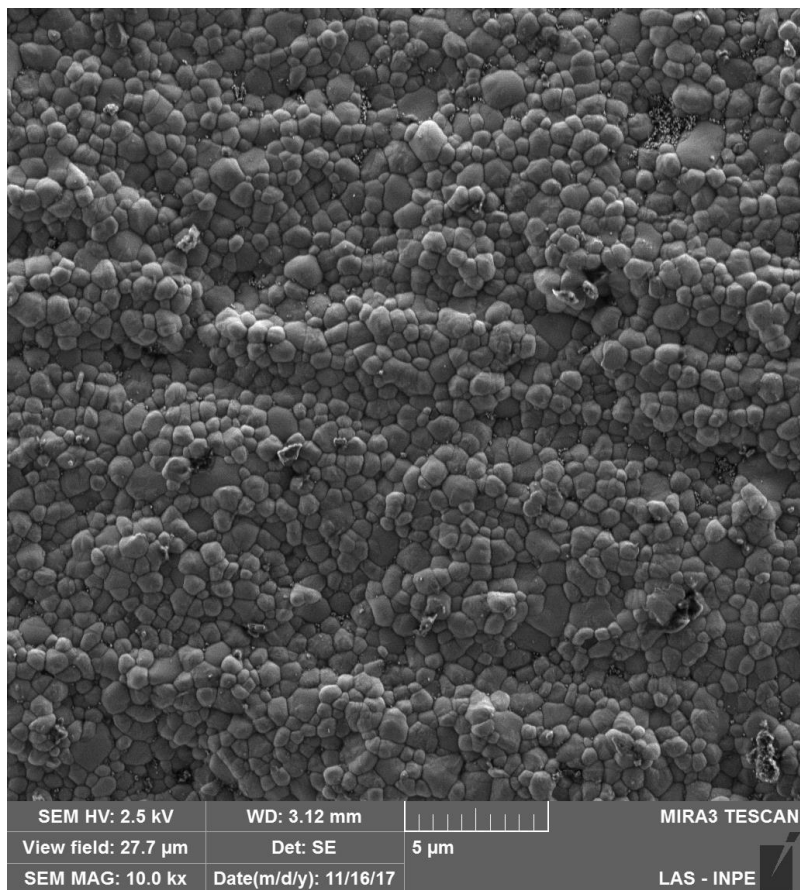
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 35- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0)- apenas polida e sinterizada



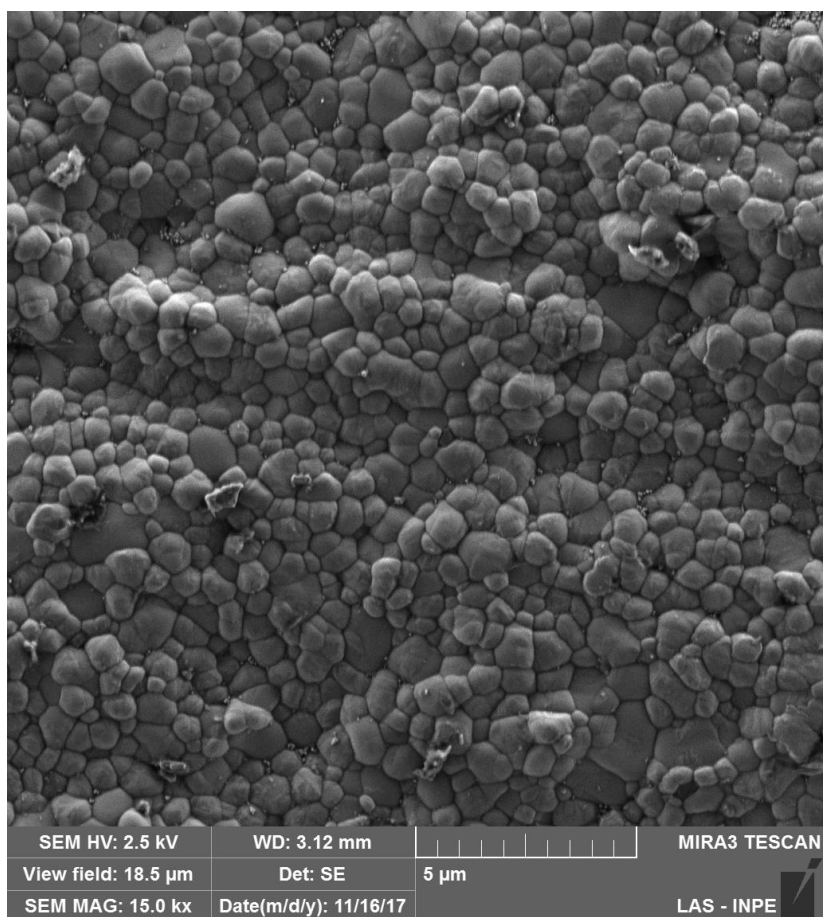
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 36- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



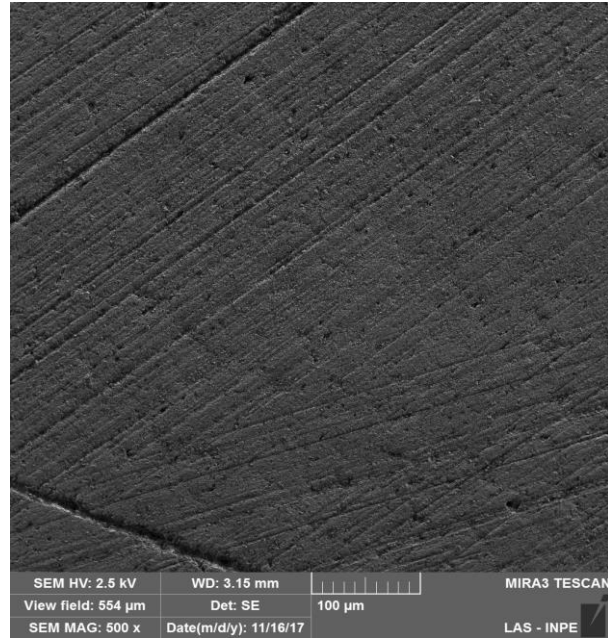
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 37- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



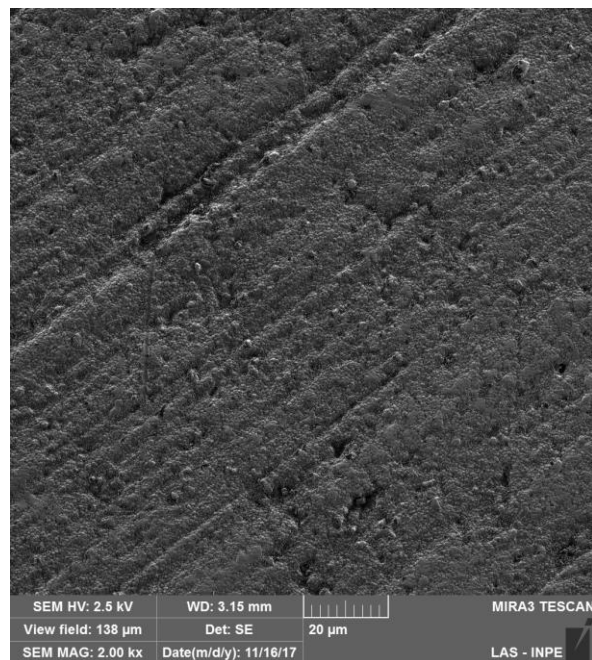
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 38- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



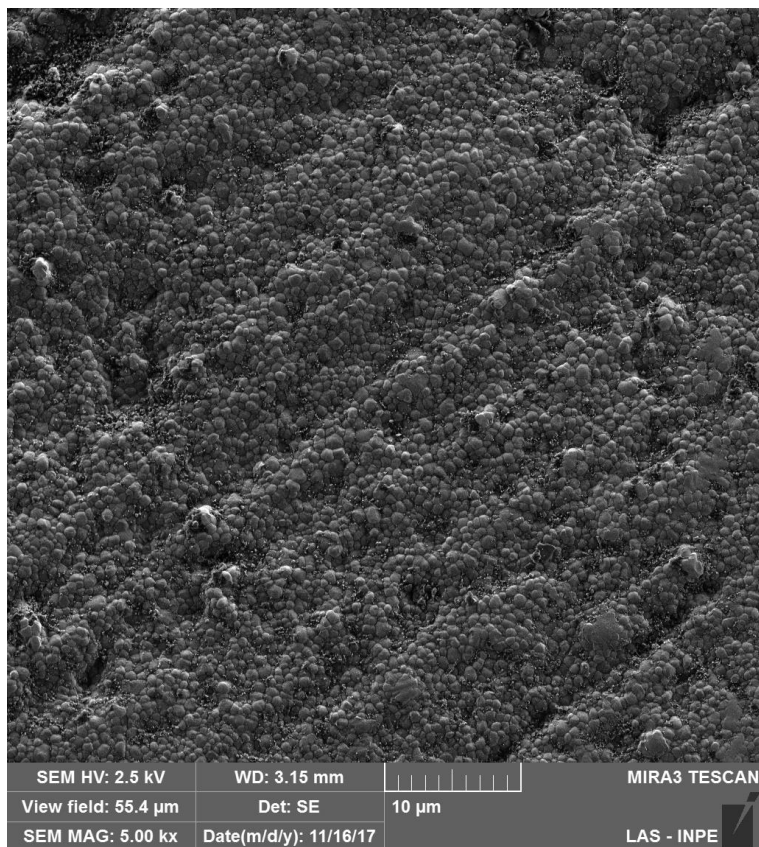
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 39- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



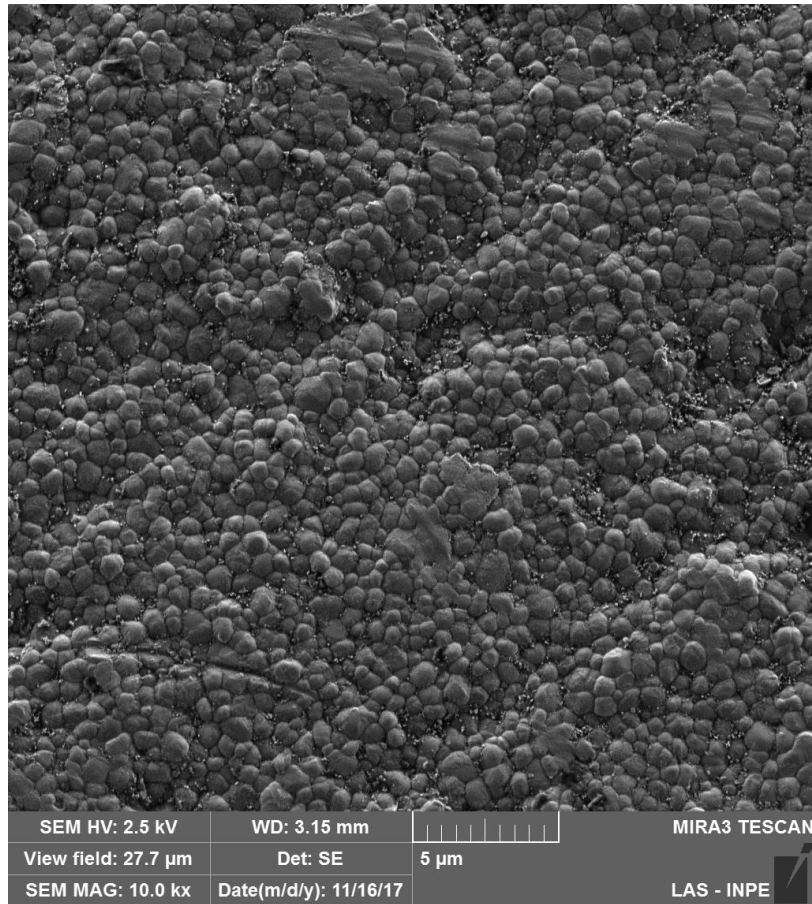
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 40- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



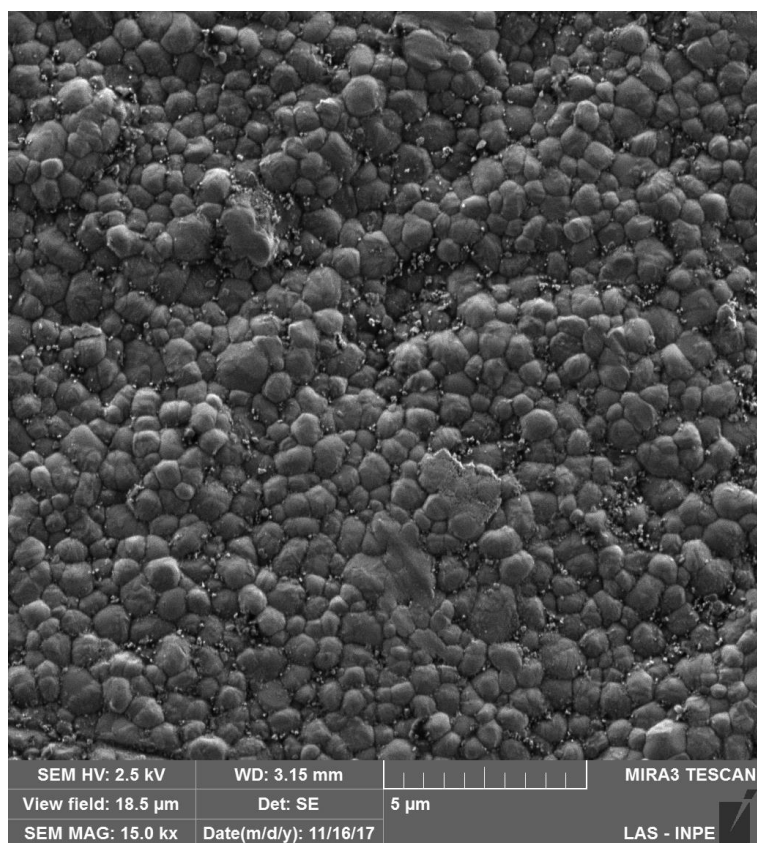
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 41- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

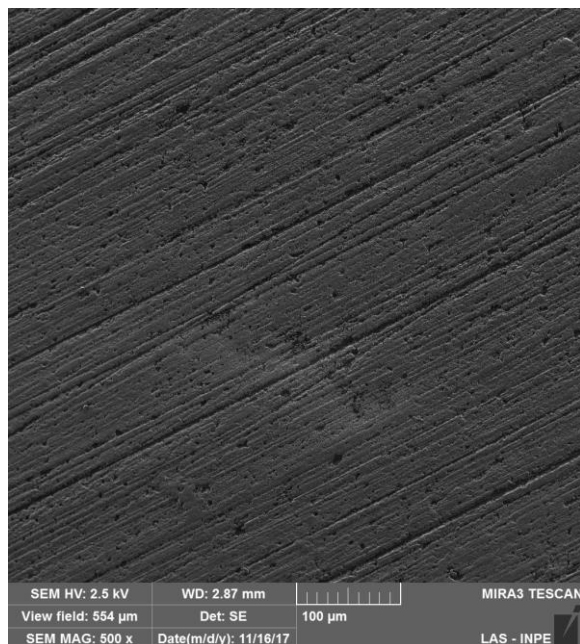
Figura 42- Micrografias da cerâmica Zircônia CERCON do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

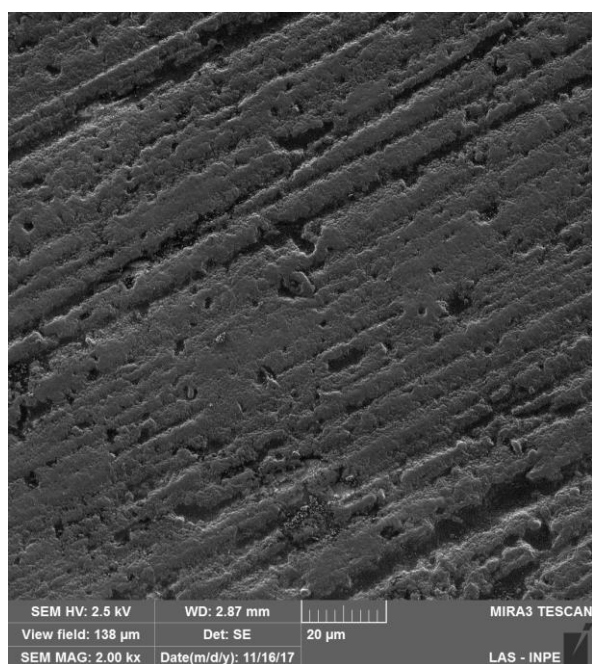
As micrografias do G1 da cerâmica Cercon, nos mostram o arrancamento de grãos característico do fenômeno de expansão volumétrica resultante de envelhecimento hidrotérmico (Figuras 38 a 42).

Figura 43- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



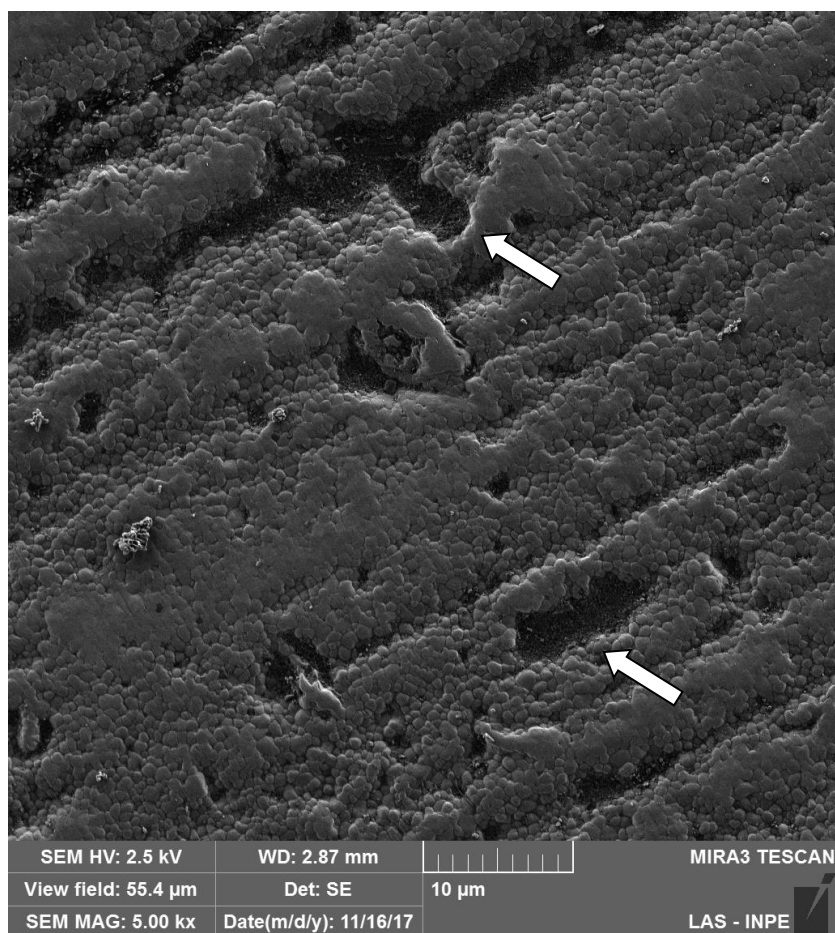
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 44- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



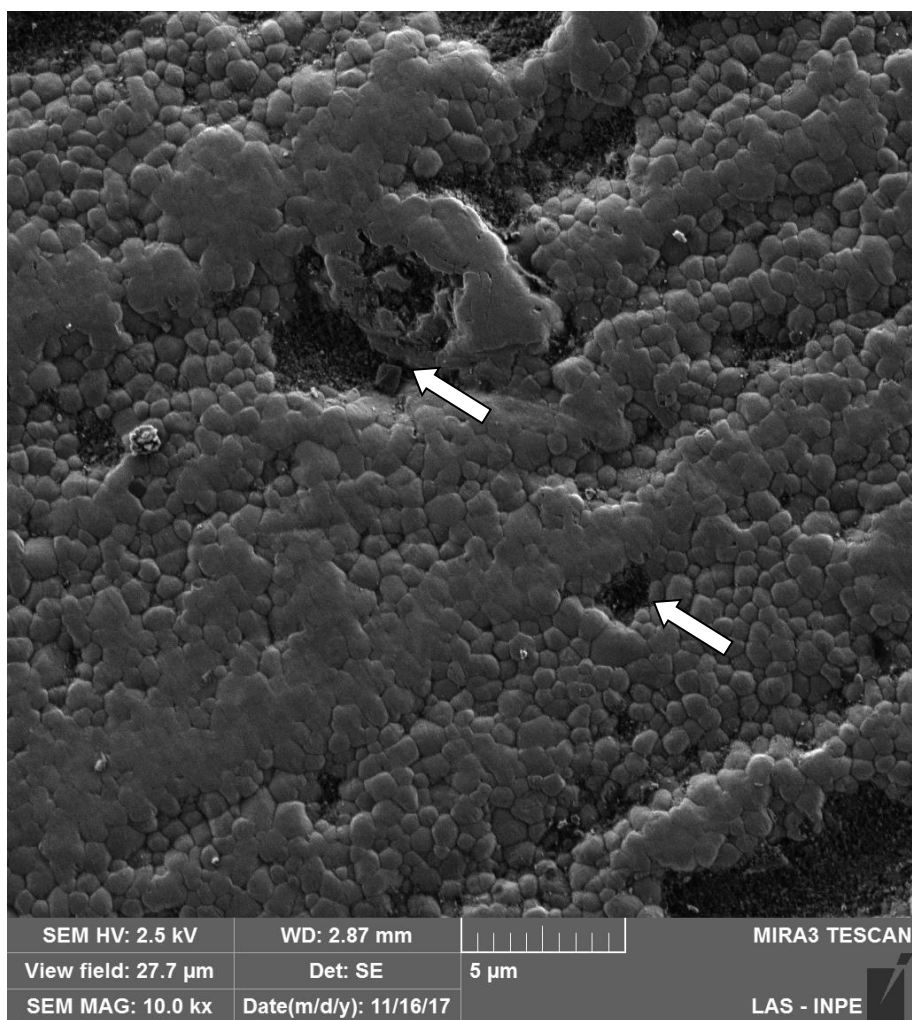
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 45- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



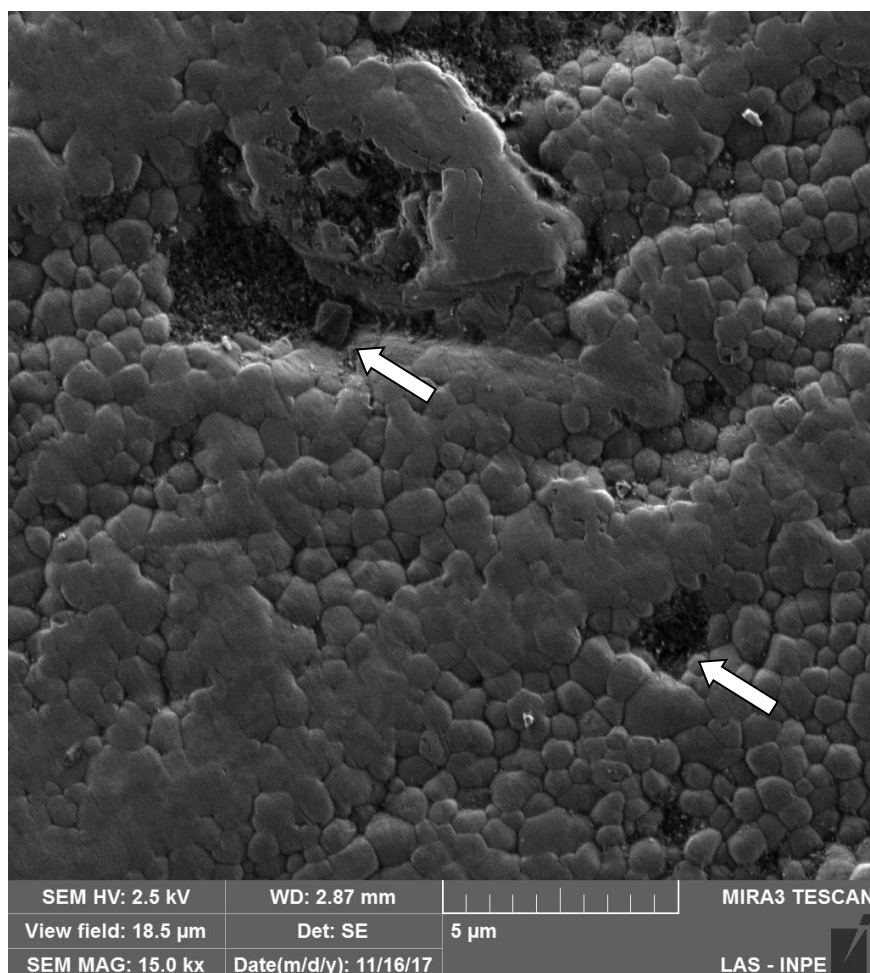
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 46- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

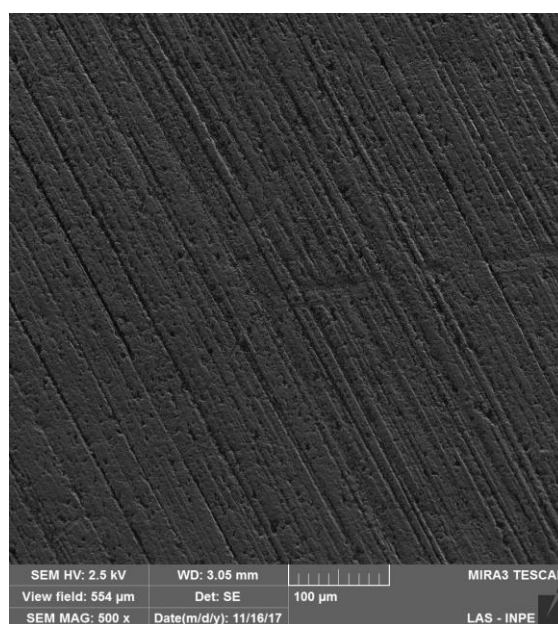
Figura 47- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

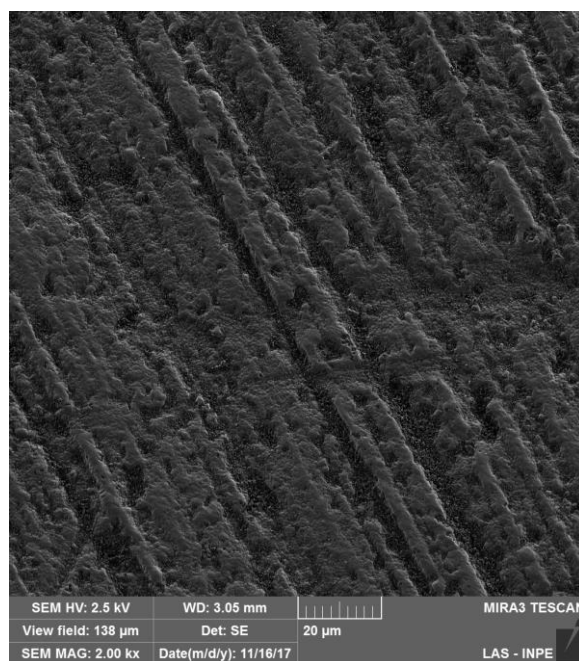
As figuras 43 a 47 representam o G2 da cerâmica Cercon, no qual as amostras foram submetidas a escovação simulada. Ainda em menor aumento, é possível observar a superfície porosa criada pela escovação, as setas nas imagens, mostram os espaços vazios criados pelo arrancamento de grãos, devido ao processo de escovação que gerou desgaste mecânico, criando tensões em volta dos grãos, que somada a presença de água, exacerba o processo de degradação (Kelly e Denry, 2008).

Figura 48- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



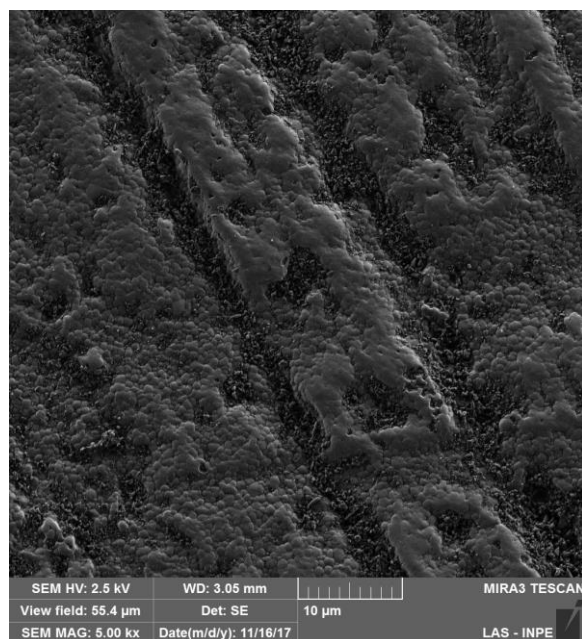
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 49- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



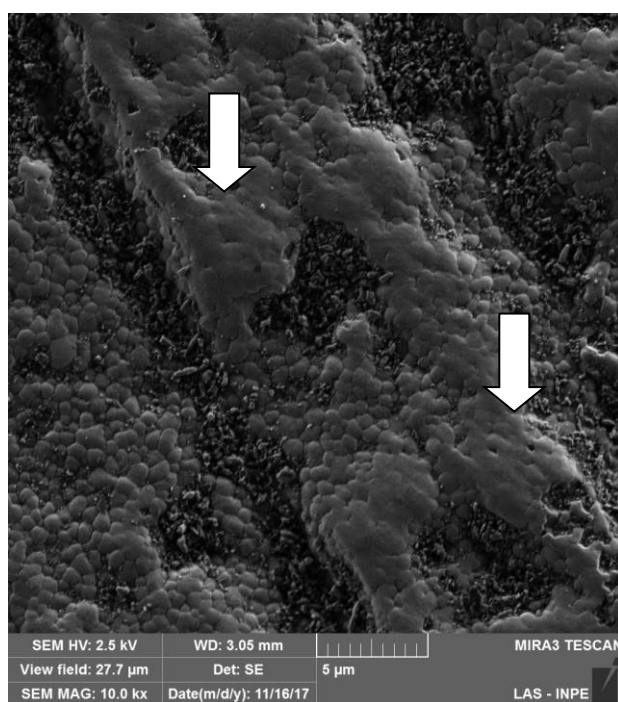
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 50- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



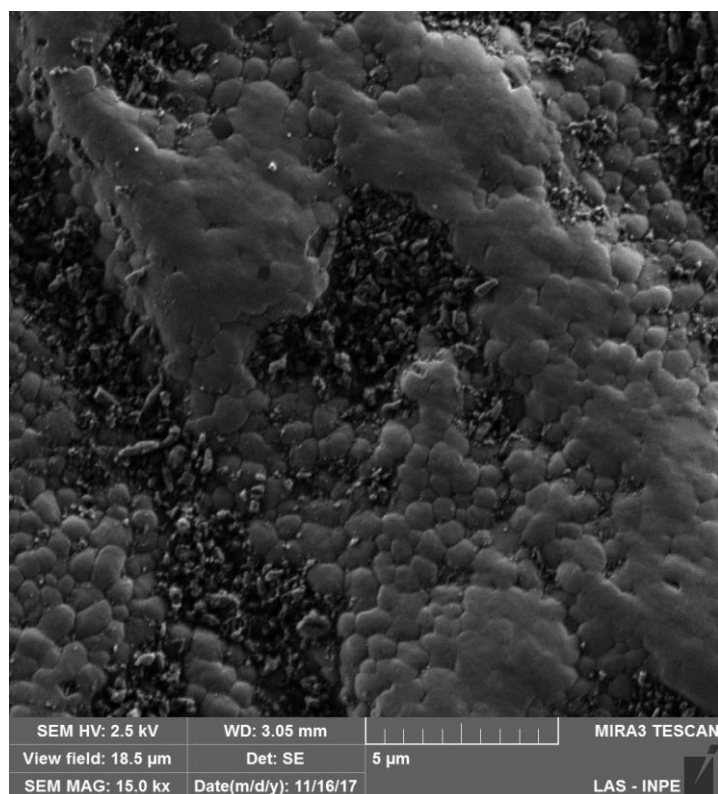
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 51- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 52- Micrografias da cerâmica Cercon do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas

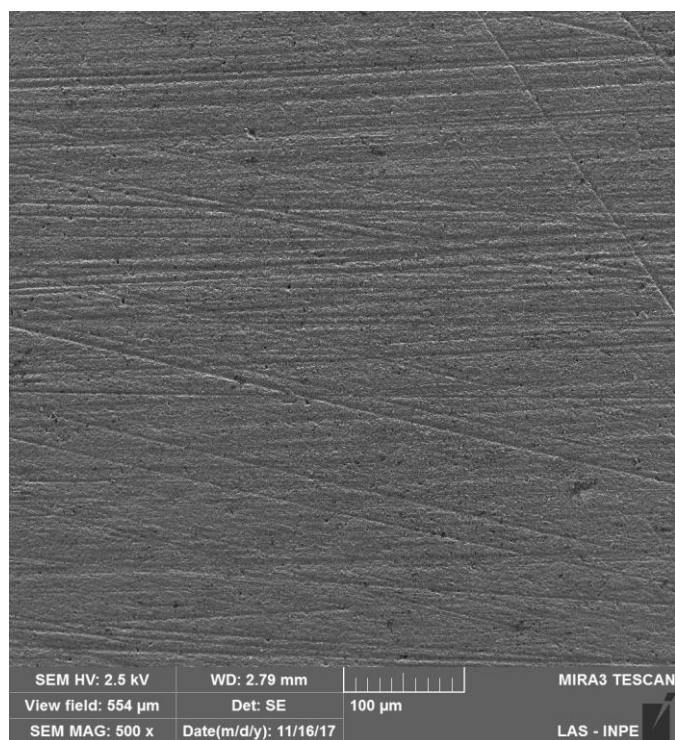


Fonte: Elaborado pelo autor.

A imagem 52, mostra em detalhes, as consequências geradas pela associação do tratamento hidrotérmico, com a escovação simulada, na qual resultou em retirada da camada superior de grãos que já estava fragilizada do envelhecimento hidrotérmico, criando o aspecto de superfície polida, apontada pelas setas na figura 51.

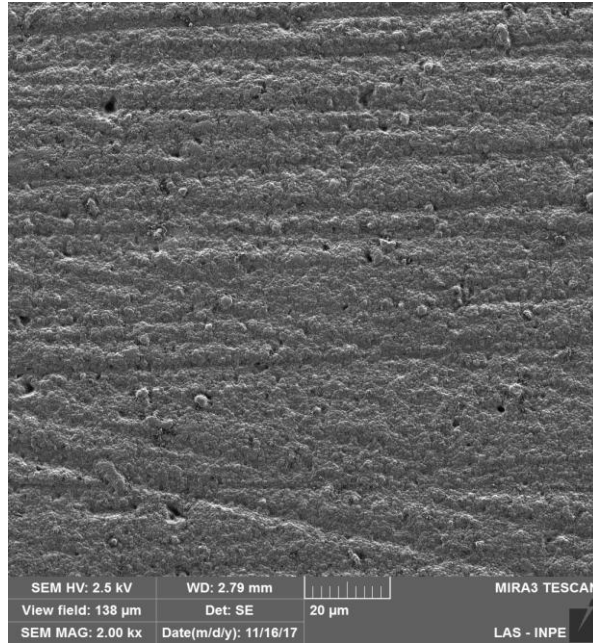
As figuras 53 a 57 representam o grupo controle das cerâmicas HT, que foram polidas e sinterizadas.

Figura 53- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



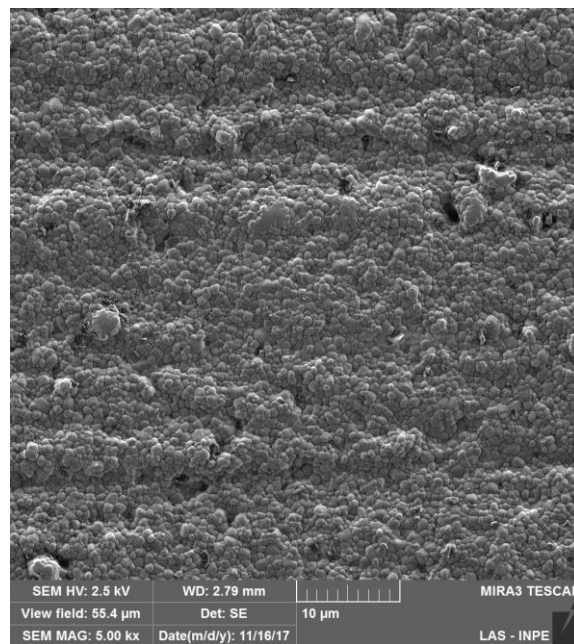
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 54- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



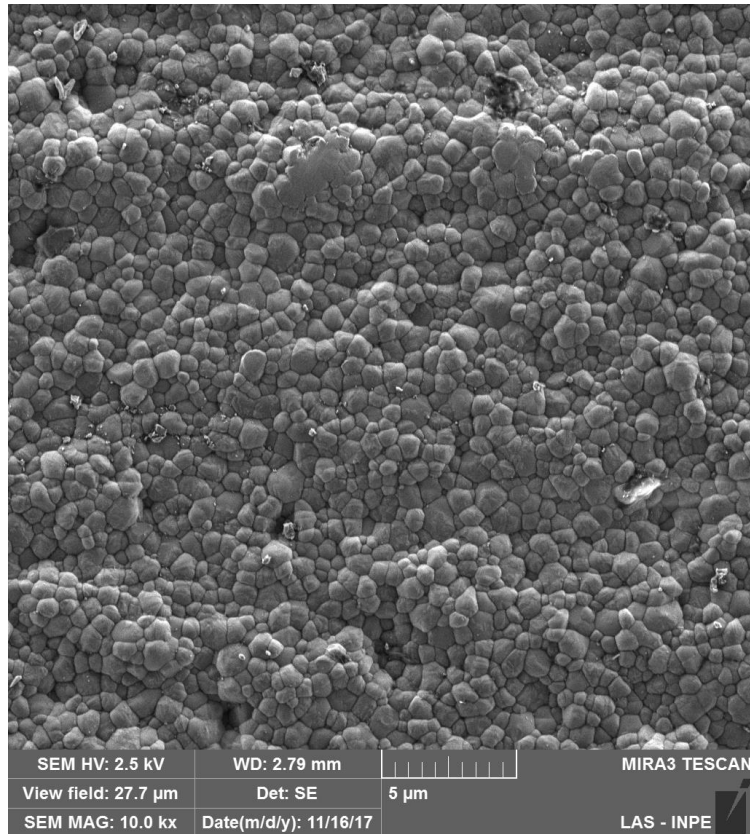
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 55- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



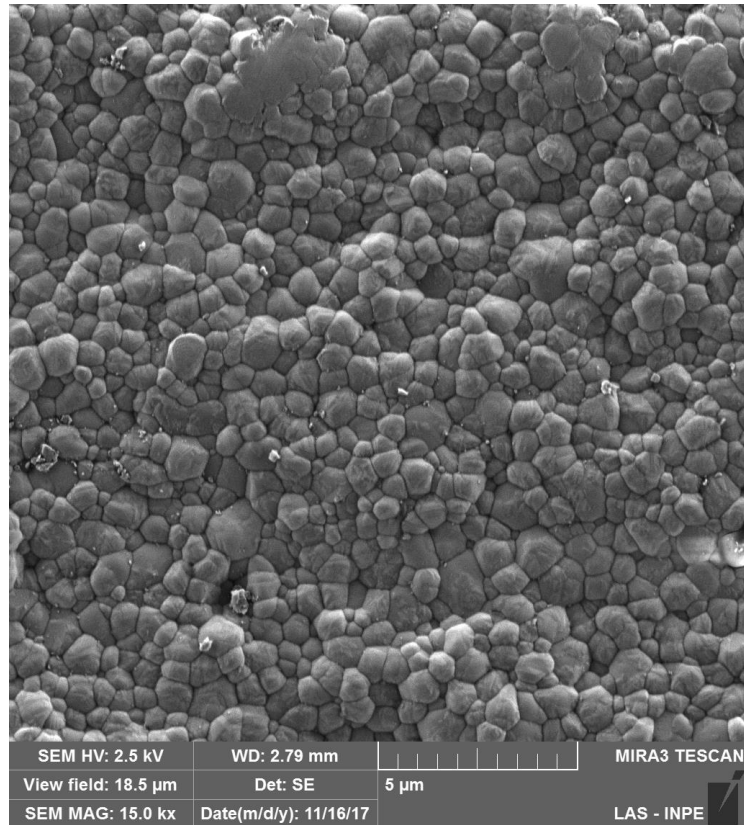
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 56- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



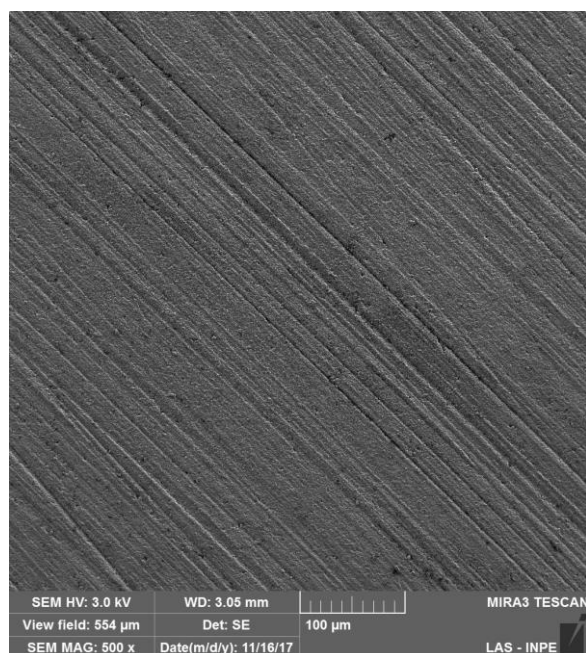
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 57- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo Controle (0) - apenas polida e sinterizada



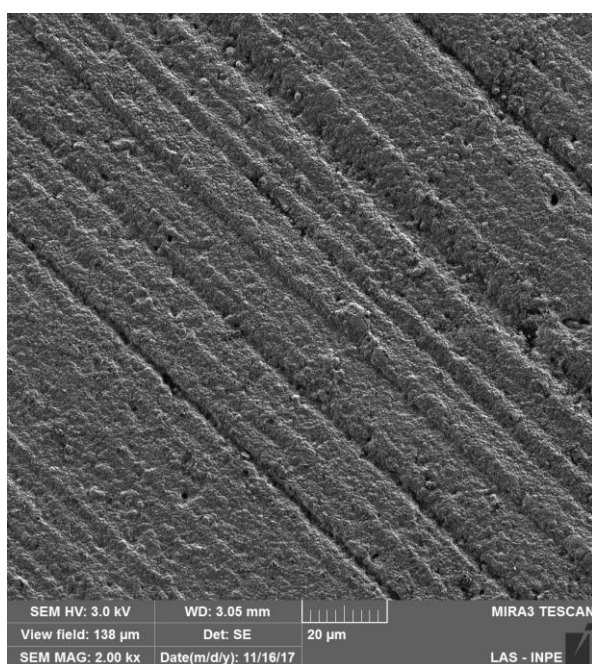
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 58- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



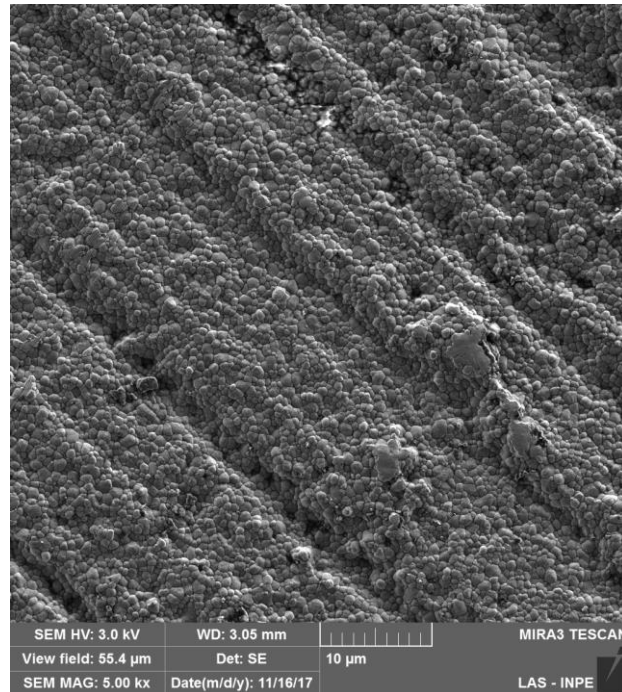
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 59- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



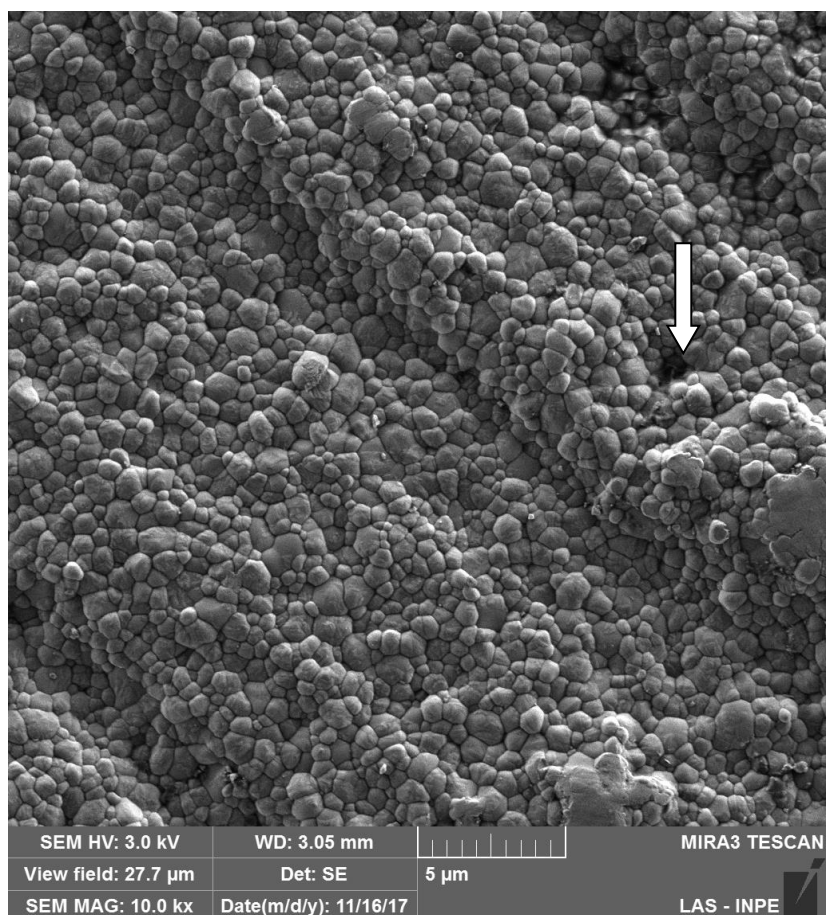
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 60- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

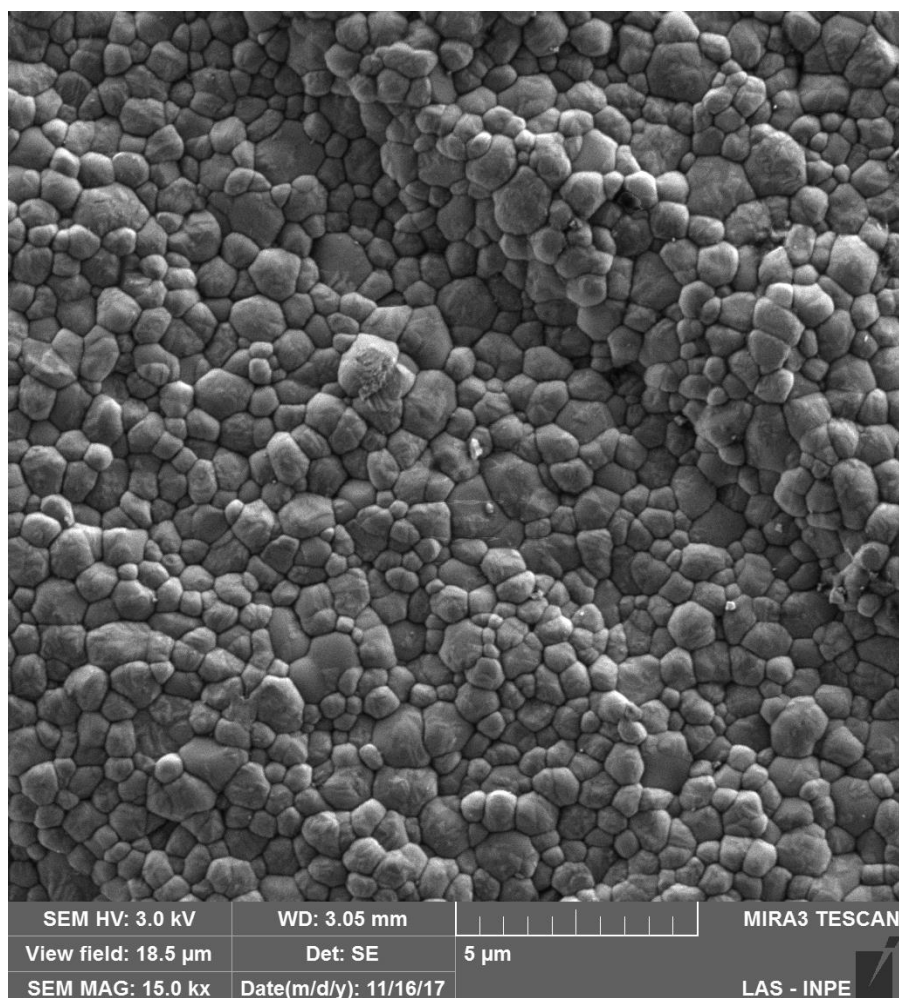
Figura 61- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

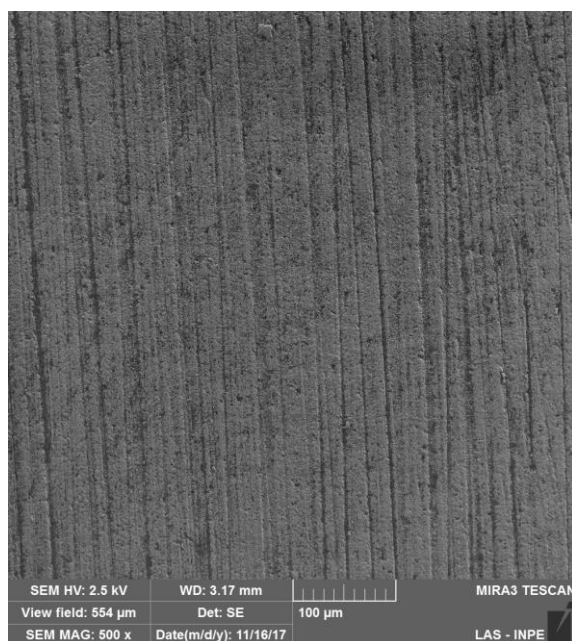
As figuras 58 a 62 mostram micrografias da cerâmica HT submetida apenas ao envelhecimento hidrotérmico, no qual assim como nos outros grupos, resultou em arrancamento de grãos como mostra a figura 61.

Figura 62- Micrografias da cerâmica Zircônia HT do Grupo (1) – Amostras envelhecidas por 6 horas



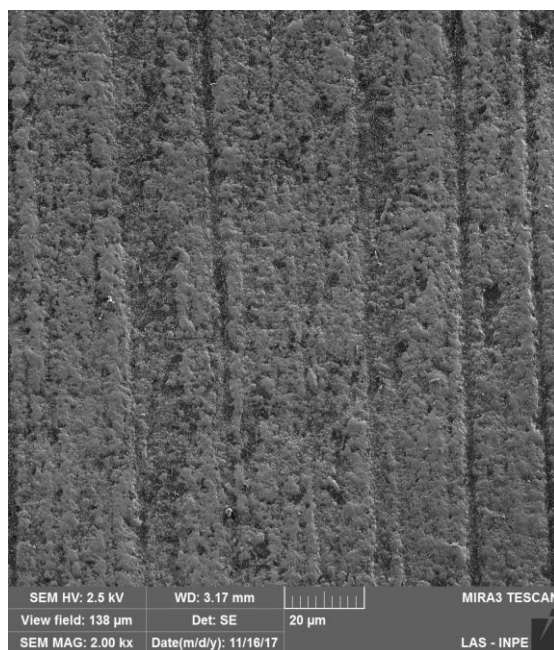
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 63- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



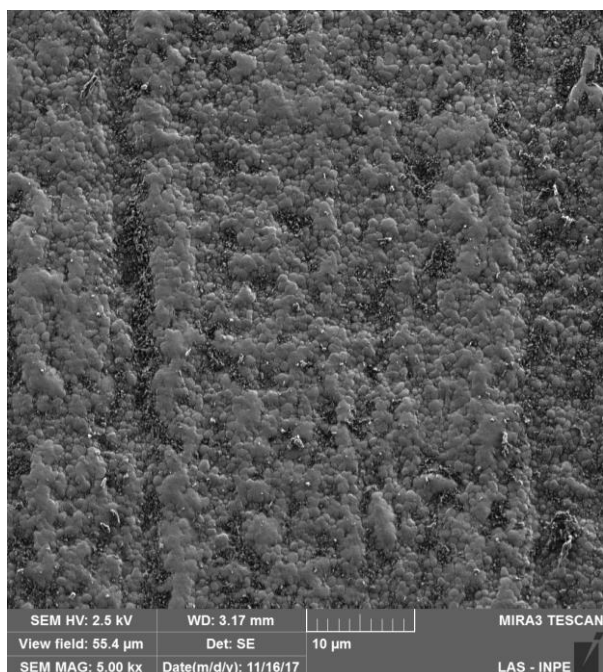
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 64- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



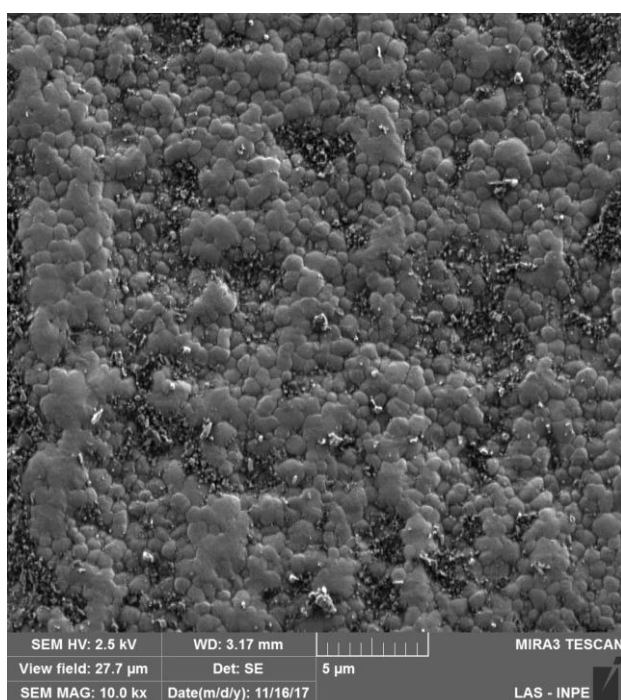
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 65- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



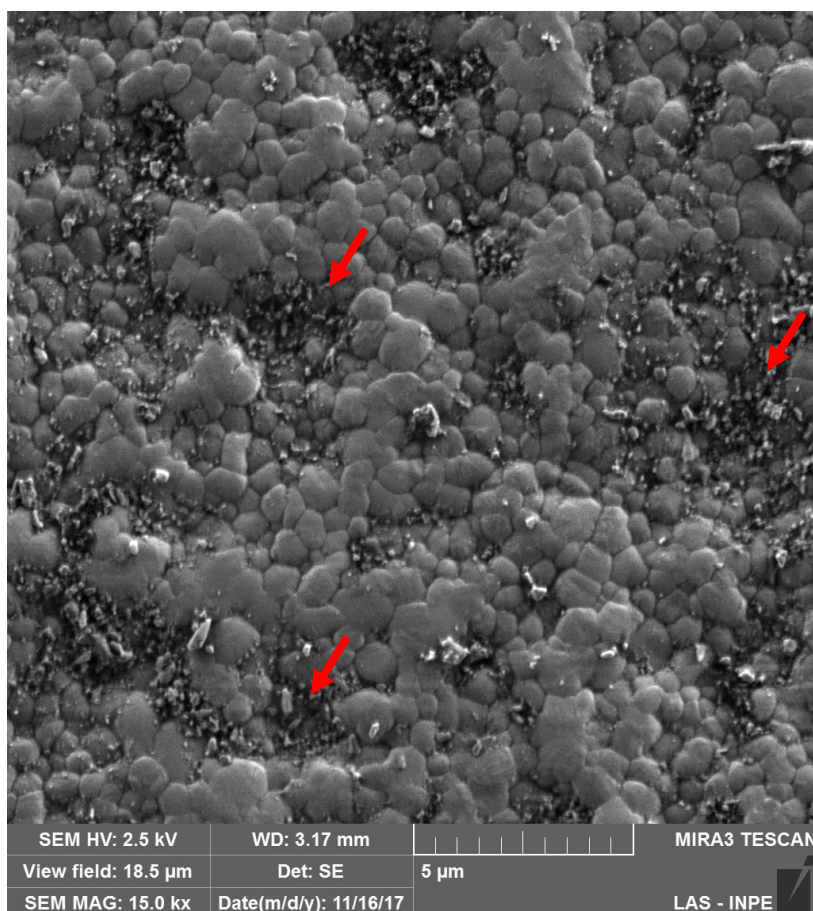
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 66- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

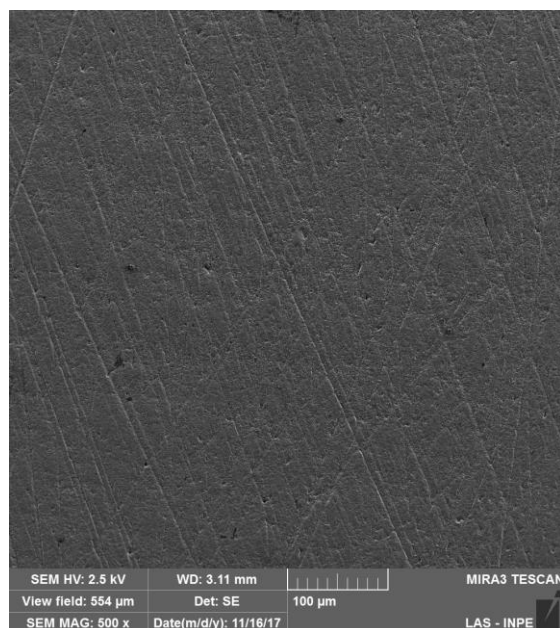
Figura 67- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (2) – Amostras submetidas apenas a escovação simulada



Fonte: Elaborado pelo autor.

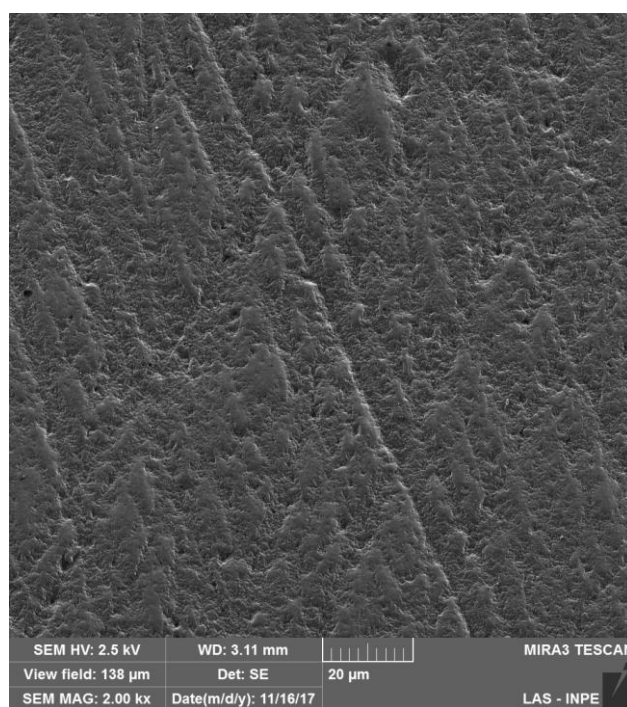
Nas micrografias das figuras 63 a 67, observamos novamente que, o procedimento de escovação simulada, foi capaz de promover o arrancamento dos grãos já comentado anteriormente. O que nos chama atenção na imagem 67 é o aspecto de resíduos de grãos destacados, nos espaços escurecidos evidenciados pelas setas. Acreditamos que durante o processo de aumento volumétrico dos grãos, os mesmos se destacaram em partes, deixando a estrutura incompleta, devido as tensões geradas em seus contornos.

Figura 68- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



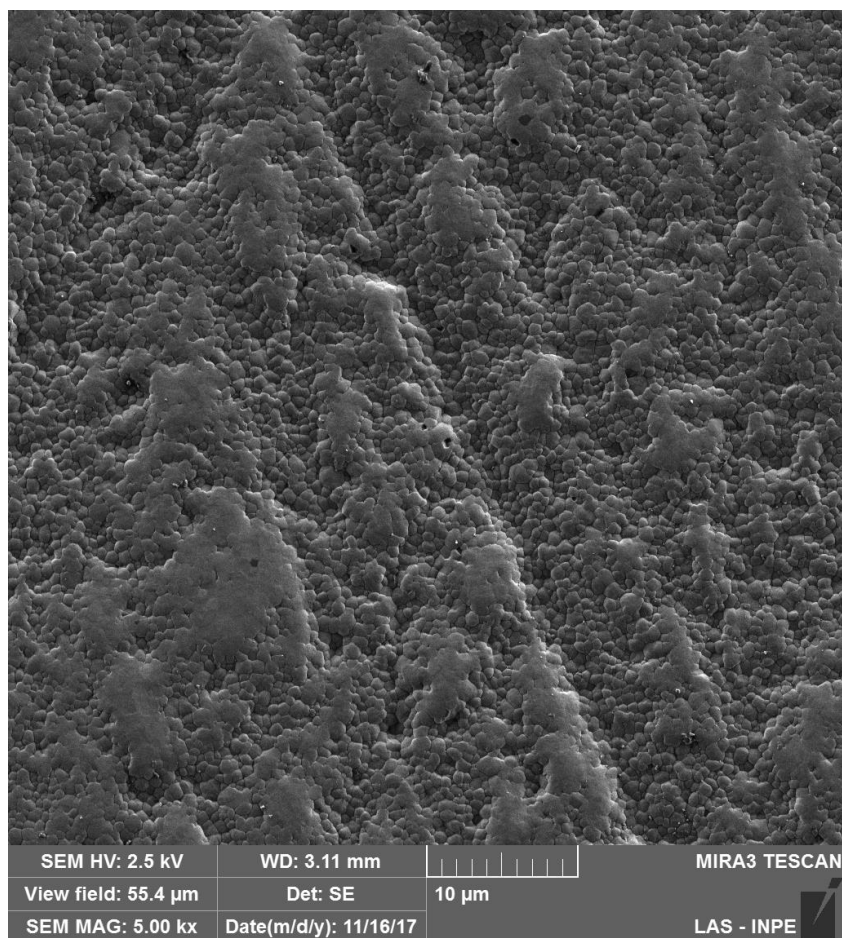
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 69- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



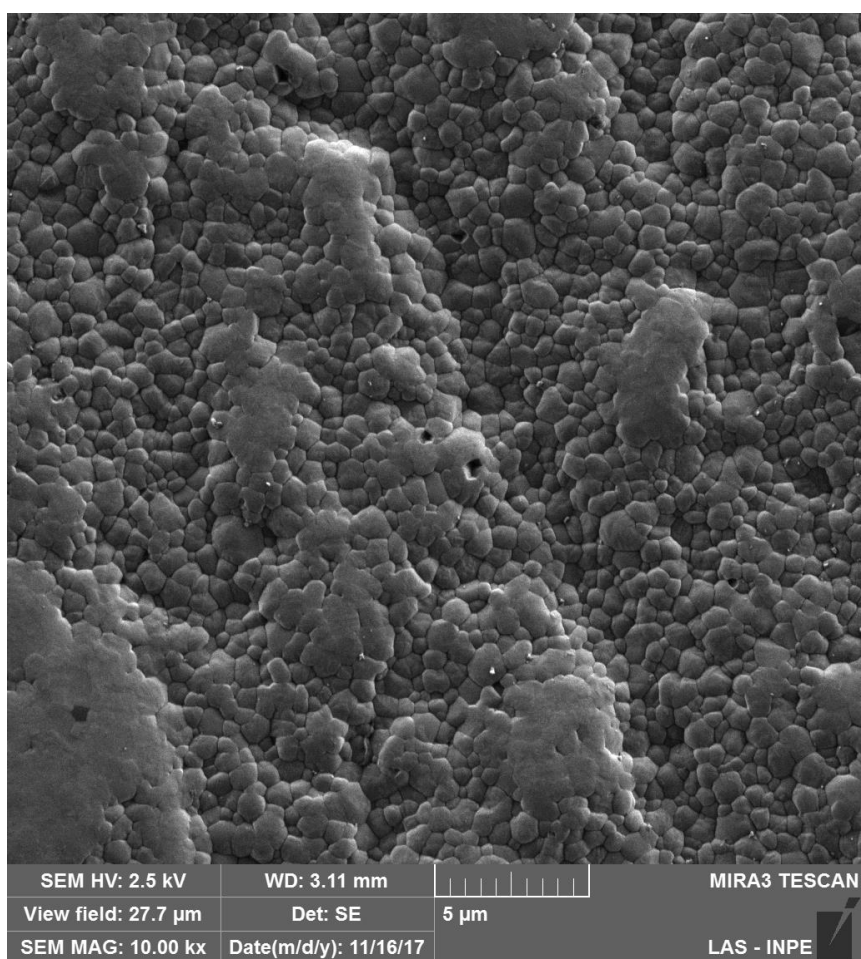
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 70- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



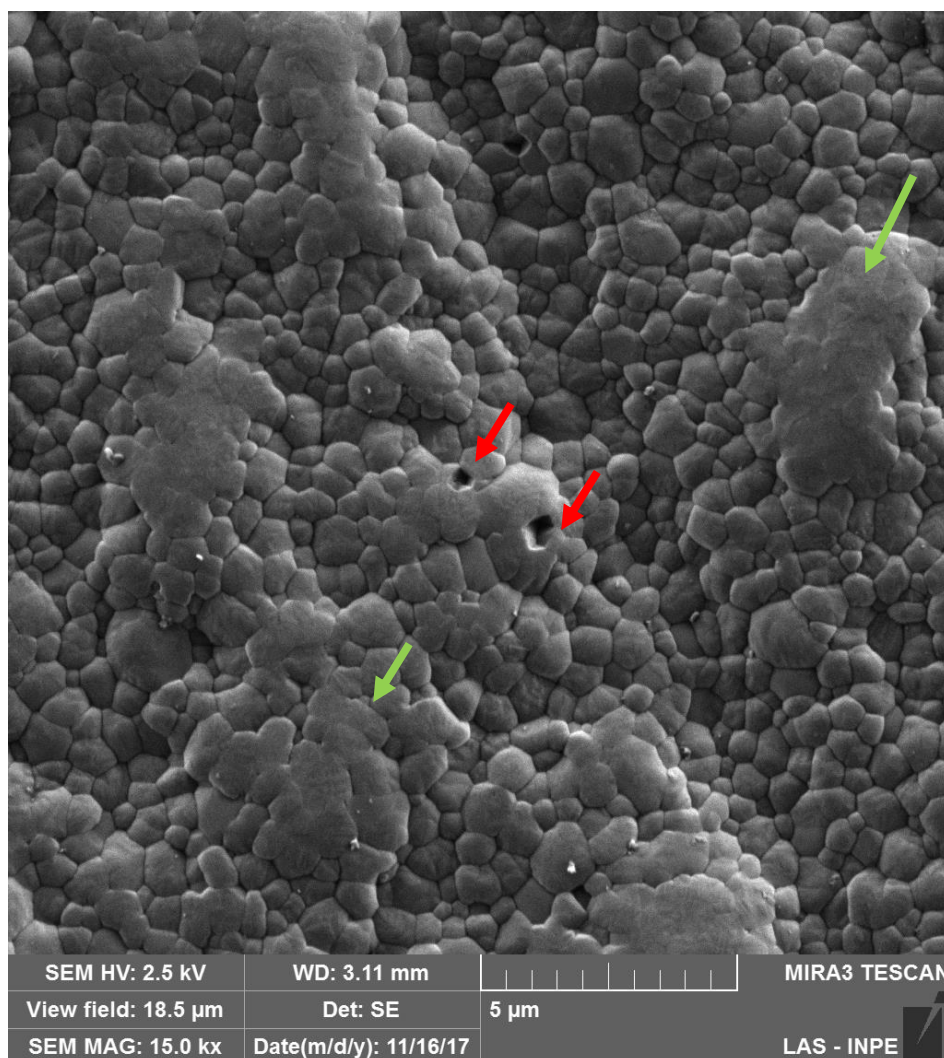
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 71- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 72- Micrografias da cerâmica HT do Grupo (3) – Amostras submetidas a escovação simulada e ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas



Fonte: Elaborado pelo autor

As setas em vermelho na figura 72, evidenciam o destacamento de grãos ocorrido com a zircônia HT, assim como nas demais cerâmicas estudadas.

Já as setas em verde, representam a revelação de grãos não formados, que passam a obter esse aspecto de “massa” devido a retirada da camada superficial fragilizada do envelhecimento hidrotérmico. Podemos dessa forma, confirmar a hipótese de que os tratamentos realizados nesse estudo, causam alterações nos grãos de zircônia, podendo comprometer a rugosidade superficial, levando a possível falha durante o uso.

Foi quantificado a fração de zircônia monoclinica de cada grupo estudado e analisados pelo Método de Rietveld, segundo metodologia descrita por (Arata *et al.*, 2014) e os resultados encontram-se nas tabelas abaixo.

Tabela 1 – Porcentagem de fase Rietveld para cerâmica YZ

		%FASE TETRAGONAL	% FASE MONOCLÍNICA	% FASE CÚBICA
YZ	CONTROLE	77,76	0	21,89
	G1	49,94	30,25	19,80
	G2	72,33	4,83	22,83
	G3	52,72	26,25	21,01

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 2 – Porcentagem de fase Rietveld para cerâmica CERCON

		%FASE TETRAGONAL	% FASE MONOCLÍNICA	% FASE CÚBICA
CERCON	CONTROLE	77,84	0	22,16
	G1	57,21	27,99	14,76
	G2	58,5	8,47	33,01
	G3	54,44	27,85	17,7

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 3 – Porcentagem de fase Rietveld para cerâmica HT/ZT

		%FASE TETRAGONAL	% FASE MONOCLÍNICA	% FASE CÚBICA
ZT	CONTROLE	75,41	0	24,58
	G1	46,04	26,53	27,42
	G2	45,31	24,62	30,06
	G3	55,16	26,33	18,49

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1 Análise Estatística

Os dados de resistência a flexão biaxial (MPa), foram submetidos a análise de variância de dois fatores: Tipo de cerâmica e Tratamento (Tabela 4).

Observou-se que tanto o fator tratamento, quanto a interação entre o tipo de cerâmica e o tratamento realizado, apresentaram significância ($p < 0,005$).

Tabela 4 – Análise de variância de 2 fatores para dados de resistência a flexão biaxial (MPa). G.L.=Grau de liberdade; S.Q.= Soma dos Quadrados; Q.M.= Quadrado Médio; P=Nível de significância

FONTE	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	P
<i>Tipo de cerâmica</i>	3	167134	83567	0,97	0,392
<i>Tratamento</i>	2	1752702	584234	6,81	<u>0,002</u>
<i>Tipo X Tratamento (CxT)</i>	6	6015182	1002530	11,69	<u>0,000</u>

Fonte: Elaborado pelo autor.

O teste de Tukey HSD, foi realizado para verificar a interação entre o tipo de cerâmica e o tipo de tratamento (CxT); os resultados encontram-se na tabela 5.

Tabela 5 – Resultado do teste de Tukey para valores de resistência à flexão biaxial (MPa)

CERÂMICA	TRATAMENTO							
	<u>CONTROLE</u>	D.P.	<u>G1</u>	D.P.	<u>G2</u>	D.P.	<u>G3</u>	D.P.
<u>YZ</u>	768,9 C,b	±152,8	2728,9 A,a	±318,8	1058,6 B,a	±652,7	1902,9 AB,a	±26,1
<u>CERCON</u>	1765,9 A,a	±105,5	1236,7 A,b	±310,3	1574,1 A,a	±72,5	1234,4 A,a	±415,7
<u>HT</u>	1479,4 A,ab	±196,5	1763,9 A,b	±190,2	1590,9 A,a	±200,3	1534,2 A,a	±79,1

Legenda: Letras maiúsculas distintas na linha e minúsculas na coluna, representam médias diferentes entre si, de acordo com teste de Tukey ($P < 0,05$).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com os dados obtidos na tabela 3, podemos concluir que, o tratamento, só foi significativo para a cerâmica do grupo YZ (comparação na linha).

Houve diferenças entre cerâmicas do grupo controle e no tratamento referente ao grupo 1.

Apesar de não haverem diferenças estatísticas para os grupos escovados ou envelhecidos e escovados, a análise por DRX nos mostrou haver diferenças entre os grupos, na transformação de fase tetragonal para monoclinica.

Essas diferenças podem estar relacionadas ao tamanho e homogeneidade dos grãos presentes nas amostras. Sabemos que a Y-TZP apresenta grãos mais uniformes quando comparados a cerâmica Cercon por exemplo (Turci, 2014).

O comportamento da zircônia é influenciado pelo tamanho, porcentagem de ítria e a densidade dos grãos, por esse motivo, estão intimamente relacionados aos diferentes valores de resistência a flexão biaxial. Com a modificação desses fatores,

percebemos a instabilidade dos grãos e conseqüentemente sua maior sensibilidade na transformação de fase tetragonal para monoclinica (Chevalier et al.,1999).

6 DISCUSSÃO

A zircônia parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) é utilizada devido a sua biocompatibilidade e alta tenacidade à fratura quando comparada a outros sistemas cerâmicos.

Na odontologia moderna, busca-se muito por estética, dessa forma, as zircônias têm sido utilizadas podendo em alguns casos, substituir o uso de metais principalmente em coroas monolíticas, em áreas de grande esforço mastigatório e como infraestruturas de próteses fixas e protocolos.

Quanto à característica de resistência a Y-TZP apresenta o mecanismo de transformação de fase frente à presença de trincas. No início de uma trinca os grãos de fase tetragonal se transformam em fase monoclinica levando ao aumento em 5% do volume inicial do grão gerando a compressão da trinca dificultando a sua propagação.

Problemas quanto a degradação precoce da Y-TZP em ambiente úmido em temperatura ambiente foram relatados inicialmente em prótese de fêmur e baseados nestes resultados têm sido estudados na Y-TZP de utilização odontológica.

O efeito do envelhecimento hidrotérmico da zircônia tem sido muito detalhado na literatura, porém foi identificado a falta de informações a respeito dos efeitos relacionados a simulação da escovação dental. Dessa forma, esse trabalho identifica, o momento inicial da transformação de fase de diferentes zircônias submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e avalia os efeitos gerados nesses materiais, quando submetidos a ciclagem de escovação.

Na cavidade bucal, os materiais restauradores estão sujeitos a ação de diversos agentes que podem alterar a qualidade de sua superfície (Heintze e Forjanic, 2005), o que faz da resistência ao desgaste uma propriedade importante.

Para avaliar a resistência ao desgaste das zircônias estudadas e a possível transformação de fase, optou-se por reproduzir através de uma máquina de escovação, condições semelhantes às que ocorrem em ambiente bucal (Amaral et al., 2006).

Após a realização dos tratamentos propostos, as amostras foram analisadas de diferentes formas, para a compreensão das possíveis alterações geradas nas

mesmas. Essas análises geraram resultados que serão discutidos em tópicos separados para melhor entendimento.

6.1 Envelhecimento Hidrotérmico

De acordo com (Chevalier et al., 2011), a técnica de DRX é sensível iniciando-se em 5% de concentração de fase. O pico $-(-111)m$ característico de fase monoclinica, não foi observado nos grupos controle, porém foi observado nos grupos envelhecidos por 6 horas e nos grupos submetidos a escovação simulada.

Devido ao fato da transformação de fase ser heterogênea, ocorrendo de uma forma não organizada sob a amostra, conseguimos perceber que mesmo em pequena intensidade, houve crescimento dos picos de fase monoclinica com o aumento do tempo de envelhecimento.

A análise em MEV demonstrou o arrancamento de grãos, processo também observado por Chevalier (2007) em prótese de fêmur (Figura 28).

A Figura 16, mostra ranhuras provenientes do polimento com lixas d'Água de granulação 1200, fato que (Deville et al., 2006), analisaram se esse tipo de acabamento de superfície influenciaria na tensão residual e na sensibilidade ao envelhecimento das zircônias. Concluíram que um polimento superficial de compressão como o realizado em prótese de uso odontológico, produzem uma compressão benéfica a resistência a envelhecimento. Por esse ato, optou-se por realizar o polimento pré sinterização, para analisar realmente o processo de envelhecimento e de escovação, sem adição de mais vieses.

As imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura, mostraram destacamento de grãos e dificuldade de visualização de seus contornos, esses resultados estão de acordo com os resultados de degradação observados (Figura 67).

Com o crescimento em volume dos grãos devido a transformação de fase t-m, forças compressivas atuam no destacamento dos mesmos, trincamento e subdivisão na superfície.

Esse processo poderia se dar devido ao fato de que na micrografia do grupo controle, observamos que não há espaço para o crescimento dos grãos, porém com o envelhecimento, houve o aumento dos grãos e as imagens nos sugerem que ocorreu um processo agressivo de “expulsão” de grãos, o que justifica as lacunas presentes nas imagens sinalizadas pelas setas.

O método de quantificação de Reitveld, utiliza a área integrada de todo o difractograma e pode alcançar a fração máxima de fase monoclinica. Foi observado a presença de fase cubica, mostrando a exata precisão do método de refinamento.

Chevalier et al., (2004), concluíram que em nenhum dos experimentos de seu grupo foi atingido a porcentagem de 100% de fase monoclinica, mesmo em tempos prolongados de envelhecimento, os autores observaram que quanto maior a porção de fase cúbica presente no material, maior será a taxa de nucleação de fase transformada.

O fato de termos fase cubica no grupo YZ envelhecido por 6 horas, justifica-se, pois essa fase sempre se mantém estável durante o envelhecimento.

De acordo as porcentagens de fases cristalinas expostas na tabela 1, referente ao grupo de cerâmicas YZ, podemos observar que, a realização apenas do envelhecimento hidrotérmico, gerou maior transformação de fase tetragonal para monoclinica, quando comparamos com a realização somente da escovação simulada.

Porém quando esses tratamentos são associados, a transformação de fase, aproxima-se muito do valor encontrado para o grupo apenas envelhecido, evidenciando então o fato de que, a escovação simulada contribui para a alteração morfológica da zircônia, aumentando a degradação superficial desse material, podendo gerar menor resistência (Tabela 1).

A tabela 2 mostra as porcentagens de fase da cerâmica CERCON, e é possível observar que as porcentagens de fase tetragonal, tanto para o grupo somente envelhecido hidrotérmicamente, quanto para o grupo escovado, obtiveram valores muito aproximados, porém o G1 gerou maior formação de fase monoclinica que o G2. E quando esses tratamentos foram associados, a porcentagem de fase monoclinica foi muito próxima do valor obtido no envelhecimento. Dessa forma, concluímos que, para a cerâmica CERCON, somente a realização do envelhecimento hidrotérmico (grupo G2) é capaz de gerar maior quantidade de

transformação de fase tetragonal para monoclínica. Já para a Zircônia Translúcida representada na tabela 3, observamos que os grupos G1, G2 e G3 obtiveram valores de fase monoclínica muito semelhantes, levando a conclusão de que essa cerâmica, foi mais susceptível a transformação de fase cristalina, quando comparada as outras cerâmicas estudadas. A realização da escovação simulada nas amostras desse grupo, foi capaz de gerar grande transformação de fase tetragonal para monoclínica.

6.2 Escovação Simulada

A busca por materiais restauradores estéticos é cada vez maior, porém, eles apresentam limitações relacionadas a suas propriedades, que podem limitar sua utilização na cavidade bucal.

As zircônias por apresentarem alto conteúdo cristalino, proporcionam grande resistência, porém devido ao fato de não possuírem conteúdo vítreo, são opacas. Pensando nisso, uma nova geração de zircônias que ainda com grande resistência, oferecem graus de translucidez ao material, conhecidas como zircônias translúcidas.

Sabemos que procedimentos clínicos como ajustes oclusais, procedimentos abrasivos e até mesmo a escovação diária, podem causar degradação na cerâmica e alterações em sua superfície, tornando-as mais rugosas e suscetíveis a fraturas.

Sabe-se também que a escovação dentária traz benefícios a saúde bucal, reduzindo a incidência de cáries e problemas periodontais. Porém pode causar desgaste nas superfícies pelo atrito desenvolvido no processo. (Goldstein, Lerner, 1991; Hossain *et al.*, 2006).

A rugosidade superficial pode influenciar nas propriedades estéticas da restauração, porém não é o objetivo do presente estudo avaliar rugosidade e sim a alteração de fase cristalina das zircônias quando submetidas a ciclagem de escovação simulada e as consequências geradas em sua resistência.

A quantidade de ciclos varia muito entre os estudos que simulam a escovação, porém optamos por simular 72.000 ciclos, o que corresponde em média a 7 anos de escovação segundo (Miller.,1907) e pressão aplicada de 200 g (Garcia

et al., 2004). A escova utilizada foi (Sanifil Ultra Profissional n 39 -intensidade média).

Observando os difractogramas dos grupos CZ e YZ apenas submetidos a escovação simulada, em ambos houve formação de um pico característico de fase monoclinica aos 28° de baixa intensidade (Figuras 11 e 13).

Já no difractograma do grupo HT representado na figura 15, observamos que, além de formar o pico característico de fase monoclinica aos 28° , houve também, com o passar do tempo, novas formações de picos característicos, sendo assim, já podemos adiantar, que para esse grupo, a quantidade de fase monoclinica sera conseqüentemente maior.

Quando as zircônias CZ e YZ são previamente submetidas ao envelhecimento hidrotérmico por 6 horas, notamos que há formação de um pico característico de fase monoclinica aos 28° de grande intensidade e com o passar do tempo novas formações, em $31,2^\circ$, picos importantes para quantificação da porcentagem de fases cristalinas, caracterizando a transformação de fase (Figuras 12 e 14).

Esses resultados estão em acordo com os estudos referentes ao contato da zircônia com a água, favorecendo a transformação de fase.

De acordo com Castkova et al. (2004), esse mecanismo é baseado na interação entre a zircônia e a água, levando a formação de ligação entre íons Zr-OH. Os íons OH por sua vez, ocupam o lugar do oxigênio, gerando estresse, que se propaga e aparecem então as micro e macro trincas, dessa forma, a transformação de fase, ultrapassa os limites dos grãos, indo em direção ao seu centro, aumentando a profundidade de degradação. Outro mecanismo ainda mencionado, refere-se ao estresse causado pelo vapor d'água, causando expansão volumétrica, levando a degradação dos grãos de zircônia e conseqüentemente a alteração de fase T-M.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- a) As análises em DRX, foram fundamentais para a identificação de alteração de fase das zircônias estudadas.
- b) Os difractogramas de DR-X nos mostraram que o procedimento de escovação simulada foi capaz de gerar transformação de fase nas cerâmicas, principalmente para o grupo da zircônia translúcida.
- c) A associação do envelhecimento hidrotérmico e da escovação simulada, gerou maior transformação de fase, quando comparado apenas a escovação.
- d) As micrografias dos grupos de zircônias estudadas, confirmaram o comportamento já descrito na literatura, a respeito da alteração sofrida pelos grãos, devido ao processo de arrancamento quando submetidos a procedimentos de desgaste hidrotérmico.
- e) As imagens de MEV mostraram o destacamento de grãos, devido a abrasão da escovação, podendo gerar alterações na rugosidade superficial e falha do material a longo prazo.
- f) Apesar de não haverem diferenças estatísticas significativas para os grupos escovados ou envelhecidos e escovados, os difractogramas foram suficientemente capazes de comprovar a mudança de fase existente nesses grupos.
- g) O cálculo de porcentagem de transformação de fase tetragonal para monoclina através do método de Rietved, mostrou que a cerâmica translúcida HT, sofreu a maior transformação de fase quando submetida apenas a escovação simulada, quando comparada as outras cerâmicas.

REFERÊNCIAS

- Abrahamsson I, Berglundh T, Lantz PO, Lindhe J. The mucosal attachment at different abutments. *J Clin Periodontol*. 1998;25(9):721-7.
- Adatia ND, Bayne SC, Cooper LF, Thompson JY. Fracture resistance of yttrium-stabilized zirconia dental implant abutments. *J Prosthodont*. 2009;18(1):17-22.
- Amaral CM, Rodrigues JA, Erhardt MC, Araujo MW, Marchi GM, Heymann HO, et al. Effect of whitening dentifrices on the superficial roughness of esthetic restorative materials. *J Esthet Restor Dent*. 2006;18(2):102-8; discussion 9.
- Arata A, Campos TM, Machado JP, Lazar DR, Ussui V, Lima NB, et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: a critical evaluation. *J Dent*. 2014;42(11):1487-94.
- Bachhav VC, Aras MA. Zirconia-based fixed partial dentures: a clinical review. *Quintessence Int*. 2011;42(2):173-82.
- Baldassarri M, Stappert CF, Wolff MS, Thompson VP, Zhang Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater*. 2012;28(8):873-9.
- Borba M, de Araújo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011;27(7):710-21.
- Bull WH, Callender RM, Pugh BR, Wood GD. The abrasion and cleaning properties of dentifrices. *Br Dent J*. 1968;125(8):331-7.
- Calles B, Stephani Y. Mechanical properties and surface analysis of retrieved zirconia hip joint heads after an implantation time of two to three years. *J Mater Sci Mater Med*. 1994;5(6):376-80.
- Candido L, Fais L, Reis J, Pinelli L. Surface roughness and hardness of yttrium-stabilized zirconia Y-TZP after 10 years of simulated brushing. *Rev Odontol UNESP*. 2014;43(6):379-83.
- Castkova K., Hadraba, J. Cihlar Hydrothermal aging of tetragonal zirconia ceramics *Ceram- Silikaty*, 48 (2004), pp. 85-92.
- Cotes, C. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO₂-based dental ceramic. *Dent Mater*, v. 30, n. 12, p. e396-404, Dec 2014. ISSN 1879-0097.
- Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006;27(4):535-43.
- Chevalier J, Calles B, Drouin JM. Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1999;82:2150-4.

Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res*. 2007;37:1–32.

Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*. 2004;25(24):5539-45.

Chevalier J, Loh J, Gremillard L, Meille S, Adolfson E. Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomater*. 2011;7(7):2986-93.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007;98(5):389-404.

De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*. 2002;23(3):937-45.

De Gee AJ, ten Harkel-Hagenaar HC, Davidson CL. Structural and physical factors affecting the brush wear of dental composites. *J Dent*. 1985;13(1):60-70.

Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72(2):239-45.

Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials*. 2006;27(10):2186-92.

Flinn, B. D. Effect of hydrothermal degradation on three types of zirconias for dental application. *J Prosthet Dent*, v. 112, n. 6, p. 1377-84, Dec 2014. ISSN 10976841.

Garcia FC, Wang L, D'Alpino PH, Souza JB, Araújo PA, Mondelli RF. Evaluation of the roughness and mass loss of the flowable composites after simulated toothbrushing abrasion. *Braz Oral Res*. 2004;18(2):156-61.

Garvie RC, Hannink RHJ, Pascoe RT. Ceramic steel. *Nature*. 1975;258(5537):704.

Goldstein GR, Lerner T. The effect of toothbrushing on a hybrid composite resin. *J Prosthet Dent*. 1991;66(4):498-500.

Gomes AL, Montero J. Zirconia implant abutments: a review. *Med Patol Oral Cir Bucal*. 2011;16(1):e50-5.

Grant KL, Rawlings RD, Sweeney R. Effect of HIPping, stress and surface finish on the environmental degradation of Y-TZP ceramics. *J Mater Sci Mater Med*. 2001;12(6):557-64.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials: part II: zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004;20(5):449–56.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent.* 2002;88(1):4-9.

Heintze SD, Forjanic M, Ohmiti K, Rousson V. Surface deterioration of dental materials after simulated toothbrushing in relation to brushing time and load. *Dent Mater.* 2010;26(4):306-19.

Heintze SD, Forjanic M. Surface roughness of different dental materials before and after simulated toothbrushing in vitro. *Oper Dent.* 2005;30(5):617-26.

Hossain A, Okawa S, Miyakawa O. Effect of toothbrushing on titanium surface: an approach to understanding surface properties of brushed titanium. *Dent Mater.* 2006;22(4):346-52.

Johnson W. A. and R. F. Mehl, "Reaction Kinetics in Processes of Nucleation and Growth," *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, Vol. 135, 1939, pp. 416-442.

Kanter J, Koski RE, Martin D. The relationship of weight loss to surface roughness of composite resins from simulated toothbrushing. *J Prosthet Dent.* 1982;47(5):505-13.

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

Kim DJ, Lee MH, Lee DY, Han JS. Mechanical properties, phase stability, and biocompatibility of Y, Nb-TZP/Al₂O₃ composite abutments for dental implant. *J Biomed Mater Res.* 2000;53(4):438-43.

Klimke J, Trunec M, Krell A. Transparent tetragonal yttria-stabilized zirconia ceramics: influence of scattering caused by birefringence. *J Am Ceram Soc.* 2011; 94(6): 1850–8.

Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂–Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ionics.* 1981;3(4):489–95.

Kolbeck C, Behr M, Rosentritt M, Handel G. Fracture force of tooth–tooth- and implant tooth-supported all-ceramic fixed partial dentures using titanium vs customised zirconia implant abutments. *Clin Oral Implants Res.* 2008;19(10):1049-53.

Kollar A, Huber S, Mericske E, Mericske-Stern R. Zirconia for teeth and implants: a case report. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2008;28(5):479-87.

Krell A, Klimke J, Hutzler T. Transparent compact ceramics: inherent physical issues. *Opt Mater (Amst).* 2009; 31(8): 1144–50.

Larsson C, Holm L, Lövgren N, Kokubo Y, Vult von Steyern P. Fracture strength of four-unit Y-TZP FPD cores designed with varying connector diameter: an in-vitro study. *J Oral Rehabil.* 2007;34(9):702-9.

Lilley E. Review of low temperature degradation in y-tzps. In: Tressler RE, McNallan M. *Corrosion and corrosive degradation of ceramics.* Ohio: American Ceramic Society; 1990. p. 387-406.

Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater.* 2010;26(8):807-20.

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007;35(11):819-26.

McLaren EA, White SN. Survival of in-ceram crowns in a private practice: a prospective clinical trial. *J Prosthet Dent.* 2000;83(2):216-22.

Meira JB, Reis BR, Tanaka CB, Ballester RY, Cesar PF, Versluis A, et al. Residual stresses in Y-TZP crowns due to changes in the thermal contraction coefficient of veneers. *Dent Mater.* 2013;29(5):594-60.

Miller WD Experiments and observations on the wasting of tooth tissue variously designated as erosion, abrasion, chemical abrasion, denudation, etc *Dent Cosmos,* XLIX (1):1-23;XLIX(2):109-124; XLIX(3) (1907), pp. 225-247.

Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. *Int J Prosthodont.* 1994;7(6):549-53.

Ozcan, M. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dent Mater,* v. 23, n. 10, p. 1276-82, Oct 2007. ISSN 0109-5641.

Park SW, Driscoll CF, Romberg EE, Siegel S, Thompson G. Ceramic implant abutments: Cutting efficiency and resultant surface finish by diamond rotary cutting instruments. *J Prosthet Dent.* 2006;95(6):444-9.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999;20(1):125.

Pittayachawan, P. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater,* v. 23, n. 8, p. 1018-29, Aug 2007. ISSN 0109-5641.

Prestipino V, Ingber A. Esthetic high strength implant abutments: part I. *J Esthet Dent.* 1993;5(1):29-36.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004;92(6):557-62.

Raigrodski AJ. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent,* v. 107, n. 3, p. 170-7, Mar 2012. ISSN 1097-6841

Ritter JE. Predicting lifetimes of materials and material structures. *Dent Mater.* 1995;11(2):142-6.

Róman-Rodríguez J, Roig-Valocha A, Fons-Font A, Granell-Ruiz M, Solá-Ruiz M, Bruguera-Álvarez A. Full Maxillary rehabilitation with an all-ceramic system. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2010;15(3):e523-5.

Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res.* 2007;18 Suppl 3:86-96.

Sato T, Shimada M. Crystalline phase change in yttria-partially-stabilized zirconia by low-temperature annealing. *J Am Ceram S.* 1984;67:C212–C213. doi: 10.1111/j.1151-2916.1984.tb19668.x

Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc.* 1985;68(6):356-9.

Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Wear and surface roughness of current prosthetic composites after toothbrush/dentifrice abrasion. *J Prosthet Dent.* 2000;84(1):93-7.

Thompson I, Rawlings RD. Mechanical behaviour of zirconia and zirconia-toughened alumina in a simulated body environment. *Biomaterials.* 1990;11(7):505-8.

Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic- tetragonal ZrO₂ system. *J Am Ceram Soc.* 1984;67:C199-21.

Tjan AH, Sarkissian R. Effect of preparation finish on retention and fit of complete crowns. *J Prosthet Dent.* 1986;56(3):283-8.

Tsalouchou E, Cattell MJ, Knowles JC, Pittayachawan P, McDonald A. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater.* 2008;24(3):308-18.

Turci, Priscilla Cristoforides Pereira. Efeito de protocolos de jateamento na resistência à flexão e transformação de fase cristalina em cerâmicas de Y-TZP. 2014. 89 f. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho. Instituto de Ciência e Tecnologia, 2014.

Yildirim M, Edelhoff D, Hanisch O, Spiekermann H. Ceramic abutments a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2000;20(1):81-91.

Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Somiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y–TZP. *J Mater Sci Lett.* 1987;6:465–7.