



**UNESP – Universidade Estadual Paulista**  
**“Júlio de Mesquita Filho”**  
**Faculdade de Odontologia de Araraquara**



**Gabriel Rodrigues Hatanaka**

**Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência flexural, rugosidade,  
módulo de Weibull e microestrutura da zircônia monolítica submetida a  
desgastes e métodos de acabamento de superfície**

**Araraquara**

**2018**



**UNESP – Universidade Estadual Paulista**  
**“Júlio de Mesquita Filho”**  
**Faculdade de Odontologia de Araraquara**



**Gabriel Rodrigues Hatanaka**

**Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência flexural, rugosidade, módulo de Weibull e microestrutura da zircônia monolítica submetida a desgastes e métodos de acabamento de superfície**

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral, na Área de Prótese

**Orientador:** Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

**Araraquara**

**2018**

Hatanaka, Gabriel Rodrigues.

Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência flexural, rugosidade, módulo de Weibull e microestrutura da zircônia monolítica submetida a desgastes e métodos de acabamento de superfície / Gabriel Rodrigues Hatanaka. -- Araraquara: [s.n.], 2018

67 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia  
Orientador: Prof. Dr. Gelson Luís Adabo

1. Cerâmica 2. Resistência de materiais 3 Microscopia eletrônica. I. Título

**Gabriel Rodrigues Hatanaka**

**Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência flexural, rugosidade, módulo de Weibull e microestrutura da zircônia monolítica submetida a desgastes e métodos de acabamento de superfície**

**COMISSÃO JULGADORA**

**Tese para obtenção do grau de Doutor em Reabilitação Oral**

**Prof. Dr. Gelson Luis Adabo** - Orientador, Professor Titular do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca** - Professora Adjunta do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis** - Professor Assistente Doutor do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**Prof. Dr. Pedro Cesar Garcia de Oliveira** - Professor Assistente Doutor do Departamento de Prótese e Periodontia da Faculdade de Odontologia de Bauru - USP.

**Profa. Dra. Ana Flávia Sanches Borges** - Professora Associada do Departamento de Dentística, Endodontia e Materiais Odontológicos da Faculdade de Odontologia de Bauru - USP.

Araraquara, 02 de agosto de 2018.

## **DADOS CURRICULARES**

**Gabriel Rodrigues Hatanaka**

NASCIMENTO: 15/09/1988 - Araraquara - SP

FILIAÇÃO: Tacachi Hatanaka

Sueli do Carmo Rodrigues Hatanaka

**2007 - 2011:** Curso de Graduação - Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

**2012 - 2014:** Curso de Mestrado - Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

**2016 - 2017:** Curso de Prótese fixa com ênfase em restaurações *metal-free* e cimentação adesiva – Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas (APCD) – Regional de Araraquara.

Dedico este trabalho primeiramente à **Deus**, que rege todas as forças, que nos guia e que mantém acesa em nós a chama para podermos caminhar dia após dia.

Aos meus pais, **Tacachi Hatanka** e **Sueli do Carmo Rodrigues Hatanaka**, que estão presentes em cada momento da minha vida, sempre dando total apoio e torcendo por mim.

À minha amada noiva **Gabriela Scatimbrugo Polli**, pelo amor, carinho e cuidado incondicionais, estando sempre ao meu lado durante toda minha jornada de formação acadêmica, desde a graduação, mestrado e por fim o doutorado, me incentivando e dando força em todos os momentos.

Ao meu orientador **Gelson Luis Adabo**, por estender a mão e me acolher no momento em que eu mais precisei, se tornando muito mais do que um simples orientador, um amigo e exemplo de profissional a ser seguido.

Aos meus irmãos, **Rafael Rodrigues Hatanaka** e **Daniel Rodrigues Hatanaka**, meus primeiros e eternos companheiros.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todos que direta ou indiretamente colaboraram com o desenvolvimento deste trabalho.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, na pessoa de sua diretora **Profa. Dra. Elaine Maria Sgavioli Massucato** e na pessoa de seu vice-diretor **Prof. Dr. Edson Alves de Campos**.

Aos funcionários e docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese desta faculdade, na pessoa de seu coordenador **Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho**.

Ao Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral, na pessoa de sua coordenadora **Profa. Dra. Ana Cláudia Pavarina**.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pela bolsa de estudo (Código de Financiamento 001) concedida durante o período regular do doutorado.

À disciplina de Materiais Odontológicos da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

Ao professor e amigo **José Maurício dos Santos Nunes Reis** por todo conhecimento e prazer em compartilhá-lo e por todo apoio durante minha trajetória acadêmica.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica de Alta Resolução do Instituto de Química da UNESP pela disponibilidade de utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura.

Hatanaka, G. R. Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência flexural, rugosidade, módulo de Weibull e microestrutura da zircônia monolítica submetida a desgastes e métodos de acabamento de superfície [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP, 2018.

## **RESUMO**

Desgastes para ajustes clínicos são necessários para adequada adaptação de próteses em zircônia, mas ainda não há um protocolo estabelecido. Este estudo avaliou o efeito de desgaste e polimento sobre a resistência à flexão (RF) e módulo de Weibull, rugosidade (Ra) e transformação de fase por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de duas zircônias monolíticas (Prettau e Prettau Anterior) submetidas à degradação hidrotérmica (LTD). Foram obtidos corpos-de-prova com 20 x 4,0 x 1,2 mm, sem desgaste e com glaze (grupo controle) ou com 20 x 4,0 x 1,5 mm, os quais foram desgastados com fresa diamantada de granulação grossa (90-120  $\mu$ m) em alta rotação sob irrigação. Após desgaste de 0,3 mm, foram realizados os protocolos de acabamento: sem polimento (D); polimento com borracha diamantada (DP); aplicação de glaze (DG); polimento com borracha diamantada + glaze (DPG). Metade dos corpos-de-prova foi envelhecida hidrotérmicamente (EH) em autoclave (134 °C, 2 bars, 20 horas). Os dados de RF e Ra (n=30) foram analisados por teste de Kruskal-Wallis, testes complementares de Dunn e Student-Newman-Keuls, respectivamente ( $\alpha=0,05$ ). Nos grupos não envelhecidos, o material Prettau apresentou a seguinte ordem de resistência: D = DP > DPG > DG = C, e o Prettau Anterior: D = DP = C > DG = DPG. Após EH, para Prettau: D = DP > DPG > DG = C; e Prettau Anterior DPG = C = D = DP > DG = DPG. O EH aumentou a RF dos grupos D e DP para Prettau e reduziu a RF do grupo DG para Prettau Anterior. O grupo D promoveu os maiores valores de rugosidade, seguido pelos grupos DP, DG, DPG e C, independente do material e do EH. O módulo de Weibull foi mais alto onde foi aplicado glaze. Análise em MEV revelou efeito do EH apenas nos grupos D e DP de Prettau. Concluiu-se que as zircônias monolíticas exibiram diferentes comportamentos mecânicos frente aos tratamentos, e que o EH afetou apenas a Prettau. O desgaste aumentou a rugosidade e os procedimentos de polimento foram capazes de reduzi-la em diferentes níveis, porém o glaze tende a reduzir a RF, mas aumentar a confiabilidade.

**Palavras-chave:** Cerâmica. Resistência de materiais. Microscopia eletrônica.



Hatanaka, G.R. Effect of low temperature degradation on flexural strength, roughness, Weibull moduli and microstructure of monolithic zirconia submitted to grinding and surface finishing [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP, 2018.

### **ABSTRACT**

The CAD/CAM technology allowed prosthesis with accurate fit, but clinical adjustments are still necessary, and there is no protocol in the literature to guide how to provide it. The aim of this study is to evaluate the effect of grinding and finishing procedures on flexural strength (FS) and Weibull moduli, roughness (Ra) and phase transformation by Scanning Electronic Microscopy (SEM) of two monolithic zirconia (Prettau and Prettau Anterior) submitted to low temperature degradation (LTD). It was obtained bar-shaped specimens in the dimensions of 20 x 4.0 x 1.2 mm, without grinding and with glaze (control group) or 20 x 4.0 x 1.5 mm which were ground with diamond burr (90-120  $\mu\text{m}$ ) in high rotation and constant water cooling. After 0.3 mm of grinding, the samples were submitted to different finishing protocols: without polishing (D); polishing with diamond rubber (DP); glaze application (DG); polishing with diamond rubber + glaze (DPG). Half of samples was submitted to LTD in autoclave (134 °C, 2 bars, 20 hours). FS and Ra (n=30) data were analyzed by Kruskal-Wallis test and post-hot Dunn and Student-Newman-Keuls, respectively ( $\alpha=.05$ ). The median FS for Prettau, without LTD, was in the following order: D = DP > DPG > DG = C; Prettau Anterior: D = DP = C > DG = DPG. After LTD, Prettau: D = DP > DPG > DG = C; and Prettau Anterior: DPG = C = D = DP > DG = DPG. LTD increased FS of D and DP Prettau groups, and it decreased FS of DG Prettau Anterior group. Irrespectively of material and LTD, D treatment produced the highest roughness values, followed by DP, DG, DPG and C groups. Weibull moduli was higher in groups with glaze application. SEM analysis showed effects of LTD in D and DP Prettau groups only. It was concluded that the monolithic zirconia exhibits different mechanical behaviors after adjustment procedures, and LTD affected only Prettau. Grinding increased the roughness and finishing procedures reduced the roughness at different levels. Glaze tend to decrease FS but it improves reliability.

**Keywords:** Ceramics. Material resistance. Microscopy, Electron.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>9</b>
<b>2 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>3 REVISÃO DA LITERATURA .....</b>	<b>14</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODO .....</b>	<b>41</b>
4.1 Grupos experimentais .....	41
4.2 Obtenção dos corpos-de-prova .....	41
4.3 Protocolo de desgaste .....	43
4.4 Protocolos de acabamento .....	44
4.5 Envelhecimento hidrotérmico .....	44
4.6 Ensaio de resistência à flexão .....	44
4.7 Rugosidade .....	45
4.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	45
4.9 Módulo de Weibull .....	46
4.10 Delineamento estatístico .....	47
<b>5 RESULTADO .....</b>	<b>48</b>
5.1 Resistência à flexão .....	48
5.2 Rugosidade .....	49
5.3 Weibull .....	50
5.4 Microscopia eletrônica de varredura .....	54
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>58</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>62</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>63</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A reabilitação oral com prótese fixa é uma ótima opção de tratamento<sup>1</sup> para devolver estética e função à pacientes parcial ou totalmente desdentados. Esse tipo de reabilitação pode ser conseguido convencionalmente sobre dentes ou sobre implantes. Materiais metálicos, cerâmicos ou a combinação deles é utilizada para devolver a forma e a função mastigatória dos dentes perdidos. Uma combinação de materiais bastante utilizada é metal e cerâmica, caracterizando as próteses metalocerâmicas, que por muito tempo foram estudadas, apresentando altas taxas de sucesso<sup>1</sup>. Porém, com o apelo estético da Odontologia contemporânea, novos materiais foram sendo empregados para a confecção de próteses<sup>2</sup>. Neste panorama as próteses totalmente cerâmicas com infraestrutura em zircônia ganharam grande destaque.

A zircônia é um material polimórfico que apresenta três diferentes estruturas cristalinas de acordo com a temperatura em que se encontra: monoclinica até 1170 °C; tetragonal, de 1170 a 2370 °C e cúbica de 2370 a 2680 °C<sup>3-5</sup>. A temperatura de sinterização deste material se encontra em torno dos 1500 °C promovendo a formação de um material com estrutura cristalina tetragonal, mas ao resfriar à temperatura ambiente se transforma em estrutura monoclinica. Para que a fase tetragonal seja mantida em temperatura ambiente, óxidos metálicos como céria, magnésia ou, mais comumente, a ítria, são adicionados na composição. Dessa forma, é obtido um material metaestável na fase tetragonal em temperatura ambiente<sup>5,6</sup>. Esta estrutura tetragonal metaestável pode sob determinadas condições ser induzida à transformação para estrutura monoclinica, gerando a mais importante característica do material, a tenacificação por transformação de fase.

A transformação de fase tetragonal para monoclinica pode aparecer frente a tensões causadas, por exemplo, pelo crescimento de uma trinca<sup>7-9</sup>. Quando isso ocorre, os cristais tetragonais ao redor da trinca se transformam em monoclinicos e essa transformação é acompanhada por um aumento volumétrico do cristal em torno de 3 a 5%<sup>10,11</sup>. Esse aumento no volume gera forças compressivas ao redor da trinca, com uma tendência de conter sua propagação, fazendo com que haja tenacificação do material<sup>12</sup>. Por ser uma cerâmica policristalina, apresenta excelentes propriedades mecânicas<sup>6</sup>.

Outra característica importante da zircônia são suas propriedades ópticas. Apresenta cor branco leitoso<sup>6</sup>, e por isso pode ser empregada em regiões em que o apelo estético é maior, como em regiões anteriores e com perfil gengival delgado, onde a presença do metal poderia ser visível por transparência através da gengiva. Além disso, a zircônia é um material biocompatível<sup>4,13</sup>, ou seja, pode permanecer em contato com diferentes tecidos do corpo sem induzir reações indesejadas, e ainda, apresenta menor adesão de placa comparada ao metal<sup>14</sup>.

Mesmo apresentando cor não metálica, a zircônia convencional por apresentar alta opacidade, necessita ser recoberta por uma porcelana de cobertura a qual possui maior teor vítreo e melhores propriedades ópticas, mimetizando de maneira mais eficaz a estética da estrutura dental. Por outro lado, a porcelana sobre zircônia fica suscetível a problemas como lascamento, que chega a 15% das falhas deste tipo de prótese<sup>15,16</sup>.

Com o intuito de aliar as excelentes propriedades mecânicas, com os valores de resistência à flexão ao redor de 1000 MPa<sup>17</sup>, foram lançadas no mercado as zircônias monolíticas<sup>18</sup>, as quais são mais translúcidas do que as convencionais, pigmentadas extrinsecamente previamente ao procedimento de sinterização. Dessa forma, o lascamento, uma das desvantagens da zircônia convencional não seria mais uma preocupação.

O aumento da translucidez da zircônia, para ser usada em restaurações monolíticas, pode ser alcançado por diferentes mecanismos: um deles é o controle do tamanho do grão tetragonal. Grãos maiores permitem a passagem da luz com menos espalhamento quando comparados aos grãos da zircônia convencional (0,2 a 0,8  $\mu\text{m}$  de tamanho) uma vez que com o aumento do tamanho do grão, é reduzido o número de contatos intergranulares, uma vez que a maior fonte de dispersão é a passagem de um grão para outro. Porém, o aumento do tamanho do grão tetragonal gera uma zircônia mais suscetível ao processo de envelhecimento hidrotérmico<sup>19,20</sup>. Materiais obtidos por essa tecnologia tem um ganho modesto de translucidez. A redução do tamanho do grão em escala nanométrica (abaixo dos 100 nm)<sup>21</sup> também é capaz de gerar um material mais translúcido, uma vez que o grão alcança tamanhos menores que o comprimento de onda da luz visível (400 a 700 nm)<sup>21</sup>. Esse tipo de abordagem é empregado em aplicações não odontológicas.

Outra forma de se obter uma zircônia com maior translucidez é a modificação de sua microestrutura. Os grãos cúbicos são maiores e isotrópicos ópticos, possuindo

índice de refração menor do que os grãos tetragonais. Assim, permitem que a luz os atravesse sem sofrer grandes desvios. Uma forma de se obter grãos cúbicos é com o aumento da quantidade de dopante (íttria, por exemplo)<sup>21,22</sup>, gerando a zircônia totalmente estabilizada, porém com prejuízo da resistência mecânica, pela perda do mecanismo de tenacificação descrito para zircônia tetragonal parcialmente estabilizada<sup>21</sup>.

As próteses confeccionadas em zircônia são obtidas por meio da tecnologia CAD/CAM, onde é gerado um modelo digital tridimensional da boca do paciente, a partir do qual é desenhada virtualmente a peça protética. A partir da definição deste desenho virtual, essas informações são enviadas para uma fresadora que irá tornejar um bloco de zircônia, geralmente pré-sinterizado, para que seja obtida a peça física. Em seguida é realizado o procedimento de sinterização, que ocorre em uma temperatura em torno de 1500 °C.

Com o avanço da tecnologia CAD/CAM, próteses cada vez mais precisas podem ser conseguidas, porém pequenos ajustes ainda são necessários para se obter uma melhor adaptação e distribuição da carga oclusal<sup>23</sup>. Tais ajustes somente podem ser confeccionados após a sinterização do material, uma vez que as peças em zircônia pré-sinterizadas são obtidas cerca de 20% maior do seu volume final para compensar a contração que ocorre durante o procedimento de sinterização, impossibilitando assim qualquer prova clínica e ajustes da peça pré-sinterizada. Para tanto é recomendado que tais ajustes sejam realizados de maneira que causem menos danos ao material sinterizado<sup>24</sup>. No entanto, esses ajustes tendem a induzir transformação  $t \rightarrow m$ , o que pode interferir no comportamento mecânico da cerâmica<sup>11,25,26</sup>.

Em contato com a água ou fluidos corporais como a saliva, a zircônia está sujeita a um fenômeno denominado degradação sob baixa temperatura, conhecida por LTD, do inglês *low temperature degradation*<sup>7,8,13,27-30</sup>. Nesta condição, a água começa a degradar o material causando transformação de fase e pequenos defeitos na superfície, que se propagam para seu interior<sup>31</sup> gerando alteração das suas propriedades mecânicas<sup>28,32</sup>. Este fenômeno pode ser potencializado quando é utilizado vapor, como por exemplo, com o emprego de autoclave<sup>5,33,34</sup>, o que tem sido empregado como forma de simular o envelhecimento em laboratório<sup>35</sup>.

Por não ser necessário o recobrimento da zircônia translúcida por porcelana feldspática, deve-se avaliar se as alterações morfológicas e mecânicas causadas pelo procedimento de desgaste, simulando um ajuste pós sinterização, tem algum efeito

sobre as propriedades do material. Superfícies rugosas promovem maior adesão de biofilme<sup>36</sup>, maior desgaste do dente antagonista<sup>37-39</sup>, além de poder promover a propagação de trincas<sup>40</sup> para o interior do material e torná-lo mais susceptível à degradação hidrotérmica<sup>8</sup> quando comparadas a superfícies lisas. Dessa forma, devem ser estudadas maneiras de se obter superfícies mais lisas após o desgaste da zircônia sem comprometer o comportamento em relação à degradação hidrotérmica e propriedades mecânicas do material<sup>33,41,42</sup>.

A hipótese nula do estudo é que o desgaste, bem como os métodos de acabamento de superfície e o envelhecimento hidrotérmico não alteram a resistência à flexão, a rugosidade e o módulo de Weibull da zircônia monolítica.

## 2 PROPOSIÇÃO

O objetivo geral deste estudo foi avaliar mecânica, física e microestruturalmente a zircônia monolítica translúcida (Prettau) e a zircônia monolítica de maior translucidez (Prettau Anterior) em função do desgaste, do acabamento pós ajuste e do envelhecimento hidrotérmico.

Os objetivos específicos foram: Avaliar o efeito do desgaste, do polimento, da aplicação de glaze e do envelhecimento hidrotérmico na resistência à flexão, rugosidade e módulo de Weibull de duas zircônias monolíticas translúcidas e; avaliar o efeito do envelhecimento hidrotérmico na microestrutura de duas zircônias monolíticas translúcidas submetidas ao desgaste, polimento e aplicação de glaze.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

Garvie e colaboradores<sup>4</sup>, em 1975, realizaram um estudo sobre o óxido de zircônio, apresentando as três fases cristalinas deste material: monoclinica, tetragonal e cúbica. Segundo o estudo realizado, a transformação entre as fases monoclinica e tetragonal está relacionada com um grande aumento volumétrico o que impede as propriedades refratárias da zircônia pura, sendo utilizadas como cerâmicas estruturais. A transformação de fase que pode causar a destruição do material pode ser contida pela total estabilização na forma cúbica, mas é de conhecimento que as melhores propriedades mecânicas deste material são obtidas quando há a formação de uma estrutura com diferentes fases coexistindo, conhecido como zircônia parcialmente estabilizada. Os autores demonstraram que uma pequena camada de fase monoclinica em uma matriz cúbica de zircônia é capaz de aumentar a resistência da zircônia parcialmente estabilizada. A dispersão da fase tetragonal metaestável na zircônia cúbica também pode ser obtida e promove um aumento no mecanismo de tenacificação.

Kobayashi e colaboradores<sup>29</sup>, em 1981, realizaram um estudo a respeito da mudança de fase e das propriedades mecânicas da zircônia após envelhecimento. Para tanto, foram preparadas diferentes composições de zircônia de acordo com a concentração de ítria (4,5, 5,0, 5,5, 6,0 e 8,0 mol%). Foram obtidos corpos-de-prova em forma de disco (12 x 2,0 mm), sinterizados a 1400°C e a 1700°C e envelhecidos por 2 a 3000 horas a temperatura de 200 a 300°C. A quantificação das fases foi realizada por meio de difração de raios-X e foi realizado teste de resistência à flexão. Os resultados mostraram que após 3000 horas de envelhecimento à 300°C, não houve presença de fase monoclinica nas amostras com concentração de ítria igual ou superior a 6 %, independente da temperatura de sinterização. A menor concentração de ítria (4,5%) exibiu maior quantidade de fase monoclinica. Os resultados do teste mecânico mostraram que a 1700°C a concentração de 4,5 % apresentou fratura após envelhecimento e também durante o resfriamento do forno. Com maiores concentrações de ítria, houve formação de fase monoclinica e cúbica inicialmente. Os autores concluíram que as menores quantidades de ítria foram capazes de manter os altos valores de resistência, cerca de duas a três vezes maiores que àqueles encontrados com maiores concentrações, sem alterações após envelhecimento.



Chevalier e colaboradores<sup>34</sup>, em 1999, realizaram um estudo a respeito da degradação hidrotérmica da zircônia estabilizada por ítria. Para tanto, corpos-de-prova em forma de disco (40 x 4,0 mm) foram confeccionados a partir de uma zircônia estabilizada por ítria os quais receberam polimento para que se pudesse observar da melhor maneira os efeitos da degradação hidrotérmica. Foi realizada análise da superfície por meio de difração de raios-X para assegurar a ausência de fase monoclinica antes do envelhecimento. O armazenamento foi conduzido em água destilada em diferentes temperaturas, de 70 a 100 °C e em autoclave a 120 e 130 °C a 2 bar. Os resultados mostraram que houve aumento de fase monoclinica de acordo com o tempo de armazenamento, alcançando valores máximos em torno de 88%. As análises de interferometria ótica mostraram a nucleação e o mecanismo de crescimento que ocorre na zircônia, sugerida pelas análises de difração de raios-X. Os autores concluíram que os mecanismos de crescimento e nucleação foram confirmados com a interferometria ótica.

Kosmac e colaboradores<sup>11</sup>, em 1999, realizaram um estudo a respeito dos efeitos do desgaste da superfície e do jateamento na resistência à flexão e confiabilidade da zircônia. Para tanto, foram utilizados dois pós de zircônia com o intuito de formar microestruturas de grãos pequenos e grandes. Corpos-de-prova em forma de disco (15,5 x 1,5 mm) foram obtidos de cada material e divididos em seis grupos: sem tratamento, como controle; desgaste com irrigação, desgaste sem irrigação, jateamento; desgaste sem irrigação + jateamento; jateamento + desgaste sem irrigação. A resistência à flexão e a quantidade de fase monoclinica foram mensuradas. Os resultados mostraram não haver diferença entre os dois materiais. Diferenças foram encontradas entre o grupo controle e os grupos desgastados. O jateamento aumentou significativamente a resistência do material. Todos os tratamentos diminuíram os valores do módulo de Weibull. A maior quantidade de fase monoclinica foi observada após jateamento. Os autores concluíram que o jateamento pode ser uma técnica para tenacificar o material enquanto que o desgaste pode reduzir a resistência além de reduzir a confiabilidade das peças obtidas em zircônia.

Piconi e Maccauro<sup>5</sup>, em 1999, realizaram uma revisão a respeito da utilização da zircônia como um biomaterial. No texto, os autores abordam diversos aspectos do material, como sua primeira aplicação como biomaterial em próteses de cabeça de fêmur. Além disso, descrevem o material em termos das características microestruturais, relatando as fases cristalinas presentes na zircônia e as alterações

que ocorrem quando há mudança de fase, como o processo de tenacificação. Também é abordada a cinética da degradação que ocorre no material, bem como suas propriedades mecânicas como testes de compressão, de impacto e resistência à fadiga. O desgaste do material também foi abordado, quando em contato com a própria zircônia e com outros materiais, bem como a segurança biológica. Os autores concluíram que entre os diferentes materiais à base de zircônia, apenas a zircônia tetragonal policristalina teve um amplo uso como biomaterial. A zircônia não é capaz de causar reações adversas locais ou sistêmicas, nem efeitos citotóxicos em diferentes linhas de células. Concluíram também que as propriedades mecânicas da zircônia permitem seu uso seguro em próteses de fêmur, desde que seja obtida de matérias-primas com alta pureza química.

Kosmac e colaboradores<sup>45</sup>, em 2000, realizaram um estudo com o intuito de avaliar o efeito do desgaste e do jateamento na resistência à flexão e módulo de Weibull de três cerâmicas à base de zircônia: duas tendo a mesma composição, diferindo em relação ao tamanho de grão e uma terceira contendo 0,25% de alumina. Para tanto, desgastes com fresa diamantada de granulação grossa (150  $\mu\text{m}$ ) ou fina (50  $\mu\text{m}$ ) foram realizados com e sem irrigação com água, além da realização de jateamento com óxido de alumínio (110 $\mu\text{m}$ ). Além disso, foi realizado armazenamento dos corpos-de-prova por 16 horas em meio ácido (ácido acético) e alcalino (amônia), simulando envelhecimento. A análise por difração de raios-X revelou maior quantidade de fase monoclinica para o grupo onde o jateamento foi empregado. Os grupos onde houve a realização de desgaste apresentaram pequena quantidade de fase monoclinica independente da irrigação. Nos grupos em que houve a combinação de jateamento e desgaste sem irrigação, a ordem dos procedimentos ditou a quantidade de fase monoclinica, sendo que o procedimento realizado por último determinou a quantidade de transformação. A zircônia que possui grãos menores, quando submetida ao desgaste exibiu redução dos valores de resistência à flexão, porém esta foi significativa somente para os grupos desgastados com fresa de granulação grossa, independente da irrigação. O jateamento, por sua vez, aumentou os valores de resistência à flexão. Os autores concluíram que a cerâmica contendo uma pequena quantidade de alumina exibiu a maior tolerância ao desgaste e a maior estabilidade em meio ácido, sendo um material interessante para ser utilizado na Odontologia.

Oh e colaboradores<sup>39</sup>, em 2002, realizaram um estudo de revisão de literatura a respeito dos fatores que afetam o desgaste do esmalte e da cerâmica. Para tanto,

foram pesquisados artigos na base PubMed desde 1950, de idioma inglês, utilizando palavras relacionadas a desgaste de esmalte e cerâmica. Foram abordados conceitos como fatores físicos, microestrutura, fatores químicos e caracterização de superfície. Dentre os fatores físicos, os autores destacaram a dureza, onde as cerâmicas apresentam valores mais elevados que o esmalte, com maior poder de desgaste do elemento antagonista. A resistência à fricção também é um elemento a ser considerado, uma vez que a mandíbula realiza movimentos em três planos conjuntamente. Nesta propriedade, leva-se em consideração a textura de superfície, a anatomia e a área de contato. Dentre os fatores microestruturais, os autores destacaram a porosidades, uma vez que quando um poro é exposto, este é capaz de gerar maior desgaste do elemento antagonista. Além disso, os fatores químicos como a degradação que ocorre na superfície por ataque químico também foram discutidos. Os autores concluíram que a dureza do material parece não ser o principal fator causal de desgaste antagonista, uma vez que fatores como a microestrutura, rugosidade da superfície e alterações do meio em que os materiais se encontram exercem um papel importante. Além disso, deve ser realizado correto ajuste oclusal tanto em relação cêntrica como em movimentos excêntricos.

Chevalier e colaboradores<sup>20</sup>, em 2004, realizaram um estudo em relação ao efeito crítico da fase cúbica no envelhecimento da zircônia estabilizada por ítria para próteses de quadril. Para tanto, foram confeccionados espécimes de zircônia, sinterizados em duas diferentes temperaturas (1450 e 1550 °C) os quais foram submetidos ao envelhecimento hidrotérmico em autoclave para acompanhamento da degradação hidrotérmica. Os autores observaram que a zircônia submetida à maior temperatura de sinterização apresentou uma quantidade significativa de grãos cúbicos de maior tamanho, os quais foram responsáveis por impactar negativamente a resistência ao envelhecimento, principalmente no primeiro estágio deste processo. Os grãos cúbicos pareceram ter uma maior quantidade de ítria, o que pode causar uma diminuição de ítria ao redor dos grãos tetragonais. Esses grãos atuam como pontos de nucleação para a transformação tetragonal para monoclinica. Mesmo para a zircônia sinterizada com a menor temperatura, a presença de fase cúbica é esperada pelo diagrama de fases, levando a um significativo efeito na sensibilidade ao envelhecimento. Os autores concluíram que a presença de fase cúbica é prejudicial à resistência ao envelhecimento e que a zircônia deve ser sinterizada com a menor

temperatura possível para que seja evitada a presença desta fase, porém com uma temperatura alta suficiente para que se obtenha um material densamente sinterizado.

Zhang e colaboradores<sup>12</sup>, em 2004, realizaram um estudo a respeito do efeito do jateamento no desempenho a longo prazo de cerâmicas dentárias. Para tanto foram confeccionados corpos-de-prova em forma de disco (20 x 20 mm) de zircônia e de alumina, divididos em dois grupos: controle e jateado com partículas de óxido de alumínio de 50 µm. Análises de difração de raios-X foram feitas antes e após o jateamento para se quantificar as fases do material. O módulo de elasticidade também foi avaliado. As amostras foram cimentadas a discos de policarbonato com uma resina epóxi e este corpo-de-prova bicamada foi carregado com uma ponta esférica por 1.000.000 de ciclos para se calcular a taxa de estresse suportada. Os espécimes dos grupos submetidos ao jateamento apresentaram redução na resistência, demonstrando possível incorporação de trincas durante este procedimento. Os autores concluíram que a zircônia apresentou melhores resultados quando comparada a alumina e que este material parece ser um forte candidato para o uso odontológico.

Guazzato e colaboradores<sup>46</sup>, em 2005 realizaram um estudo para se averiguar o efeito do jateamento, do desgaste, e da orientação de como são realizados, assim como do polimento e do tratamento térmico na resistência à flexão de uma zircônia. Para tanto, 160 corpos-de-prova foram divididos em quatro grupos de acordo com o tratamento experimental: jateamento; polimento; desgaste paralelo ao longo eixo do espécime e desgaste perpendicular. Metade das amostras foram submetidas ao tratamento térmico simulando a aplicação uma camada de porcelana de cobertura. Foram avaliadas a resistência à flexão em três pontos, a confiabilidade do material pela distribuição de Weibull e a quantidade de fase monoclinica, por meio da difração de raios-X. Os maiores valores de resistência à flexão dentre as amostras não tratadas termicamente foram observados após jateamento, seguido de desgaste perpendicular e desgaste paralelo, iguais entre si, e por último pelas amostras após polimento. Quando o tratamento térmico foi realizado, os menores valores foram observados para o grupo com jateamento, seguido pelos demais grupos, iguais entre si. O tratamento térmico foi capaz de reduzir ou zerar a quantidade de fase monoclinica. Os autores concluíram que tanto o jateamento como o desgaste podem ser recomendados para aumentar a resistência da zircônia desde que não seja realizado tratamento térmico

posteriormente e que o polimento pode remover a camada compressiva reduzindo a resistência do material.

Chevalier<sup>40</sup>, em 2006, realizou um estudo para discutir o futuro da zircônia como um biomaterial. Para tanto, discutiu pontos importantes em relação ao material, como o processo de degradação e métodos para avaliar a sensibilidade à degradação das zircônias. Ele relata que o uso da zircônia na área médica foi introduzido inicialmente para a confecção de próteses de cabeça de fêmur, as quais apresentaram inúmeros casos de falhas devido à degradação que ocorreu com o material em contato com os fluidos corporais. Além disso, discutiu o atual estado da arte em relação a estudos de recuperação, finalizando com a discussão da perspectiva em relação ao futuro da zircônia. Ele conclui dizendo que apesar da história não bem-sucedida da zircônia utilizada para próteses de cabeça de fêmur, este material deve ser mais bem estudado, principalmente em relação ao processo de degradação e que o uso da zircônia na Odontologia é recente e ainda está em processo de desenvolvimento. A questão da degradação ainda não foi discutida para tais aplicações.

Denry e Holloway<sup>3</sup>, em 2006, realizaram um estudo das alterações microestruturais e cristalográficas da zircônia após desgaste. Para tanto, foram obtidos corpos-de-prova de zircônia (Cercon - Dentsply) em forma de disco (25 x 1,8 mm) e divididos em quatro grupos: sem tratamento, como controle; desgastado com broca diamantada; desgastado e polido; desgastado e resinterizado (1000°C por 1 hora). A fase cristalina foi analisada por meio de difração de raios-X e a microestrutura por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados de difração de raios-X mostraram somente fase tetragonal nos grupos controle e desgastado e resinterizado. Por outro lado, após desgaste ou desgaste e polimento houve a formação de fase romboédrica e fase tetragonal deformada, sem detecção de fase monoclinica. A resinterização levou ao desaparecimento de ambas as fases. A microestrutura das amostras desgastadas e polidas foi caracterizada por um dano de superfície associado à perda de grãos à uma profundidade de aproximadamente 20µm, podendo ter impacto no comportamento à longo prazo da zircônia. Os autores concluíram que a formação de fase romboédrica levou ao aumento da resistência do material, mas ocasionou danos na superfície e subsuperfície, com formação de microcrateras e perda de grãos.

Zhang e colaboradores<sup>9</sup>, em 2006, realizaram um estudo a respeito da acumulação de dano e tempo de fadiga de cerâmicas jateadas. Para tanto, foram

obtidos corpos-de-prova de alumina e zircônia em forma de placa (20 x 20 x 1,0 mm e 20 x 20 x 0,6 mm, respectivamente) os quais foram divididos em controle; jateamento com óxido de alumínio de 50 µm; indentação com ponta de diamante; e indentação com esfera, por trauma previamente à cimentação em placas de policarbonato (12,5 mm de altura) com resina epóxi. Cinco espécimes de cada condição foram submetidos ao carregamento único até a fratura. Os resultados mostraram que independente do material, quando o jateamento é realizado, a resistência do material diminuiu. Os autores concluíram que o dano causado pelo jateamento pode reduzir a resistência de ambos os materiais e que os procedimentos clínicos e laboratoriais devem ser avaliados em relação à extensão e natureza do dano gerado no material cerâmico.

Chevalier e colaboradores<sup>31</sup>, em 2007, realizaram uma revisão a respeito da degradação hidrotérmica da zircônia e suas implicações nos implantes biomédicos, descrevendo os mecanismos responsáveis pela degradação hidrotérmica da zircônia e suas consequências nos dispositivos biomédicos, com enfoque especial para as próteses de cabeça de fêmur. Métodos experimentais para mensurar de maneira mais exata e prever a degradação hidrotérmica em uma determinada zircônia. Foram discutidas diferentes soluções para inibir ou ao menos reduzir a cinética da degradação com o objetivo de destacar opções alternativas para a criação de novos dispositivos fabricados em zircônia. Os autores concluíram que de uma forma geral, o envelhecimento é causado pela água, a qual propicia uma transformação de fase martensítica que se inicia na superfície e caminha em direção ao interior do material e que a degradação leva ao aumento da rugosidade e criação de microtrincas.

Conrad e colaboradores<sup>2</sup>, em 2007, realizaram uma revisão sistemática a respeito dos sistemas e materiais cerâmicos atuais e suas recomendações, abordando pontos como taxa de sobrevivência, propriedades dos materiais, adaptação interna e marginal, bem como cimentação e características óticas. Para tanto, foram pesquisados artigos de língua inglesa na base de dados PubMed, focando artigos baseados em evidências publicados entre 1996 e 2006. Estudos controlados aleatorizados, não aleatorizados, estudos clínicos experimentais longitudinais e estudos longitudinais prospectivos foram avaliados. Os resultados mostraram que existem na literatura diversos materiais e sistemas cerâmicos para o uso clínico, porém com ausência de um único material que possa ser utilizado em todas as situações clínicas. O sucesso da aplicação de um material está relacionado à escolha do mesmo, à técnica de processamento e cimentação nas diversas situações clínicas.

Os autores concluíram que não há evidências que suportem a aplicação universal de um único material cerâmico para todas as situações clínicas e que estudos clínicos longitudinais são necessários para o desenvolvimento de materiais e sistemas cerâmicos avançados.

Pittayachawan e colaboradores<sup>43</sup>, em 2007 realizaram um estudo em relação à resistência à flexão, fadiga e transformação de fase induzida pelo estresse na zircônia utilizando espectroscopia Raman. Foram confeccionados trinta corpos-de-prova em forma de disco (15 x 1,2 mm) para o ensaio de resistência à flexão. A dureza e a fadiga dinâmica também foram avaliadas. A quantidade de fase monoclinica inicial foi avaliada por difração de raios-X. A transformação de fase local ocorrida durante a indentação com diamante Vickers com várias cargas (20-50 kg) foi examinado por microespectroscopia Raman. Os espécimes da zircônia Cercon apresentaram resistência à flexão de 823,3 MPa e módulo de Weibull de 8,3. A dureza das amostras não foi alterada pelo polimento. Adicionalmente, os espécimes sobreviveram a cargas cíclicas (500.000 ciclos) quando utilizada carga de 70% ou menos da resistência à flexão biaxial. Houve transformação de fase de tetragonal para cúbica e monoclinica na área de indentação. A fase monoclinica mostrou pequena variação em relação à carga ou à distância do centro da indentação. A quantidade de fase cúbica, por outro lado, foi maior na região central da indentação. Transformação para a fase cúbica foi observada na região de tração dos espécimes fraturados no ensaio de resistência à flexão. Os autores concluíram que a zircônia possui propriedades mecânicas que permitem suportar as cargas mastigatórias encontradas na região posterior da boca. A tenacificação foi encontrada quando altas cargas de incidiram na superfície da zircônia.

Sailer e colaboradores<sup>15</sup>, em 2007, realizaram um estudo de acompanhamento clínico, por cinco anos, de próteses fixas posteriores com infraestrutura em zircônia. Para tanto, quarenta e cinco pacientes foram selecionados, nos quais foram confeccionadas cinquenta e sete próteses fixas, de três a cinco elementos com infraestrutura em zircônia, as quais foram cimentadas com cimento resinoso. Foram avaliados profundidade de bolsa, nível de inserção, índice de placa, sangramento à sondagem e vitalidade pulpar nos tempos zero, seis meses, um e cinco anos após cimentação. O lado contralateral serviu como controle. Foram realizadas tomadas radiográficas das próteses fixas. Os resultados mostraram que vinte e sete pacientes, com 33 próteses fixas foram avaliados após média de 53,4 meses. Onze pacientes,

com 17 próteses foram perdidos do acompanhamento. Após três anos, sete próteses, em sete pacientes foram substituídas por não estarem clinicamente satisfatórias por complicações biológicas ou técnicas. Após cinco anos, doze próteses em doze pacientes foram substituídas. Uma prótese de cinco elementos foi fraturada por trauma após 38 meses. A taxa de sucesso das infraestruturas em zircônia foi de 97,8 %, porém a taxa de sobrevivência foi 73,9 % devido a outras complicações. Cáries secundárias foram encontradas em 21,7% das próteses e o lascamento da porcelana de cobertura em 15,2%. Os parâmetros periodontais não apresentaram diferença comparados ao controle. Os autores concluíram que a zircônia oferece estabilidade para ser utilizada como infraestrutura de próteses fixas de 3 e 4 elementos para região posterior. A adaptação da infraestrutura e porcelana de cobertura deve ser melhorada.

Ban e colaboradores<sup>27</sup>, em 2008, realizaram um estudo para avaliar a resistência à flexão e a degradação hidrotérmica da zircônia estabilizada por ítria e do nanocompósito de zircônia estabilizada por céria e alumina. Para tanto, corpos-de-prova em forma de disco (14 x 0,5 mm) foram obtidos de ambos os materiais, armazenados em soro fisiológico a 80°C por 30 dias, ácido acético 4% a 80°C por 30 dias e em autoclave a 121°C por 10 dias. Antes e após a armazenagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência à flexão e tiveram seu conteúdo de fase monoclinica mensurados. Os resultados mostraram que após armazenamento em autoclave, a zircônia estabilizada por ítria exibiu um notável aumento no conteúdo de fase monoclinica, de 0,3 % para 49,9%, com pequena redução da resistência à flexão, de 1046 MPa para 892MPa, enquanto que o nanocompósito mostrou pequena alteração na fase monoclinica, de 4,8% para 5,5%, e na resistência flexural, de 1371MPa para 1422MPa. Os autores concluíram que comparada à zircônia, o nanocompósito possuiu maior resistência, da mesma forma que uma satisfatória durabilidade em relação à degradação hidrotérmica.

Ban e colaboradores<sup>13</sup>, em 2008, realizaram um estudo de revisão de literatura em relação a materiais para infraestrutura utilizados em restaurações totalmente cerâmicas. Os autores chamam a atenção no sentido que diversos materiais têm sido utilizados para este propósito e que desde o advento da zircônia, diversos estudos têm sido realizados enfocando seu uso como uma cerâmica biomédica, os quais ganharam bastante destaque. Nos últimos anos vários fabricantes disponibilizam blocos de zircônia para serem utilizados para a confecção de próteses fixas com o auxílio da tecnologia CAD/CAM, uma vez que este material possui excelentes



propriedades mecânicas, comparáveis ao metal, devido sua microestrutura. As propriedades da zircônia convencional foram melhoradas com o desenvolvimento de compósito em nano escala como a associação de zircônia e alumina. Há inúmeros comportamentos interessantes como a estabilidade a longo prazo, relacionada a degradação hidrotérmica, o efeito do jateamento e tratamento térmico na microestrutura e na resistência, adesão com a porcelana de cobertura, adesão ao cimento, transmissão de luz, relacionada com restaurações estéticas, radiopacidade, biocompatibilidade, resistência à fratura de próteses bem como sua longevidade e taxa de sobrevivência de peças confeccionadas em zircônia. Os autores concluíram que as próteses totalmente cerâmicas feitas em zircônia tem o potencial de resistir às cargas oclusais fisiológicas da região posterior e pode ser uma alternativa às próteses metalocerâmicas.

Heintze e colaboradores<sup>38</sup>, em 2008, realizaram uma revisão sistemática sobre os fatores de influência no desgaste da cerâmica e do antagonista. Para tanto, foram realizadas buscas na base de dados MEDLINE com os termos “esmalte”, “desgaste” e “antagonista”. Os estudos foram avaliados em relação aos parâmetros de desgaste, tipo de antagonista e o desfecho. Nos estudos laboratoriais, três cerâmicas foram selecionadas com diferentes composições e propriedades físicas: IPS d.SIGN, porcelana de cobertura; IPS Empress, leucita; e.max Press, dissilicato de lítio. Esses materiais foram submetidos ao método de desgaste Ivoclar (simulador de mastigação 120000 ciclos, 5kg de carga), pela modificação sistemática das seguintes variáveis que resultaram em 36 testes com 8 amostras em cada grupo: configuração (espécime achatado ou na forma de coroa); tratamento de superfície (polimento, glaze); tipo de antagonista (cerâmica, dois tipos de esmalte). O desgaste do material e do antagonista foi quantificado pelo escaneamento de réplicas de gesso. Os resultados mostraram que 20 estudos in vitro utilizaram um material sendo desgastado contra ele mesmo. Por outro lado, os resultados foram inconsistentes principalmente devido ao fato que os parâmetros testados diferiram amplamente. A maioria dos estudos utilizou esmalte preparado de molares extraídos como antagonista e corpos-de-prova cerâmicos planos e polidos. A câmara de teste foi preenchida com água e algum tipo de movimento de deslizamento foi integrado na geração do processo de desgaste. Contudo, havia uma enorme variação em relação à força aplicada, o uso do atuador de força, o número de ciclos e a frequência dos ciclos bem como o número de amostras. Os resultados dos testes laboratoriais revelaram que os seguintes fatores

possuíam forte influência sobre o desgaste: configuração (mais material plano desgastado contra os espécimes em forma de coroa); tratamento de superfície (maior desgaste antagonista dos espécimes com glaze comparados aos polidos); o sistema antagonista (mais material desgastado e menos desgaste antagonista para pontas de cerâmica em comparação com pontas de esmalte); espessura de esmalte (menor desgaste para esmalte mais espesso). O desgaste do material não foi muito diferente nos diferentes materiais, porém e.max Press geralmente gerou mais desgaste antagonista que os outros dois materiais, similares entre si. Por outro lado, os principais fatores influenciadores não produziram resultados consistentes para todos os subgrupos e houve uma grande variedade nos resultados dentro dos subgrupos especialmente naqueles que utilizaram esmalte como antagonista. Os autores concluíram que a configuração de esmalte de cúspides de molares sem preparo contra coroas glazeadas parece ser o método mais apropriado para avaliar um material cerâmico em relação ao desgaste antagonista. Por outro lado, devido à alta variedade dos resultados, é necessário amplo tamanho de amostra para diferenciação entre materiais.

Napankangas e Raustia<sup>1</sup>, em 2008, realizaram um estudo retrospectivo acompanhando por vinte anos coroas unitárias metalocerâmicas. Para tanto, cinquenta pacientes, com média de idade de 59,6 anos, foram avaliados, totalizando 100 coroas metalocerâmicas. Os resultados mostraram que do total de coroas, vinte e um dentes necessitaram ser extraídos por motivos de fratura radicular, por motivos estéticos ou periodontais. Noventa e sete por cento dos indivíduos não reportaram reclamações em relação à estética. Os achados clínicos mais comuns foram: exposição do término cervical por recessão gengival, sangramento gengival à sondagem e desgaste do dente antagonista. A taxa de sucesso das coroas após vinte anos foi 75 % e sobrevida de 78 %. Os autores concluíram que houve poucas complicações biológicas e técnicas e que os pacientes estavam satisfeitos com as coroas. A remoção das coroas, na maioria dos casos foi resultado de fraturas radiculares com pinos endodônticos.

Aboushelib e colaboradores<sup>23</sup>, em 2009, realizaram um estudo com o intuito de relacionar as falhas clínicas com os testes laboratoriais de fratura utilizando uma abordagem da fractografia. Para tanto, foram feitas réplicas nos mesmos contornos e mesmas dimensões de 19 coroas e 17 próteses fixas, todas confeccionadas de infraestrutura de zircônia recobertas por porcelana, que sofreram fraturas durante o

uso intraoral. As réplicas foram carregadas estaticamente por aplicação de força axial em máquina de ensaios mecânicos. Os princípios de fractografia foram utilizados para identificar a localização e as dimensões da fratura inicial e para estimar a carga na fratura. A falha foi classificada de acordo com o tipo e com a origem. Os resultados mostraram que as próteses falharam clinicamente devido a fatores como: delaminação da porcelana de cobertura; defeitos na interface entre infraestrutura e porcelana de cobertura; geração de estresse cíclico; trinca radial ou fratura do conector. As réplicas falharam principalmente pela fratura do tipo cone na porcelana de cobertura ou pela fratura do conector. Os autores concluíram que o estresse estimado na fratura foi significativamente maior para as réplicas comparadas às fraturas ocorridas clinicamente.

Kim e colaboradores<sup>28</sup>, em 2009, realizaram um estudo sobre o efeito da degradação hidrotérmica nas propriedades mecânicas e estabilidade de fase da zircônia. Para tanto corpos-de-prova em forma de barra (40 x 4,0 x 3,0 mm) foram obtidos a partir da zircônia In-Ceram YZ e armazenados em água destilada em diferentes temperaturas: 75, 100, 125, 150, 200 e 225°C por 10 horas. A propriedade mecânica foi avaliada por meio de ensaio de resistência à flexão. Além disso foi feita quantificação de fase monoclinica por meio de difração de raios-X e foram obtidas imagens por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que a resistência à flexão inicial da zircônia foi de 798 MPa a qual foi aumentada para 1161 MPa quando armazenadas em temperaturas abaixo de 125°C. Por outro lado, em temperaturas maiores que 150°C foi detectada presença de fase monoclinica, com resistência flexural mínima de 700 MPa. Os autores concluíram que a fase monoclinica aparece quando a temperatura é acima de 100°C, aumentando de acordo com o aumento da temperatura, alcançando um platô de 75% acima de 175°C. O aumento de fase monoclinica começa a ser deletéria à resistência à flexão quando alcança valores entre 12 e 54%.

Vagkopoulou e colaboradores<sup>6</sup>, em 2009, realizaram um estudo a respeito da utilização da zircônia na odontologia. Eles iniciam o texto com a apresentação do elemento químico zircônio, descoberto em 1789 e a combinação com óxidos para que fosse obtida a zircônia estabilizada por ítria, podendo ser empregada para fins biomédicos pela biocompatibilidade e alta tenacidade. Ainda descrevendo o material, eles apresentam as fases cristalinas: monoclinica, tetragonal e cúbica em suas respectivas temperaturas, bem como a ilustração das diferentes fases em um

diagrama. Por apresentar a possibilidade de transformação de fase, a zircônia é capaz de sofrer tenacificação frente a um estresse, como uma trinca. Em relação à radioatividade e biocompatibilidade, o material se apresenta com excelentes propriedades que possibilitam seu uso in vivo. Os autores apresentam também o processo de envelhecimento que ocorre no material quando em contato com a água, elencando os eventos associados ao envelhecimento. Além disso, discorrem sobre as características óticas bem como a forma de processamento do material para utilização na Odontologia como o desgaste, polimento, jateamento, tratamento térmico e recobrimento com porcelana de cobertura. Os autores concluíram que a zircônia possui alta biocompatibilidade, podendo ser empregada com segurança, sem causar reações adversas nas células e tecidos e que devem ser realizados mais estudos em relação ao envelhecimento do material, porém com um futuro promissor.

Kim e colaboradores<sup>8</sup>, em 2010, realizaram um estudo a respeito da degradação hidrotérmica da zircônia. Para tanto, corpos-de-prova em forma de disco (10 x 0,5 mm) foram obtidos da zircônia ZirCAD e divididos em 5 grupos: controle, sem tratamento; jateamento com óxido de alumínio 50 $\mu$ m; desgaste com discos diamantados granulação 80, 120 e 600. O envelhecimento foi realizado em autoclave a 122°C, 2 bars por 20 horas. As amostras foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura para análise da superfície e sub superfície. Também foram analisadas por meio de difração de raios-X para quantificação de fases do material. As imagens de microscopia do grupo controle mostraram uma superfície com impurezas, juntamente com microtrincas com profundidade variando de 4 a 6  $\mu$ m. Para o grupo jateado, as imagens mostraram zonas deformadas e sulcos, com profundidade de 2 a 4  $\mu$ m com propagação paralela à superfície. Para os grupos desgastados, a morfologia de superfície era compatível com longos riscos, com diferentes larguras, de acordo com a granulação do instrumento utilizado. Os dados de difração de raios-X mostraram quantidade desprezível de fase monoclinica no grupo controle enquanto que nos outros grupos ficou em torno de 5 %. Com duas horas de envelhecimento, houve aproximadamente 12 % de fase monoclinica nas amostras desgastadas, 7-8 % nas jateadas e ausência desta fase no grupo controle. Com 10 horas de envelhecimento, a quantidade de fase monoclinica foi aumentando de maneira contínua nos grupos desgastados, e o grupo controle apresentou menores taxas, porém a partir deste período, o grupo controle aumentou drasticamente, alcançando 55 % após 20 horas, enquanto que o grupo jateado terminou com 30 %,

e os grupos desgastados terminaram com cerca de 15-20 % de fase monoclinica. Os autores concluíram que a degradação hidrotérmica da superfície é atribuída ao dano causado a ela durante a manipulação do material.

Chevalier e colaboradores<sup>37</sup>, em 2011, realizaram um estudo da degradação hidrotérmica na zircônia com superfície porosa, para recobrimento de implantes. Para tanto, corpos-de-prova em forma de disco (15 x 5,0 mm) foram fornecidos pela empresa Nobel Biocare, os quais possuíam recobrimento poroso, semelhante àquela utilizada nos implantes dentários, obtidos de duas diferentes formas: recobrimento aplicado antes ou após sinterização. O processo de degradação foi conduzido em vapor de água a 140, 134 ou 120°C ou em água a 90°C, em diferentes tempos dependendo da temperatura. A cinética da degradação foi avaliada por dois métodos: difração de raios-X, para identificação da quantidade de fase monoclinica e por microscopia eletrônica de varredura para determinação da profundidade da zona transformada. Além disso, foi mensurada a resistência à flexão dos espécimes. Os resultados mostraram que de uma maneira geral que os espécimes recobertos após sinterizados apresentaram degradação mais rápida que os recobertos antes da sinterização. A quantidade de fase monoclinica alcançou níveis em torno de 84% em ambos os grupos. A profundidade da zona transformada variou linearmente de acordo com o tempo de armazenamento. Houve redução significativa da resistência após 5 horas de armazenamento. Os autores concluíram que apesar de poder melhorar a osseointegração, a cobertura de superfície deve ser cuidadosamente controlada para que sejam evitados problemas críticos no futuro uma vez que qualquer modificação pode mudar dramaticamente a resistência à degradação hidrotérmica.

Mochales e colaboradores<sup>24</sup>, em 2011, realizaram um estudo a respeito da transformação de fase monoclinica da zircônia induzida por alterações de superfície como desgaste e polimento. Para tanto foram obtidos corpos-de-prova em forma de barra com comprimento e largura de 20 x 4,0 com alturas de 200, 400 e 800 µm. Três alterações de superfície foram usadas: polimento, desgaste e resistência à flexão em quatro pontos. As amostras foram avaliadas por meio de microscopia eletrônica de varredura, difratometria de raios-X e tomografia. Os resultados mostraram que a rugosidade, Ra, em µm, após polimento e antes da sinterização foi de 0,9; 1,32 nos espécimes sinterizados; e 0,78 para os espécimes polidos após sinterização. O desgaste, assim como a fratura em quatro pontos, exibiu valores de rugosidade acima de 4 µm. As imagens de microscopia mostraram aspecto áspero, porém homogêneo.

A fratura ocorreu em diferentes planos. Os dados de difração de raios-X mostraram que as amostras com polimento apresentaram aproximadamente 90% de fase tetragonal, 8% de cúbica e 2% de monoclinica e nas amostras fraturadas a quantidade de fase monoclinica alcançou 15%. As análises de tomografia mostraram que a profundidade de transformação ocorre de 2-5  $\mu\text{m}$ . Os autores concluíram que a penetração da zona de transformação depende da severidade e da forma de carregamento, devendo os clínicos manipular de maneira cuidadosa as peças em zircônia para minimizar a transformação de fase.

Amaral e colaboradores<sup>7</sup>, em 2013, realizaram um estudo a respeito da degradação hidrotérmica da zircônia após tratamentos de superfície. Para tanto, foram confeccionados corpos-de-prova em forma de disco distribuídos em quatro grupos: sem tratamento, como controle (C); jateamento com óxido de alumínio recoberto por sílica 30  $\mu\text{m}$  (Si); jateamento com óxido de alumínio 30  $\mu\text{m}$  (Al); desgaste com fresa diamantada (Gr). Metade das amostras foi submetida ao armazenamento em autoclave por 12 horas a 127°C e 1,5 bar. As amostras foram caracterizadas por meio de difração de raios-X, perfilometria e resistência à flexão. Os resultados mostraram que todos os grupos apresentaram aumento no conteúdo monoclinico após a degradação hidrotérmica. O aumento na fase monoclinica foi mais expressivo no grupo controle, o qual também apresentou um aumento significativo na resistência à flexão. O grupo desgastado com fresa diamantada também apresentou aumento na resistência, porém menor rugosidade inicial, o que provavelmente suprimiu a degradação hidrotérmica na superfície. Os corpos-de-prova submetidos ao jateamento exibiram maior quantidade de fase monoclinica inicial e menor aumento nesta fase após degradação hidrotérmica, sem alteração na resistência. Os autores concluíram que os efeitos da degradação hidrotérmica foram diferentes entre os grupos experimentais, sendo que aparentemente a degradação pode ser suprimida por uma superfície mais lisa ou pela presença de fase monoclinica inicial na superfície da zircônia.

Denry e Kelly<sup>19</sup>, em 2014, realizaram um estudo de revisão a respeito dos novos materiais cerâmicos empregados na Odontologia, dando um enfoque para os desafios específicos para a zircônia monolítica, destacando a composição das fases, aspectos das técnicas de fabricação e sinterização. Os autores comentam sobre o processo de obtenção dos blocos de zircônia, fazendo uma introdução sobre as características cristalinas do material, suas fases monoclinica, tetragonal e cúbica e como ocorre a

interação elas no processo de tenacificação frente a tensões. Discorrem sobre a forma de obtenção dos blocos, sobre o desafio do ponto de vista das características óticas desta cerâmica cristalina, como a reprodução de cor pela adição de óxidos, infiltração de sais metálicos, obtenção de um material com maior translucidez pela modificação do tamanho dos grãos. Abordam também o dissilicato de lítio reforçado por zircônia, falando sobre a estrutura cristalina deste material e de como é obtido na tentativa de se alcançar um material que alie resistência e translucidez. Um outro material descrito pelos autores é a cerâmica infiltrada por polímero, onde uma matriz cerâmica com certa porosidade é obtida a qual é infiltrada por polímero, obtendo-se um material com propriedades intermediárias entre as resinas compostas e as cerâmicas. Em relação à sinterização, são apresentadas as técnicas por micro-ondas e por plasma (*spark plasma sintering*). Os autores concluem que grande progresso tem sido alcançado no desenvolvimento e no processamento das cerâmicas nos últimos anos e que deve haver cautela na seleção do material a ser empregado, respeitando-se sempre a recomendação dos fabricantes.

Flinn e colaboradores<sup>17</sup>, em 2014, realizaram um estudo sobre os efeitos da degradação hidrotérmica em três tipos de zircônia dentárias, abordando aspectos como resistência à flexão e quantidade de fase monoclinica. Para tanto, corpos-de-prova em forma de barras finas (22 x 3,0 x 0,2 mm) foram obtidos de três marcas comerciais de zircônia: Prettau, Zirprime e ZirTough, envelhecidas em autoclave (134°C, 0,2 MPa) por diferentes tempos: 5, 50, 100, 150 e 200 horas ou em condições industriais de envelhecimento (180°C, 1,0 MPa) por 8, 16, 24 e 48 horas. A transformação de fase cristalina foi mensurada por meio de difração de raios-X e a resistência à flexão por meio de ensaio de quatro pontos e a superfície fraturada analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura. Foi averiguada a correlação entre a resistência à flexão e o conteúdo monoclinico. Os resultados mostraram que após 200 horas a 134°C e 0,2 MP, a todas as amostras de Prettau fraturaram, partindo de valores de 1328 MPa; as amostras de Zirprime partiram de valores de 1041 MPa para 779 MPa e as amostras de ZirTough de 1436 MPa para 1243 MPa. A quantidade de fase monoclinica na mesma condição foram de 3,08 para 78,8 % para Prettau, de 1,95 para 74,8 % para Zirprime e de 12,4 para 31,4 % para ZirTough. Na condição de 180°C a 1,0 MPa por 16 horas, todas as amostras de Prettau fraturaram espontaneamente, as amostras de Zirprime passaram de 1040 para 595 MPa e as amostras de ZirTough passaram de 1436 para 1068 MPa. A

quantidade de fase monoclinica nessa condição passou de 3,08 para 79,0 % para Prettau, de 1,95 para 68,1 % para Zirprime e de 12,4 para 39,5 % para ZirTough. A resistência à flexão diminuiu à medida que se aumentava o conteúdo monoclinico em todos os grupos, com coeficiente de correlação de -0,71 a -1,0. Os autores concluíram que a degradação hidrotérmica gerou redução na resistência à flexão da zircônia, resultado da transformação de fase da estrutura cristalina do material e que a zircônia ZirTough apresentou menor diminuição da resistência bem como menor quantidade de fase monoclinica após envelhecimento.

Zhang<sup>21</sup>, em 2014, realizou um estudo a respeito de como se obter uma zircônia translúcida tetragonal estabilizada por ítria. Em seu estudo, objetivou fornecer um guia para o desenvolvimento de uma zircônia tetragonal com aumento da translucidez. Como parâmetro para medir a translucidez, foi utilizado o modelo de espalhamento Rayleigh que leva em consideração parâmetros como a espessura, o tamanho do grão e a birrefringência do material. Para predizer o limite de translucidez e o tamanho crítico do grão foram utilizados diferentes tamanho (0,3 a 2,0 mm). O valor crítico adotado como referência foi a de uma porcelana feldspática de 1 mm de espessura. Os resultados mostraram que houve aumento na translucidez com a redução no tamanho do grão e na espessura. Para a obtenção de uma zircônia tão translúcida quanto uma porcelana feldspática, a uma espessura de 1,3 mm, o tamanho médio do grão deve ser de 82 nm; para espessura de 1,5 mm, 77 nm e para espessura de 2,0 mm, de 70 nm. Os autores concluíram que com a redução do tamanho do grão, pode ser obtida a zircônia translúcida.

Pereira e colaboradores<sup>32</sup>, em 2015, realizaram um estudo a respeito do efeito da degradação hidrotérmica no comportamento mecânico da zircônia após desgaste. Para tanto, foram confeccionados corpos-de-prova em forma de disco (15 x 1,2 mm) e divididos de acordo com dois fatores: o primeiro sendo desgaste: sem desgaste, como controle (Ctrl); desgaste com fresa de granulação fina (Xfine) e desgaste com fresa de granulação grossa (Coarse) e o segundo fator sendo degradação hidrotérmica: ausência ou presença. O desgaste foi realizado com contra ângulo com irrigação e a degradação em autoclave a 134°C, 2 bar, por 20 horas. A análise da topografia de superfície mostrou aumento na rugosidade compatível com a granulação da fresa (Coarse>Xfine>Ctrl), e a degradação gerou diferentes efeitos na rugosidade (Ctrl Ag<Ctrl; Xfine Ag<Xfine; Coarse Ag>Coarse). O desgaste e o envelhecimento promoveram um aumento na fase monoclinica, porém diferentes suscetibilidades à



degradação foram observadas. As análises de Weibull mostraram aumento na resistência característica após desgaste ( $Coarse = X_{fine} > Ctrl$ ), porém após envelhecimento foram observados diferentes efeitos ( $Ctrl < Ctrl Ag$ ;  $X_{fine} = X_{fine Ag}$ ;  $Coarse > Coarse Ag$ ). Os módulos de Weibull foram estatisticamente semelhantes. Os autores concluíram que o desgaste aumentou a resistência característica pelo aumento do conteúdo monocínico e que quando a zircônia desgastada com fresa de granulação grossa foi submetida ao envelhecimento, a resistência característica diminuiu, significando que a degradação foi intensificada na superfície mais rugosa.

Sailer e colaboradores<sup>16</sup>, em 2015, realizaram um estudo de revisão sistemática em relação às taxas de sobrevida e das complicações sejam elas biológicas, técnicas ou estéticas envolvidas com coroas totalmente cerâmicas comparadas às metalocerâmicas. Para tanto, foi realizado um levantamento nas bases de dados Medline, Embase, Cochrane Central Register of Controlled Trials no período de 2006 a 2013, buscando por estudos clínicos envolvendo próteses convencionais sobre dentes acompanhadas por uma média de pelo menos três anos. Além disso, foram incluídos 34 estudos de revisão sistemática prévia. Foram selecionados um total de sessenta e sete estudos, os quais avaliaram um total de 4663 coroas metalocerâmicas e 9434 coroas totalmente cerâmicas. Após avaliação dos estudos e realização de metanálise, os estudos indicaram uma taxa de sobrevida das coroas metalocerâmicas em cinco anos, de 94,7%, similar às taxas de sobrevida das coroas totalmente cerâmicas de leucita ou dissilicato de lítio, de 96,6%, das coroas de alumina infiltrada, de 94,6%, e das coroas de alumina e zircônia, de 96%, também considerando cinco anos. As coroas puras de porcelana feldspática, por sua vez, mostraram menor taxa de sobrevida. Considerando a região onde foram instaladas, anterior ou posterior, as coroas de porcelana feldspática e as de zircônia exibiram menores taxas na região posterior, sendo que os outros tipos de coroa apresentaram desempenho similar entre si. As coroas com infraestrutura de zircônia apresentaram maiores índices de perda devido à fratura da porcelana de cobertura e maior índice de perda de retenção quando comparadas às coroas metalocerâmicas. Os autores concluíram que as taxas de sobrevida da maioria dos tipos de coroas totalmente cerâmicas são similares às das metalocerâmicas quando empregadas na região anterior. As coroas com infraestrutura em zircônia não devem ser consideradas primeira escolha devido às altas taxas de incidência de problemas técnicos.

Sulaiman e colaboradores<sup>22</sup>, em 2015 realizaram um estudo para avaliar a zircônia monolítica em relação ao efeito do polimento no brilho do material, em relação à translucidez, irradiância e energia irradiante da zircônia em diferentes espessuras. Foram utilizadas quatro marcas comerciais de zircônia parcialmente estabilizada e uma de zircônia totalmente estabilizada, em diferentes espessuras (0,5; 0,7; 1,0; 1,2; 1,5 e 2,0 mm). Uma zircônia parcialmente estabilizada indicada para infraestrutura foi utilizada como controle. O brilho superficial e a translucidez foram avaliados por meio de espectrofotômetro. A irradiância total e a energia irradiante transmitida através de cada espécime foi quantificada pelo calibrador MARC, antes e após os espécimes serem submetidos ao polimento. O brilho superficial foi significativamente afetado pelo polimento, independente da marca comercial e da espessura. A translucidez variou entre 5,65 a 20,40 antes do polimento e 5,10 a 19,95 após polimento, sendo a amplitude de valores dada pelas diferentes marcas comerciais, sendo que o grupo controle apresentou menor translucidez, juntamente com o material Prettau e a maior translucidez apresentada pelo material Prettau Anterior. Houve uma relação inversamente proporcional entre a translucidez, energia irradiada e a espessura da zircônia e o grau de cada fator foi marca comercial dependente. Os autores concluíram que a seleção da marca comercial, a espessura e o polimento podem afetar o desempenho clínico em relação às propriedades óticas das restaurações confeccionadas em zircônia monolítica e que a zircônia totalmente estabilizada é mais suscetível ao polimento e apresenta maior translucidez em relação à zircônia parcialmente estabilizada.

Cattani-Lorente e colaboradores<sup>33</sup>, em 2016, realizaram uma comparação de previsões numéricas com dados experimentais depois de dois anos de armazenamento de uma zircônia translúcida. Para tanto, espécimes com superfícies desgastadas ou polidas foram submetidas a degradação hidrotérmica em vapor de água sob diferentes temperaturas e pressões. A quantidade de fase monoclinica foi quantificada por difração de raios-X. A dureza e o módulo de elasticidade também foram avaliados, antes e após a degradação, avaliados por meio de nanoindentação. Os dados mostraram que os espécimes desgastados apresentaram melhor resistência à degradação quando comparados aos espécimes polidos. Correlação positiva foi encontrada entre os valores preditivos e os dados experimentais obtidos após envelhecimento a 37°C durante 2 anos. A degradação hidrotérmica levou a uma diminuição significativa do módulo de elasticidade e dureza em ambos os grupos. Os

autores concluíram que a zircônia translúcida foi suscetível à degradação hidrotérmica em vapor de água a 134°C e que o desgaste leve aumenta a resistência à degradação, por outro lado, as taxas de transformação podem aumentar quando o processo de transformação exceder 2µm de profundidade. Além disso concluíram que as porções de transformação calculadas e as realizadas experimentalmente são compatíveis e que mecanicamente a degradação reduz a dureza e o módulo de elasticidade da zircônia, independente do tratamento de superfície aplicado, desgaste ou polimento.

Guilard e colaboradores<sup>47</sup>, em 2016, realizaram um estudo para avaliar a micro morfologia de superfície, a transformação de fase e a confiabilidade mecânica da zircônia monolítica após desgaste e envelhecimento hidrotérmico. Para tanto foram confeccionados discos de zircônia (15 x 1,2 mm) os quais foram distribuídos aleatoriamente em seis grupos de acordo com dois fatores: desgaste (sem desgaste, como controle; desgaste com fresa diamantada de granulação extrafina, 30µm; desgaste com fresa diamantada de granulação grossa, 151 µm) e envelhecimento hidrotérmico (com ou sem). Os desgastes foram realizados em movimentos oscilatórios com peça de mão sob constante refrigeração com água. A degradação hidrotérmica foi conduzida em autoclave a 134°C, 2 bars durante 20 horas. Foram avaliadas a rugosidade da superfície, a transformação de fase, e a confiabilidade mecânica da zircônia. Os resultados mostraram que a rugosidade aumentou significativamente após o desgaste de acordo com a granulação da fresa (grossa > extrafina > controle) e que o envelhecimento hidrotérmico promoveu efeitos distintos (sem alteração nos grupos sem desgaste e desgaste com fresa de granulação grossa e redução na rugosidade quando utilizada fresa de granulação extrafina). Tanto o desgaste como o envelhecimento promoveram um aumento na quantidade de fase monoclinica. A resistência característica foi aumentada nos grupos desgastados em relação ao controle, sem efeitos adversos após envelhecimento. Nem o desgaste nem o envelhecimento causaram redução na confiabilidade do material. Os autores concluíram que nem o desgaste e nem o envelhecimento resultaram em qualquer efeito prejudicial sobre as propriedades mecânicas da cerâmica Y-TZP, mesmo sendo observado aumento na rugosidade e na quantidade de fase monoclinica.

Pereira e colaboradores<sup>35</sup>, em 2016, realizaram uma revisão sistemática com meta-análise a respeito da degradação hidrotérmica da zircônia estabilizada por ítria com o intuito de investigar se na literatura a degradação hidrotérmica em autoclave promove impactos negativos nas propriedades mecânicas e características

superficiais da zircônia comparadas àquelas sem armazenamento. Para tanto, foram pesquisados artigos no PubMed relacionados ao tema, de idioma inglês, sem limite de ano de publicação. De 413 estudos elegíveis, 49 foram selecionados para análise do texto completo, 19 foram incluídos na revisão sistemática com 12 deles considerados para a meta-análise. Dois revisores selecionaram os estudos de maneira independente, extraíram os dados e avaliaram os riscos de vieses. Análise estatística foi realizada usando o RevMan 5.1 com modelo de efeitos variados com nível de significância de 0,05. Análise descritiva do conteúdo de fase monoclinica mostrou que o envelhecimento em autoclave promoveu aumento desta fase variando de 0 a 13,4% antes e 2,13 a 81,4% após, com intensidade associada à suscetibilidade do material e aos parâmetros utilizados como tempo, temperatura e pressão. A análise do risco de viés mostrou que apenas um estudo apresentou alto risco, enquanto que a maioria apresentou risco médio. Cinco meta-análises associando os fatores envelhecimento e controle foram realizadas considerando análises globais e de subgrupos, como pressão, tempo, temperatura e quantidade de fase monoclinica para os dados de resistência à flexão. Nas análises globais, diferença estatisticamente significativa foi observada entre as condições em favor dos grupos sem envelhecimento. As análises de subgrupos apresentaram diferença estatisticamente significativa favorecendo os grupos sem envelhecimento para tempos maiores que 20 horas, por outro lado, para tempos menores que 20 horas, não houve diferença entre os grupos. A análise do subgrupo pressão mostrou diferença estatisticamente significativa apenas quando empregada pressão superior a 2 bar, favorecendo os grupos não envelhecidos. Análise do subgrupo temperatura mostrou diferença estatisticamente significativa apenas quando temperatura de 134°C foi utilizada, favorecendo os grupos não envelhecidos. A análise da quantidade de fase monoclinica apresentou diferença estatisticamente significativa quando mais de 50% de fase monoclinica foi observada, favorecendo os grupos não envelhecidos. Alta heterogeneidade foi encontrada em algumas comparações. Envelhecimento em autoclave promoveu degradação hidrotérmica, tendo impacto negativo nas propriedades mecânicas da zircônia estabilizada por ítria. Contudo, os efeitos da degradação hidrotérmica dependem de alguns parâmetros metodológicos, indicando que o tempo de armazenagem maior que 20 horas, pressão maior que 2 bar e temperatura de 134°C são os parâmetros ideais para promover os efeitos da

degradação hidrotérmica, e que esses efeitos são observados somente quando mais de 50% de conteúdo monoclinico é observado.

Zhang e colaboradores<sup>18</sup>, em 2016, realizaram um estudo a fim de se averiguar a resistência, tenacidade, estabilidade ao armazenamento e propriedades óticas da zircônia estabilizada por ítria de alta translucidez. Para tanto, cinco diferentes composições de zircônia foram utilizadas, sendo três marcas comerciais e duas experimentais, as quais foram sinterizadas e caracterizadas por meio de difração de raios-X, com análise de Rietveld e microscopia eletrônica de varredura. A translucidez foi avaliada por meio de colorímetro, o qual permitiu a avaliação dos parâmetros de translucidez (TP) e taxa de contraste (CR). Também foi avaliada a resistência à flexão em quatro pontos, a tenacidade à fratura e a dureza Vickers. A estabilidade ao armazenamento foi avaliada mensurando a transformação de fase após envelhecimento em autoclave a 134°C. Os resultados mostraram que a diminuição do conteúdo de alumina abaixo de 0,25% em massa evitou a formação de partículas de alumina e assim aumentou a translucidez da zircônia, porém com redução da estabilidade ao armazenamento. Uma maior concentração de ítria, 5 mol%, gerou a formação de 50% de fase cúbica e deu origem a uma zircônia mais translúcida e mais resistente ao envelhecimento, porém com redução na tenacidade à fratura e resistência. A adição de 0,2 mol% de óxido de lantânio adaptou a estabilidade química dos grãos, causando um aumento significativo da resistência ao armazenamento e da translucidez. Os autores concluíram que apesar do aumento da translucidez causado pelo óxido de lantânio, este foi menos efetivo que o aumento substancial da quantidade de zircônia cúbica, sendo capaz de manter as propriedades mecânicas das zircônias estabilizadas por ítria convencionais.

Chun e colaboradores<sup>41</sup>, em 2017, realizaram um estudo da análise microestrutural e da confiabilidade da zircônia monolítica após simulação de protocolos de ajustes. Para tanto discos de zircônia de alta translucidez foram divididos em seis grupos de acordo com o protocolo utilizado: sem tratamento, como controle; aplicação de glaze; desgaste com fresa diamantada seguido da aplicação de glaze; desgaste com fresa diamantada; fresa diamantada seguido de polimento e glaze; desgaste com fresa diamantada seguido de polimento. Foi realizado teste de resistência à flexão previamente à realização do teste de fadiga acelerada. Foram obtidas imagens em estereomicroscópio e MEV, a microestrutura foi analisada por difração de raios-X e obtida a rugosidade da superfície. Além disso foi realizada

análise de confiabilidade por Weibull e a confiabilidade para 300.000 e 600.000 ciclos a 200N. Os dados mostraram que a zircônia não tratada apresentou a menor probabilidade de sobrevivência após 600.000 ciclos a 200N comparada àquela desgastada com broca diamantada + glaze e desgastada + polimento. O polimento final com borrachas diamantadas gerou uma superfície mais homogênea, comparada às do grupo com aplicação de glaze. Os autores concluíram que a zircônia apresenta maior sobrevivência quando recebe glaze após desgaste ou quando recebe acabamento com kits de polimento.

Cotic e colaboradores<sup>44</sup>, em 2017, realizaram um estudo em relação à cinética do envelhecimento e a resistência da zircônia parcialmente estabilizada submetida ao jateamento. Foram confeccionados corpos-de-prova em forma de disco (15 x 1,5 mm) de zircônia com e sem jateamento, os quais foram submetidos ao envelhecimento hidrotérmico a 134°C por um período de até 480 horas. A resistência à flexão biaxial foi mensurada e a quantidade de fase monoclinica determinada pela difração de raios-X. A profundidade da zona de transformação foi observada em seções transversais utilizando imagens de microscopia eletrônica de varredura. A regressão linear segmentada foi utilizada para analisar a resistência à flexão e a profundidade da zona de transformação em função do tempo de envelhecimento. Foi detectada cinética de envelhecimento linear de dois passos nos corpos-de-prova jateados, mostrando diferentes microestruturas através da qual o processo de envelhecimento progride em direção ao interior do material. Uma zona de alteração de 10 µm de espessura abaixo da superfície jateada foi envolvida tanto na tenacificação como no aumento da resistência ao envelhecimento. Quando esta zona foi removida pelo processo de degradação, a resistência da zircônia e a velocidade da degradação retornou aos valores mensurados antes do jateamento. Mesmo após longos períodos de envelhecimento, a resistência dos grupos jateados não foi menor do que a dos grupos sem jateamento. Os autores concluíram que tanto a cinética de envelhecimento como a resistência à flexão foram significativamente afetadas pelo jateamento, o qual alterou a microestrutura sub superficial e a composição de fase. O jateamento não é prejudicial para a estabilidade da zircônia parcialmente estabilizada.

Flinn e colaboradores<sup>42</sup>, em 2017 realizaram um estudo para avaliar a influência do envelhecimento hidrotérmico na resistência à flexão da zircônia translúcida utilizada em restaurações monolíticas. Para tanto, corpos-de-prova em forma de barra (22 x 3,0 x 0,2 mm) foram confeccionados a partir da zircônia monolítica de quatro

marcas comerciais: Katana ML, Katana HT13, Prettau e BruxZir e envelhecidos em autoclave (134°C a 0,2 MPa) por diferentes períodos de tempo: 5, 50, 100, 150 e 200 horas. Houve um grupo sem envelhecimento que serviu como controle. Foi realizado teste de resistência à flexão em 4 pontos, análise da fratura e composição cristalina. Além disso foi realizado um estudo de correlação entre os efeitos da degradação na resistência à flexão e conteúdo de fase monoclinica. Os resultados mostraram que a degradação causou aumento de fase monoclinica em todos os corpos-de-prova. Com 200 horas de envelhecimento, houve transformação de fase de pelo menos 33,2% até 76,1% nas diferentes marcas comerciais. A resistência à flexão das marcas Prettau e BruxZir diminuiu com o aumento da fase monoclinica, enquanto que nenhuma alteração significativa ocorreu nas marcas Katana ML e Katana HT13. Os autores concluíram que o envelhecimento hidrotérmico da zircônia resultou na redução significativa da resistência à flexão da Prettau e BruxZir, enquanto Katana ML e Katana HT13 apresentaram menor degradação e sem redução significativa na resistência flexural.

Mohammadi-Bassir e colaboradores<sup>25</sup>, em 2017, realizaram um estudo para se avaliar o efeito do desgaste, da aplicação de glaze e de dois sistemas de polimento na resistência à flexão, na rugosidade de superfície e na transformação de fase da zircônia estabilizada por ítria. Para tanto, foram obtidos corpos-de-prova em forma de barra (20 x 4,0 x 2,0 mm) os quais foram divididos em cinco grupos: sem tratamento de superfície, como controle (C); desgaste com fresa diamantada (Gr); Desgaste e aplicação de glaze (Gl); Desgaste e polimento com kit de dois passos (BP); Desgaste e polimento (MP). Foi avaliada a rugosidade por profilometria, quantidade de fase monoclinica por difração de raios-X, topografia de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura e resistência à flexão em três pontos. Os resultados mostraram diferenças estatisticamente significantes entre os grupos em relação à rugosidade e resistência à flexão. Os maiores valores de rugosidade foram encontrados no grupo desgaste com fresa diamantada e os menores no grupo desgaste e glaze (Gl), significativamente diferentes entre si. Os dois sistemas de polimento (BP e MP) não apresentaram diferença em relação à rugosidade. Os maiores valores de resistência à flexão foram encontrados no grupo desgaste, sem diferença com os grupos dos dois sistemas de polimento. Os menores valores de resistência à flexão foram encontrados no grupo desgaste e glaze, com valores semelhantes ao controle. Em relação à fase monoclinica, esta foi observada no grupo desgaste (26%), BP (24%) e MP (23%), por

outro lado, não foi observada fase monoclinica nos grupos com glaze e controle. As imagens de microscopia mostraram riscos unidirecionais após desgaste, os quais foram reduzidos após glaze e polimento. Os autores concluíram que a rugosidade aumentou significativamente após desgaste e que o polimento e o glaze foram capazes de reduzir esta propriedade de maneira similar. O glaze após o desgaste reduziu significativamente os valores de resistência à flexão, o que não aconteceu com o polimento.

Muñoz e colaboradores<sup>30</sup>, em 2017, realizaram um estudo dos efeitos do envelhecimento hidrotérmico e mecânico na resistência à flexão e microestrutura da zircônia monolítica anterior e posterior. Para tanto, corpos-de-prova em forma de disco (12 x 1,2 mm) foram obtidos de três diferentes materiais: zircônia monolítica anterior, zircônia monolítica posterior e zircônia convencional, os quais foram submetidos a diferentes tratamentos: envelhecimento hidrotérmico, mecânico ou associação de ambos. Foram avaliados a resistência à flexão biaxial, o módulo de Weibull e a resistência característica, além da composição da fase cristalina e tamanho de grão. Os resultados mostraram que a zircônia monolítica anterior não é suscetível à transformação de fase cristalina, por outro lado os dois outros materiais apresentaram transformação de fase nos tratamentos hidrotérmico e associação de hidrotérmico e mecânico. A resistência à flexão da zircônia monolítica anterior foi menor que a dos outros materiais. Foi identificada fase cúbica nos materiais zircônia monolítica anterior e zircônia convencional em todos os tratamentos e na zircônia monolítica posterior apenas após envelhecimento hidrotérmico e associação deste com o mecânico. A resistência à flexão foi alterada na zircônia monolítica anterior após envelhecimento mecânico e associação entre hidrotérmico e mecânico. Para os outros materiais, a única diferença encontrada foi entre o envelhecimento mecânico e o hidrotérmico. O módulo de Weibull foi afetado pelo envelhecimento hidrotérmico. Em relação ao tamanho dos grãos, a zircônia monolítica anterior exibiu os maiores tamanhos, seguida da zircônia monolítica posterior e da convencional. Os autores concluíram que a zircônia monolítica anterior possui maior tamanho de grão, menor resistência à flexão e foi afetada pelo envelhecimento mecânico. A transformação monoclinica não foi observada para a zircônia monolítica anterior em nenhum dos tratamentos, mas foi observada nas outras duas zircônias quando utilizado o envelhecimento hidrotérmico ou quando este foi associado com o mecânico. Concluíram também que o envelhecimento hidrotérmico aumenta a probabilidade de fratura.



Sulaiman e colaboradores<sup>50</sup>, em 2017, realizaram um estudo para avaliar o efeito da pigmentação, do jateamento e do envelhecimento hidrotérmico na resistência à flexão da zircônia totalmente estabilizada comparada à zircônia parcialmente estabilizada. Foram confeccionados corpo-de-prova em forma de barra (25 x 2,0 x 2,0 mm) de uma zircônia convencional para infraestrutura, como controle, de duas zircônias monolíticas, uma parcialmente e uma totalmente estabilizada as quais foram divididas em seis grupos experimentais: sinterização convencional; sinterização à vácuo; pigmentação; jateamento; combinação de envelhecimento hidrotérmico após sinterização convencional e combinação de envelhecimento hidrotérmico após sinterização à vácuo. A carga crítica à fratura foi determinada pela aplicação de carga monotônica uniaxial. A resistência à flexão da zircônia convencional e da parcialmente estabilizada (1034 e 1008 MPa) foram significativamente maiores que a da totalmente estabilizada (582 MPa). O jateamento aumentou significativamente a resistência à flexão das zircônias convencional e parcialmente estabilizada (1413 e 1227 MPa), porém causou a diminuição da resistência da zircônia totalmente estabilizada (442 MPa). A pigmentação, o envelhecimento hidrotérmico e a sinterização à vácuo não exibiram efeitos significativos em nenhum dos materiais. Os autores concluíram que a zircônia totalmente estabilizada pode ter um comportamento diferente da zircônia convencional e da parcialmente estabilizada, especialmente em relação ao jateamento, o qual pode enfraquecer o primeiro tipo de material. A resistência da zircônia parcialmente estabilizada é aproximadamente o dobro da observada para a totalmente estabilizada. Ambas as zircônias exibiram resistência ao envelhecimento hidrotérmico.

Zucuni e colaboradores<sup>26</sup>, em 2017, realizaram um estudo com o intuito de avaliar a resistência à fadiga, as características de superfície e a transformação de fase da zircônia submetida ao desgaste, polimento, aplicação de glaze e tratamento térmico. Para tanto, foram confeccionados corpos-de-prova em forma de disco (15 x 1,2 mm) os quais foram divididos em cinco grupos, de acordo com a condição experimental: Controle, sem tratamento; desgaste com fresa diamantada de granulação grossa; desgaste e tratamento térmico; desgaste e glaze; desgaste, polimento e glaze. Foram conduzidas as seguintes análises: rugosidade, topografia de superfície, transformação de fase e resistência à fadiga pelo método de escada. Todos os tratamentos, de alguma forma, influenciaram as características de superfície da zircônia, sendo o polimento capaz de reduzir a rugosidade, a quantidade de fase

monoclínica e de aumentar a resistência à fadiga. A aplicação do glaze foi capaz de reduzir a rugosidade, porém promoveu os menores valores de resistência à fadiga. O tratamento térmico teve pouco efeito na rugosidade, reduziu completamente a presença de fase monoclínica, porém sem melhoria na resistência à fadiga. Os autores concluíram que o protocolo de polimento após desgaste de restaurações monolíticas de zircônia é obrigatório para melhorar as características de superfície e o comportamento sob fadiga do material.

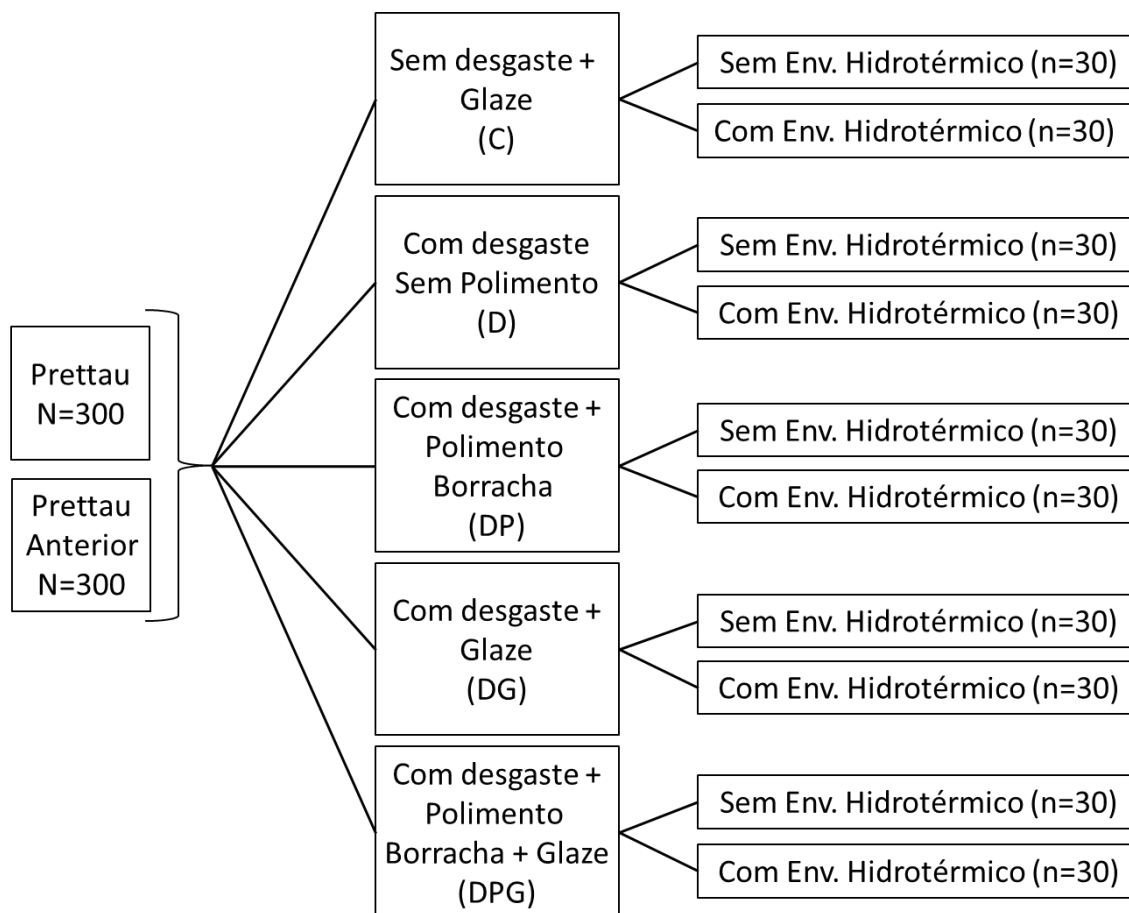
Khayat e colaboradores<sup>49</sup>, em 2018, realizaram um estudo a respeito do efeito do desgaste e do polimento na rugosidade e resistência à flexão da zircônia monolítica. Discos de zircônia (15 x 1,5 mm) de alta translucidez foram sinterizados e receberam aplicação de glaze de acordo com as recomendações do fabricante foram distribuídos em quatro grupos: G: desgaste; GPB e GPK: desgaste e polimento com diferentes sistemas de polimento e C: controle. Todos os corpos-de-prova foram submetidos ao envelhecimento hidrotérmico em autoclave a 134 °C, 200 kPa por 3 horas. A rugosidade média foi mensurada utilizando interferometria ótica em três momentos: após a confecção do espécime; após desgaste e polimento e após envelhecimento hidrotérmico. A resistência à flexão biaxial foi mensurada usando velocidade de 0,5 mm/min. O grupo G apresentou maior média de rugosidade após envelhecimento (1,96  $\mu\text{m}$ ) que os grupos controle e polimento, os quais não exibiram diferença entre eles (GPB: 1,12  $\mu\text{m}$ ; GPK: 0,88  $\mu\text{m}$ ; C: 0,87  $\mu\text{m}$ ). Comparada à do grupo após confecção, a rugosidade dos grupos G e GPB aumentaram significativamente após os tratamentos de superfície e após envelhecimento enquanto que o envelhecimento não alterou significativamente a rugosidade dos grupos GPK e controle. O grupo G mostrou a menor resistência à flexão (879,01 MPa) e o maior valor foi observado no grupo controle (962,40 MPa); sem diferenças estatisticamente significativas entre os grupos. Além disso, nenhuma correlação significativa foi detectada entre a rugosidade e a resistência à flexão. Os autores concluíram que o desgaste aumentou a rugosidade da zircônia, enquanto que um adequado polimento resultou em uma superfície mais lisa, comparada à superfície com glaze. Os resultados não forneceram evidências de que o desgaste e o polimento afetam a resistência à flexão após envelhecimento.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Grupos experimentais

Dois tipos de zircônia indicadas para restaurações monolíticas foram utilizados neste estudo: uma zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) (Prettau – Zirkonzahn) e uma totalmente estabilizada (FSZ) (Prettau Anterior – Zirkonzahn), as quais foram submetidas a diferentes protocolos de acabamento, dispostos na Figura 1.

**Figura 1 – Composição dos grupos experimentais**



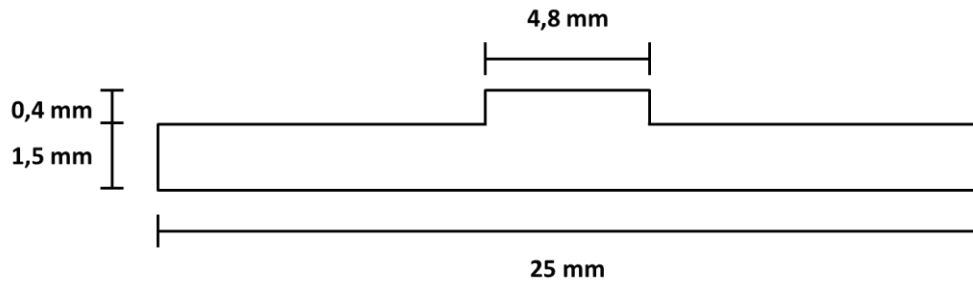
Fonte: Elaboração própria.

### 4.2 Obtenção dos corpos-de-prova

Blocos de zircônia monolítica (Prettau e Prettau Anterior) foram cortados em cortadeira metalográfica ISOMET 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) utilizando-se disco diamantado (Series 15LC Diamond, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob irrigação com água de forma a obter 300 corpos-de-prova com dimensões específicas de acordo com o grupo experimental a que pertenceram. Os corpos-de-prova pré-

sinterizados tinham as dimensões de 25 mm x 5,0 mm x 1,5 mm sendo que somente aqueles que receberam desgaste possuíam um degrau positivo de 0,4 mm em altura na região central (Figura 2).

**Figura 2 – Dimensões do corpo-de-prova pré-sinterizado**

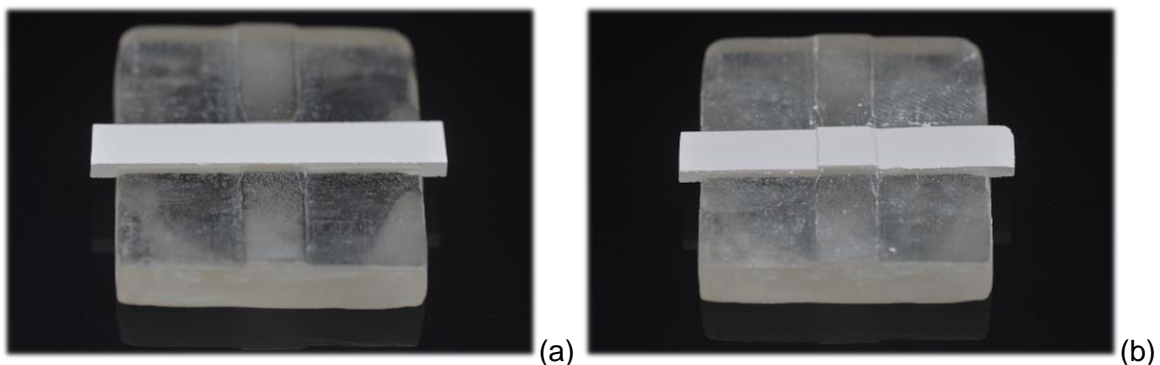


Representação esquemática dos corpos-de-prova pré-sinterizados submetidos ao desgaste.

Fonte: Elaboração própria.

Após o corte, as barras receberam acabamento com pontas de silicone (Exacerapol, Edenta – Labordental, Hauptstrasse, Suíça) para remoção de irregularidades das margens. Para adquirirem o formato proposto, os espécimes pré-sinterizados foram inseridos em uma matriz de resina acrílica que permitia que fossem reduzidas em altura as porções das extremidades, permitindo que a porção central adquirisse as dimensões adequadas (Figuras 3a e 3b). Tal redução foi realizada em baixa rotação com discos de acabamento para resina composta (Super-Snap L506 – Shofu Dental Corporation, Kyoto, Japão), sendo substituídos a cada dez corpos-de-prova.

**Figura 3 – Corpo-de-prova antes e após a redução das extremidades**



Corpo-de-prova pré-sinterizado adquirindo formato desejado.

Fonte: Elaboração própria.

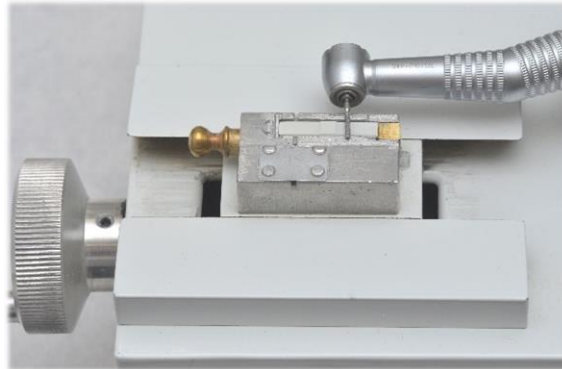
Foi realizado polimento úmido de todos os grupos experimentais com lixa de carbetto de silício 800 e 1400 (Norton Saint-Gobain, Guarulhos, SP, Brasil), sempre no sentido do longo eixo do corpo-de-prova, para padronização da superfície. Em seguida foram limpos com água destilada em ultrassom durante 120 segundos.

O procedimento de sinterização foi conduzido no forno inFire HTC speed (Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha) seguindo o protocolo de sinterização para cada tipo de zircônia, sendo alcançada temperatura final de 1600°C, mantida por 120 minutos, para a zircônia Prettau, com taxa de aquecimento e de resfriamento de 8°C por minuto e temperatura final de 1450°C, mantida por 120 minutos, para a zircônia Prettau Anterior, também com taxa de aquecimento e resfriamento de 8°C por minuto. Após a sinterização e consequente contração promovida por este procedimento, de aproximadamente 20%, os corpos-de-prova adquiriram as dimensões finais de 20 x 4,0 x 1,2 mm para os grupos sem desgaste e 20 x 4,0 x 1,5 mm na porção central (degrau positivo de 0,3 mm) para os grupos que receberam desgaste.

### **4.3 Protocolo de desgaste**

Os desgastes foram realizados sob irrigação constante com água destilada e motor de alta rotação Kavo extra torque 605 (Kavo do Brasil Ind. e Com. Ltda, Joinville, SC, Brasil) o qual foi acoplado a um dispositivo padronizador de desgastes com uma matriz metálica com dimensões de 20 x 4,0 x 1,2 mm. (Figura 4) Dessa forma, ao posicionar um espécime, 0,3 mm de sua altura central excediam os limites da matriz, propiciando o desgaste. Foi utilizada fresa diamantada cilíndrica de granulação de 90-120µm (MF 3099, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) posicionada de maneira que seu longo eixo ficasse perpendicular ao longo eixo do corpo-de-prova, a qual foi substituída após desgastar 5 espécimes.

**Figura 4** – Dispositivo padronizador de desgaste



Fonte: Elaboração própria.

#### **4.4 Protocolos de acabamento**

Os procedimentos de acabamento foram aplicados nos grupos que receberam desgaste. Foram aplicados diferentes tipos de polimento: sem polimento; polimento com borrachas diamantadas em formato de roda (CeraMaster Coarse e CeraMaster, Shofu Inc., Quioto, Japão) em baixa rotação (20.000 rpm) em motor de bancada (NSK Ultimate XL, NSK do Brasil Ltda, São Paulo, SP, Brasil) com pressão manual, com ou sem aplicação de glaze (Glaze Plus - Zirkonzahn), conforme descrição dos grupos experimentais (Figura 1).

Para cada corpo-de-prova, de acordo com o grupo experimental, foram realizadas duas aplicações de glaze na face tratada, o qual foi aplicado por meio de pincel de pelo de marta, uma camada por vez e levados ao forno para sinterização AluminiPress (EDG Equipamentos Odontológicos, São Carlos, SP, Brasil), com temperatura inicial de 300°C, pré-queima de 6 minutos e temperatura final de 800°C, por 1 minuto e taxa de aquecimento de 50°C por minuto.

#### **4.5 Envelhecimento hidrotérmico**

Metade dos corpos-de-prova foi submetida ao envelhecimento hidrotérmico em autoclave a 134°C e pressão de 2 bars por 20 horas (DG Line, Termotron, Piracicaba, SP, Brasil), tempo necessário para serem observado os efeitos da degradação hidrotérmica<sup>35</sup>.

#### **4.6 Ensaio de resistência à flexão**

A resistência à flexão em três pontos de todos os espécimes foi mensurada em máquina de ensaios mecânicos MTS 810 (Material Test System, Eden Prairie, MN,

EUA) com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/min. Todos os espécimes foram posicionados com as superfícies tratadas voltadas para baixo a fim de serem submetidas às cargas de tração. Para o cálculo da resistência à flexão em três pontos foi utilizada a fórmula abaixo:

$$\sigma = \frac{3FL}{2bd^2}$$

Onde:

$\sigma$ : Resistência à flexão, em MPa;

F: Força, em N, no momento da fratura;

L: Distância dos apoios, em mm;

b: Largura do espécime, em mm;

d: Espessura do espécime, em mm.

#### 4.7 Rugosidade

A rugosidade média (Ra) da superfície dos corpos-de-prova foi analisada nos grupos com e sem envelhecimento hidrotérmico: após aplicação de glaze, como controle e após cada tratamento experimental: desgaste; desgaste e polimento; desgaste e glaze; e desgaste, polimento e glaze.

As superfícies foram avaliadas por meio de rugosímetro de contato SJ-400 (Mitutoyo – Takatsu-ku, Kawasaki, Kanagawa, Japão). com precisão de 0,01  $\mu\text{m}$ , comprimento de leitura de 2,5 mm, velocidade da ponta ativa de 0,5 mm/s, e raio de 5  $\mu\text{m}$ . Três leituras, realizadas de maneira perpendicular ao longo eixo do corpo-de-prova foram feitas e a média delas adotada como rugosidade da superfície.

#### 4.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a análise da superfície da zircônia, dois corpos-de-prova de cada condição experimental foram selecionados de maneira aleatória, limpos com álcool isopropílico 99% em ultrassom por 120 segundos e depositados com ouro para que fossem obtidas imagens por meio de microscópio eletrônico de varredura (JSM-6510LV, JEOL, Peabody, MA, EUA).

Para a obtenção de imagens da microestrutura de cada material, foram selecionados corpos-de-prova sem qualquer tratamento experimental de desgaste, polimento ou glaze, apenas regularização da superfície pré-sinterizada a fim de se

obter uma superfície plana. Após a sinterização, foi realizado um tratamento térmico com o intuito de revelar os grãos da estrutura e facilitar a visualização das diferenças existentes entre os dois materiais. Tal tratamento térmico consistiu no aquecimento da zircônia em forno para cerâmica (AluminiPress – EDG Equipamentos Odontológicos, São Carlos, SP, Brasil) até uma temperatura de 1400 °C, mantida por 30 minutos<sup>43</sup>.

Além da análise da microestrutura, também por meio de microscopia eletrônica de varredura, foram obtidas imagens das áreas de fratura de cada condição experimental a fim de se avaliar a profundidade da zona de transformação promovida pelos diferentes tratamentos empregados. Para tanto, os corpos-de-prova fraturados de cada condição experimental foram incluídos em resina acrílica e tiveram sua superfície regularizada com lixas de carvão de silício de granulação 400, 800, 1200 e 1500 para obtenção de uma superfície plana e polida, facilitando a visualização da zona de transformação, semelhantemente à metodologia descrita por Cotic et al.<sup>44</sup>.

#### 4.9 Módulo de Weibull

Para avaliar a confiabilidade da zircônia após os diferentes procedimentos, a análise do módulo de Weibull foi realizada levando em consideração os dados de resistência à flexão empregados na seguinte equação:

$$P = 1 - \exp\{[-\sigma/\sigma_0]^m\}$$

Equação 1

Onde:

P = probabilidade de falha;

m = módulo de Weibull;

$\sigma$  = tensão de ruptura do material

$\sigma_0$  = resistência característica.

O módulo de Weibull, indicado por “m”, e a resistência característica, representada por “ $\sigma_0$ ”, são obtidos transformando a equação 1 na equação 2, e plotando os resultados, no plano Cartesiano “ $\ln[\ln(1/(1-P))]$  vs  $\ln\sigma$ ”, que é um recurso para transformar a relação entre ‘P’ e ‘m’ em uma reta.



$$\ln(1/1 - P) = m * \ln \sigma - m * \ln \sigma_0$$

Equação 2

O módulo de Weibull “m” é determinado utilizando fatores de correção, segundo o número de amostras utilizadas.

#### **4.10 Delineamento estatístico**

Os dados quantitativos de resistência à flexão e rugosidade foram analisados, para cada zircônia, no programa SigmaStat (SigmaStat 3.5, Systat Software Inc., California, EUA) em relação à normalidade e igualdade de variâncias. Por não se adequarem aos pressupostos para a realização de teste paramétrico, foi empregado o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis. Na comparação nas colunas, para a resistência à flexão, o pós-teste utilizado foi Dunn e para a rugosidade foi Student-Newman-Keuls. As comparações nas linhas foram feitas utilizando-se o teste não paramétrico de Mann-Whitney. O nível de significância adotado foi de 5%.

## 5 RESULTADO

### 5.1 Resistência à flexão

Os valores de mediana da resistência à flexão dos materiais Prettau e Prettau Anterior estão dispostos nas tabelas 1 e 2, juntamente com os resultados de suas análises estatísticas.

**Tabela 1** – Mediana dos valores de resistência à flexão, em MPa (Q1; Q3) dos grupos experimentais do material Prettau e grupamentos estatísticos, Araraquara, 2018

	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento	P
Controle (C)	583,0 (556,6; 611,1) Ca	585,6 (560,8; 597,7) Ca	0,888
Desgaste (D)	1147,8 (995,0; 1282,7) Ab	1296,0 (1173,6; 1373,1) Aa	0,022
Desgaste e Polimento (DP)	1210,3 (1069,6; 1366,2) Ab	1305,0 (1270,0; 1337,1) Aa	0,021
Desgaste e Glaze (DG)	569,7 (551,6; 592,5) Ca	585,8 (543,1; 655,5) Ca	0,228
Desgaste, Polimento e Glaze (DPG)	815,6 (690,7; 894,3) Ba	875,8 (801,6; 970,9) Ba	0,068
P	<0,001	<0,001	

Letras maiúsculas diferentes nas colunas e minúsculas nas linhas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

**Tabela 2** – Mediana dos valores de resistência à flexão, em MPa (Q1; Q3) dos grupos experimentais do material Prettau Anterior e grupamentos estatísticos, Araraquara, 2018

	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento	P
Controle (C)	484,8 (425,2; 548,1) Aa	476,0 (415,1; 520,8) Aa	0,438
Desgaste (D)	435,9 (391,1; 482,7) ABa	427,6 (382,8; 488,9) Aa	0,959
Desgaste e Polimento (DP)	443,7 (383,3; 522,0) Aba	471,4 (404,2; 545,3) Aa	0,318
Desgaste e Glaze (DG)	427,0 (400,6; 441,5) Ba	388,5 (352,4; 416,2) Bb	0,005
Desgaste, Polimento e Glaze (DPG)	404,2 (377,3; 479,8) Ba	425,7 (405,9; 453,4) ABa	0,473
P	0,007	<0,001	

Letras maiúsculas diferentes nas colunas e minúsculas nas linhas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

Os resultados mostram que o comportamento do material Prettau Anterior é diferente do comportamento do Prettau. Independente do fator envelhecimento, Prettau exibiu um aumento significativo na resistência à flexão nos corpos-de-prova

desgastados, os quais apresentaram igualdade estatística quando o polimento foi realizado. Naqueles grupos onde houve somente a aplicação do glaze, os valores de resistência à flexão foram similares aos do grupo controle. Por outro lado, quando o glaze foi aplicado após desgaste e polimento, a resistência à flexão foi maior do que a do grupo controle, porém menor que a dos grupos desgaste e desgaste e polimento.

O material Prettau Anterior exibiu os maiores valores para o grupo controle quando comparado aos grupos desgaste e glaze e desgaste, polimento e glaze. O desgaste, independentemente da associação com polimento, mostrou não haver diferença em relação ao grupo controle. Quando o envelhecimento hidrotérmico foi realizado, não houve diferença entre os grupos experimentais, exceto para o grupo desgaste e glaze.

## 5.2 Rugosidade

Os valores de mediana de rugosidade dos materiais Prettau e Prettau Anterior estão dispostos nas tabelas 3 e 4, juntamente com os resultados de suas análises estatísticas.

**Tabela 3** – Mediana dos valores de rugosidade, em  $\mu\text{m}$  (Q1; Q3) dos grupos experimentais do material Prettau e agrupamentos estatísticos, Araraquara, 2018

	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento	<i>P</i>
Glaze - Controle (C)	0,45 (0,35; 0,52) Ea	0,39 (0,34; 0,44) Ea	0,116
Desgaste (D)	4,30 (3,50; 5,05) Aa	4,44 (3,58; 5,03) Aa	0,502
Desgaste e Polimento (DP)	2,12 (1,66; 2,41) Ba	2,22 (1,82; 2,64) Ba	0,546
Desgaste e Glaze (DG)	0,97 (0,75; 1,04) Ca	0,90 (0,68; 1,04) Ca	0,587
Desgaste, Polimento e glaze (DPG)	0,50 (0,40; 0,67) Da	0,54 (0,44; 0,67) Da	0,890
<i>P</i>	<0,001	=<0,001	

Letras maiúsculas diferentes nas colunas e minúsculas nas linhas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

**Tabela 4** – Mediana dos valores de rugosidade, em  $\mu\text{m}$  (Q1, Q3) dos grupos experimentais do material Prettau Anterior e grupamentos estatísticos, Araraquara, 2018

	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento	<i>P</i>
Glaze - Controle (C)	0,36 (0,32; 0,44) Eb	0,28 (0,23; 0,30) Ea	<0,001
Desgaste (D)	5,10 (4,57; 5,83) Ab	4,76 (4,28; 5,19) Aa	0,022
Desgaste e Polimento (DP)	2,29 (1,95; 2,74) Ba	2,03 (1,76; 2,82) Ba	0,540
Desgaste e Glaze (DG)	1,21 (0,94; 1,56) Cb	0,90 (0,68; 1,06) Ca	<0,001
Desgaste, Polimento e Glaze (DPG)	0,62 (0,48; 0,77) Db	0,49 (0,44; 0,63) Da	0,010
<i>P</i>	=<0,001	=<0,001	

Letras maiúsculas diferentes nas colunas e minúsculas nas linhas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

Prettau e Prettau Anterior exibiram a mesma tendência de comportamento em relação à rugosidade, independentemente da presença do envelhecimento hidrotérmico. O desgaste produziu os maiores valores de rugosidade, seguido pelos grupos desgaste e polimento, desgaste e glaze, desgaste polimento e glaze e pelo grupo controle (apenas glaze), o qual apresentou a superfície menos rugosa. O envelhecimento hidrotérmico não alterou a rugosidade do material Prettau, porém para Prettau Anterior houve uma redução na rugosidade de todos os grupos, exceto o grupo desgaste e polimento, sem diferença quando o envelhecimento não estava presente.

### 5.3 Weibull

Os resultados de resistência característica com seus intervalos de confiança são mostrados nas tabelas 5 e 6.

**Tabela 5** – Resistência característica e intervalos de confiança do material Prettau, Araraquara, 2018

	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento
Glaze - Controle (C)	605,2 (589,5-620,9) C	595,5 (585,5-605,3) D
Desgaste (D)	1224,0 (1147,1-1303,7) A	1318,4 (1268,6-1368,8) A
Desgaste e Polimento (DP)	1289,7 (1203,5-1379,3) A	1329,6 (1299,4-1359,7) A
Desgaste e Glaze (DG)	589,4 (573,9-604,8) C	633,9 (608,1-660,1) C
Desgaste, Polimento e Glaze (DPG)	854,8 (811,8-898,8) B	927,2 (876,5-979,4) B

Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

**Tabela 6** – Resistência característica e intervalos de confiança do material Prettau Anterior, Araraquara, 2018

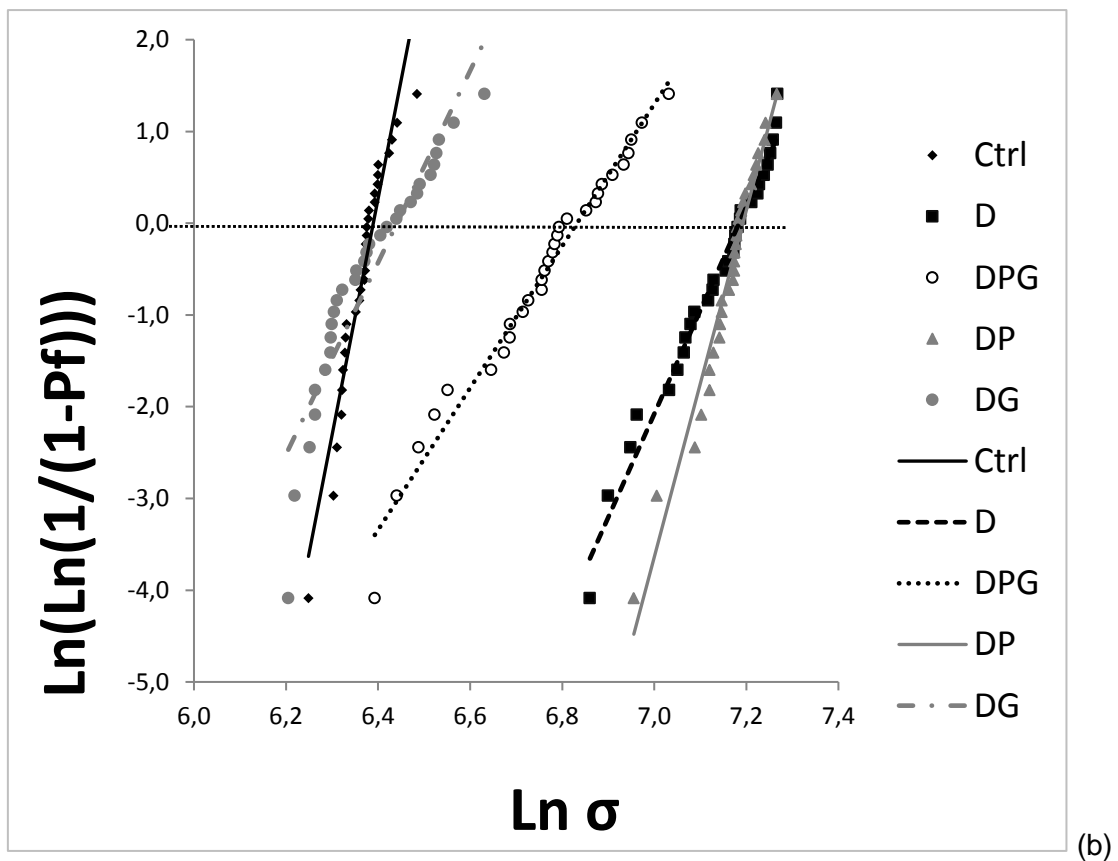
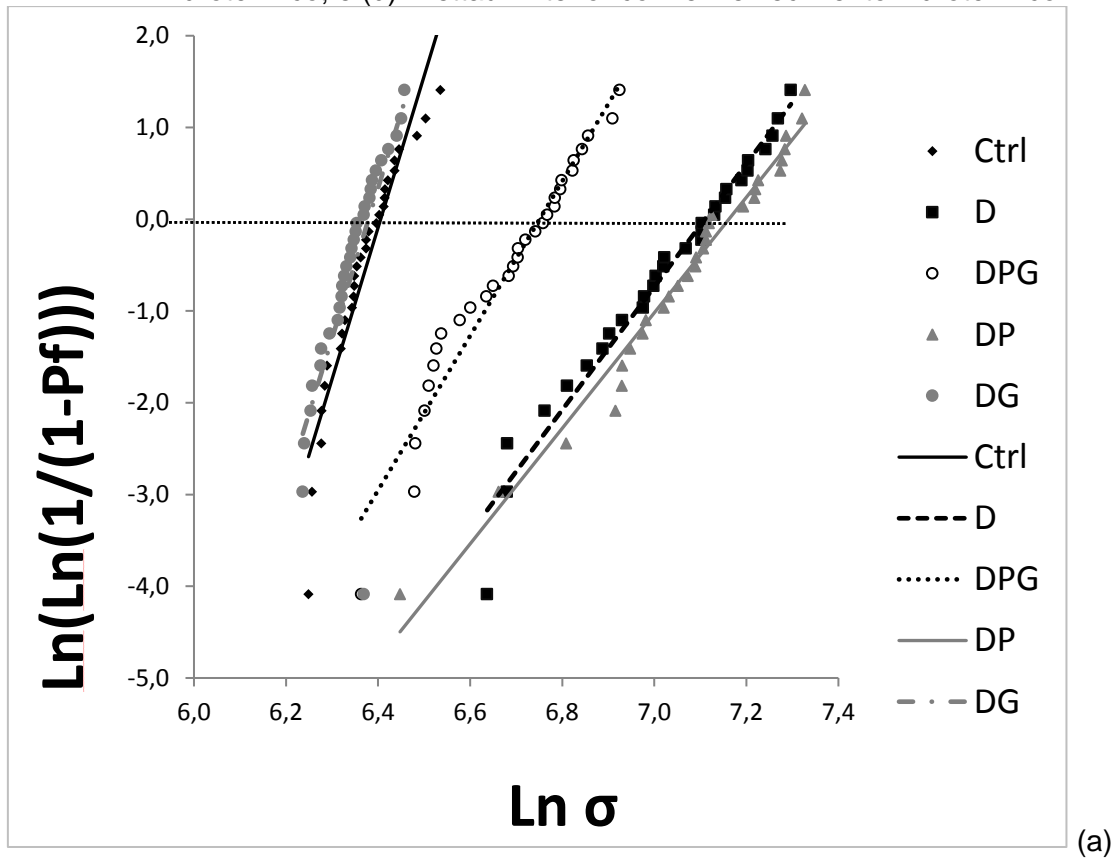
	Sem Envelhecimento	Com Envelhecimento
Glaze - Controle (C)	521,9 (484,1-561,4) A	497,3 (470,8-524,6) A
Desgaste (D)	461,5 (437,3-486,4) ABC	474,6 (445,2-505,0) AB
Desgaste e Polimento (DP)	481,6 (454,3-509,6) AB	508,6 (471,2-547,7) A
Desgaste e Glaze (DG)	437,6 (421,5-453,9) C	406,2 (388,3-424,4) C
Desgaste, Polimento e Glaze (DPG)	443,2 (415,8-471,5) BC	442,1 (429,1-455,2) B

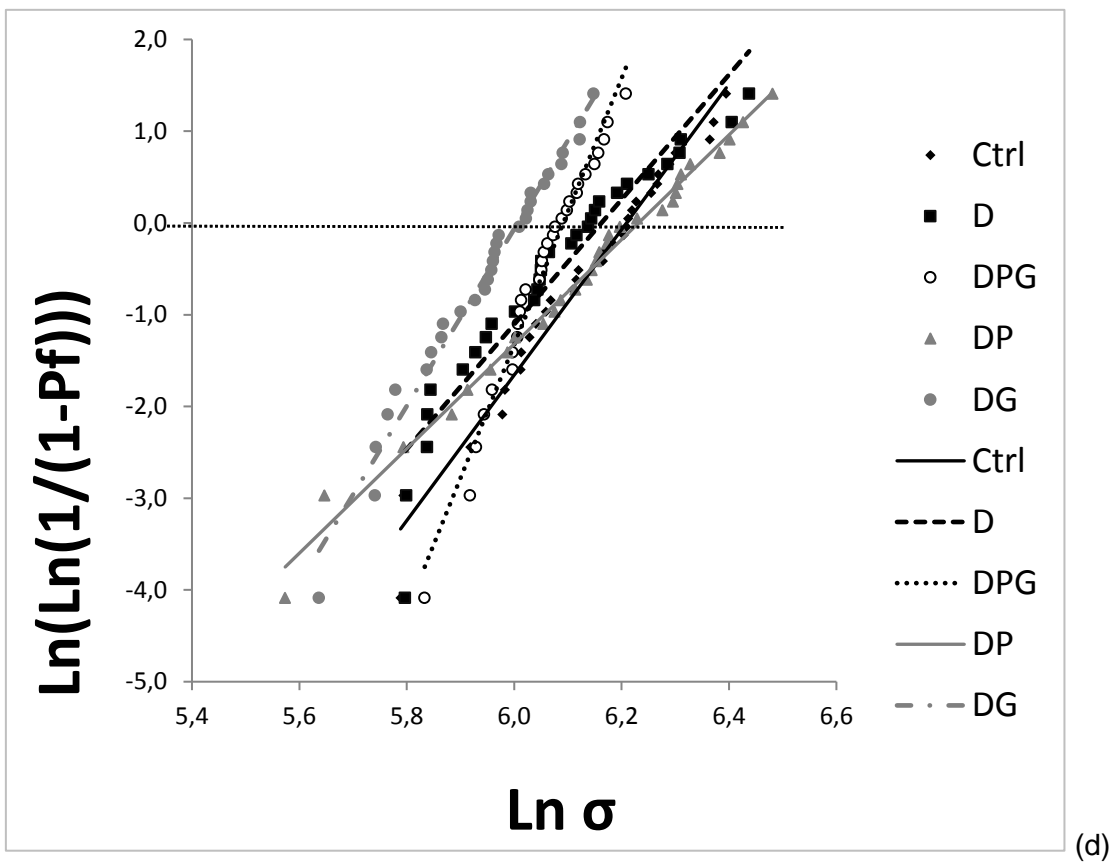
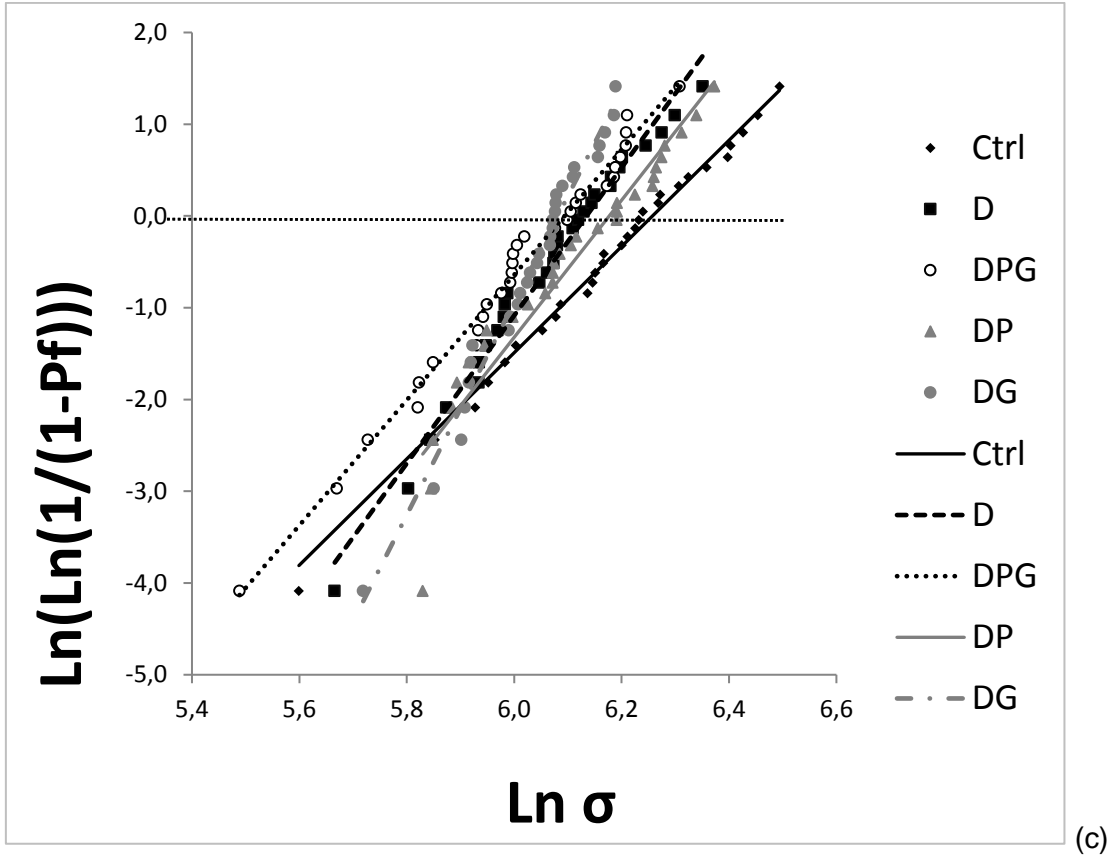
Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferença estatística ( $P < 0,05$ ).

Fonte: Elaboração própria.

As resistências características do material Prettau foram semelhantes ao comportamento dos valores de resistência à flexão (Tabela 5). A aplicação do glaze produziu os maiores valores de módulo de Weibull, assim como o envelhecimento hidrotérmico aumentou o módulo de Weibull para todos os grupos, exceto para o grupo desgaste, polimento e glaze (Figuras 5 a e b). Em relação ao material Prettau Anterior, foi observada redução da resistência característica nos grupos com aplicação de glaze (desgaste e glaze e desgaste, polimento e glaze) comparados ao grupo com apenas glaze - controle (Tabela 6). O módulo de Weibull foi maior no grupo desgaste e glaze na condição sem envelhecimento e no grupo desgaste, polimento e glaze com envelhecimento (Figuras 5 c e d)

**Figura 5** – Distribuição de Weibull: (a) Prettau sem envelhecimento hidrotérmico; (b) Prettau com envelhecimento hidrotérmico; (c) Prettau Anterior sem envelhecimento hidrotérmico; e (d) Prettau Anterior com envelhecimento hidrotérmico



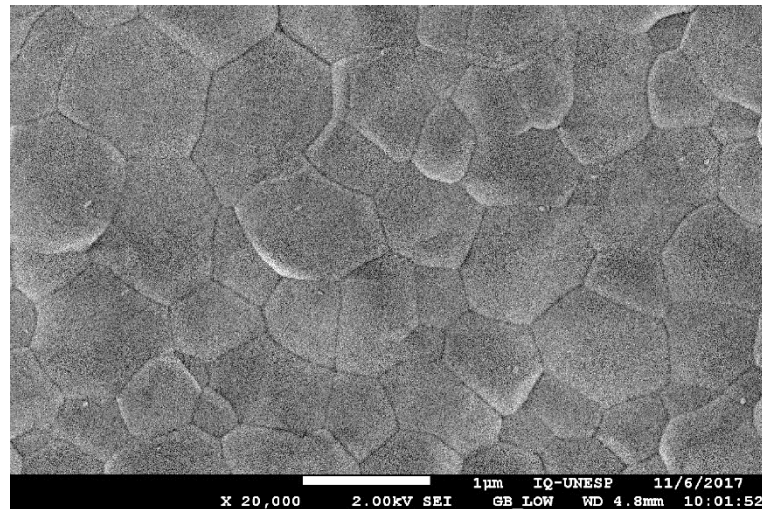


Fonte: Elaboração própria.

#### 5.4 Microscopia eletrônica de varredura

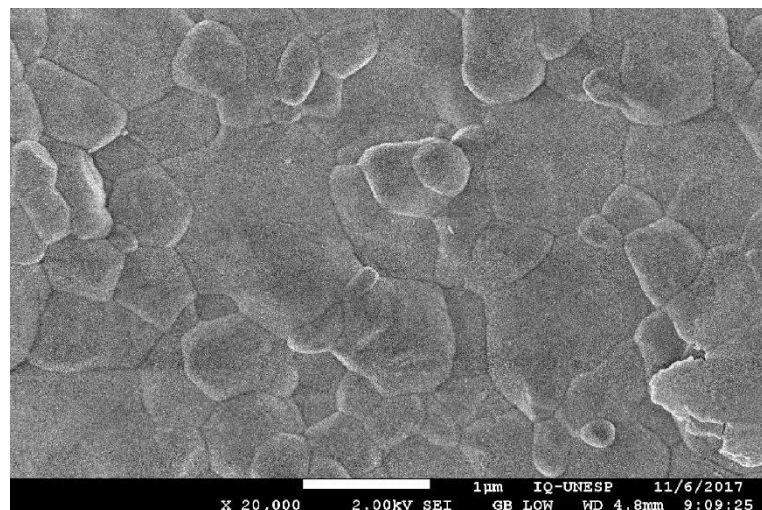
As imagens da microestrutura do material Prettau e Prettau anterior, com aumento de 20.000 vezes estão representadas pelas figuras 6 e 7. As imagens mostram que no material Prettau (Figura 6) há uma distribuição mais homogênea dos grãos em relação ao tamanho. No material Prettau Anterior (Figura 7), por outro lado há uma mistura de grãos de maior tamanho com grãos de menor tamanho.

**Figura 6 – Microestrutura do material Prettau**



Fonte: Elaboração própria.

**Figura 7 – Microscopia do material Prettau Anterior**

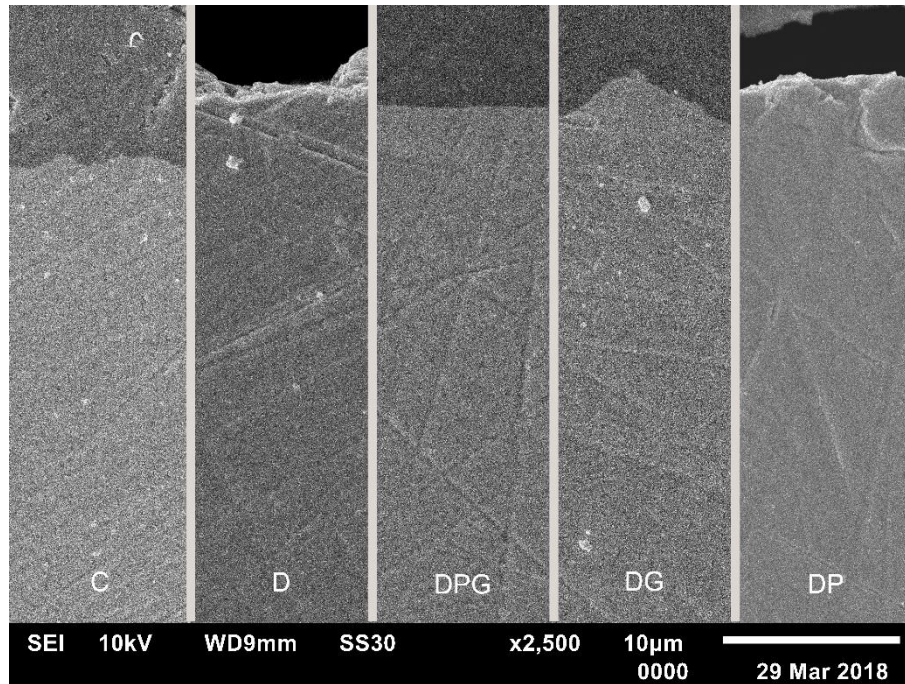


Fonte: Elaboração própria.



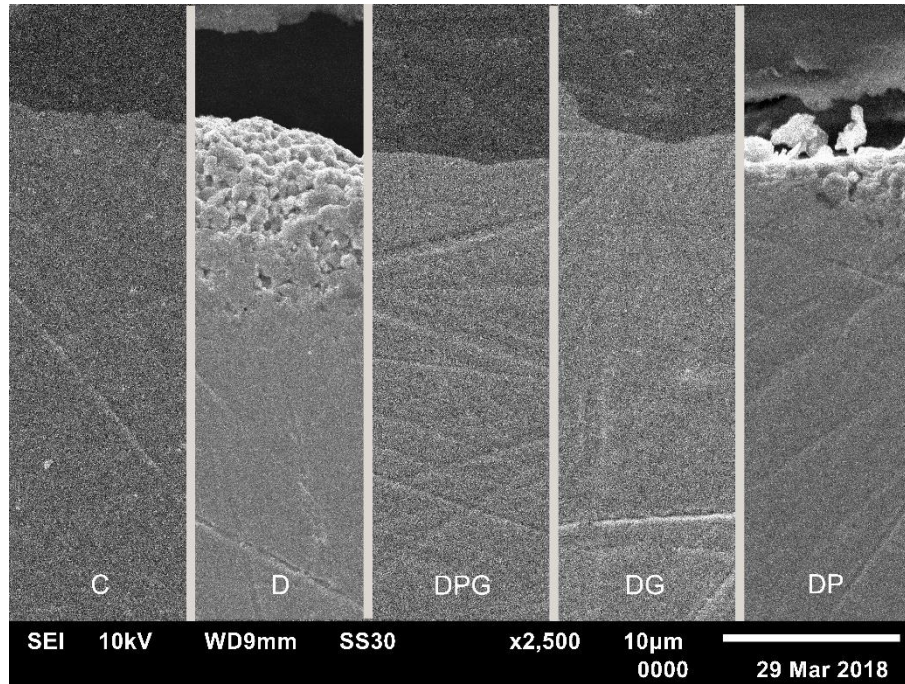
As regiões de fratura de todas as condições experimentais são mostradas nas figuras 8 a 11, separadas de acordo com o material e envelhecimento hidrotérmico. As figuras 8 e 9 mostram o material Prettau na ausência e na presença do envelhecimento, respectivamente. Da mesma forma, as figuras 10 e 11 exibem o material Prettau Anterior sem e com envelhecimento, respectivamente.

**Figura 8** – Região de fratura do material Prettau sem envelhecimento



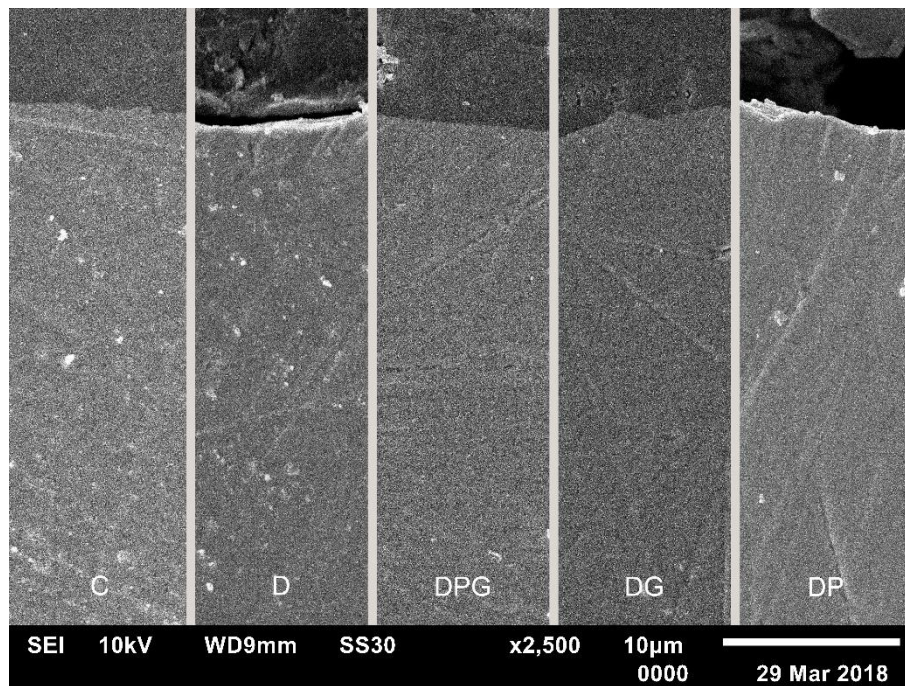
Fonte: Elaboração própria.

**Figura 9** – Região de fratura do material Prettau com envelhecimento



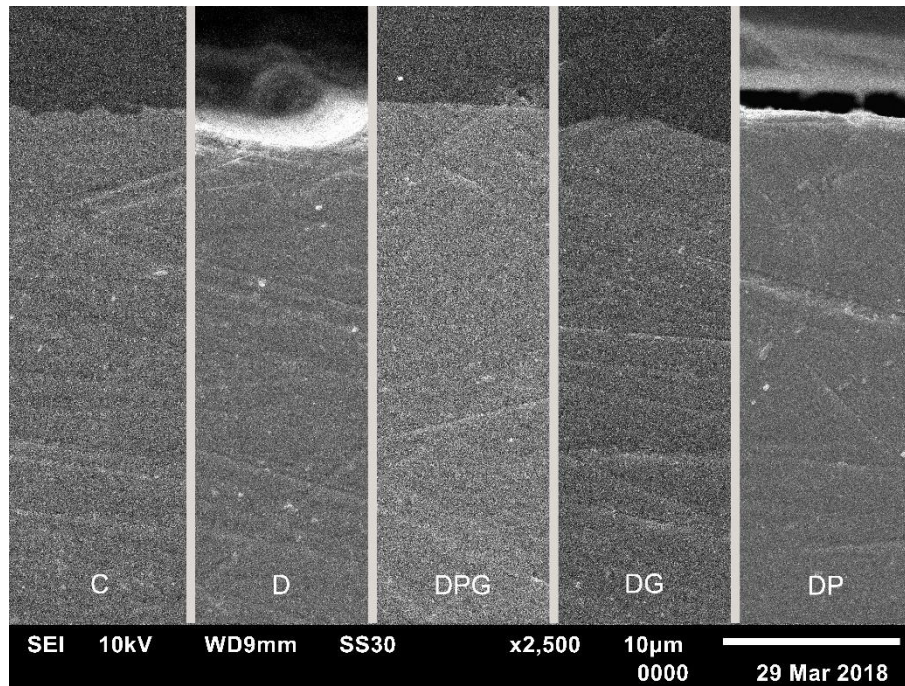
Fonte: Elaboração própria.

**Figura 10** – Região de fratura do material Prettau Anterior sem envelhecimento



Fonte: Elaboração própria.

**Figura 11** – Região de fratura do material Prettau Anterior com envelhecimento



Fonte: Elaboração própria.

Comparando-se as imagens de cada material nas condições sem e com envelhecimento hidrotérmico, nota-se uma camada de degradação presente nos grupos D e DP somente no material Prettau quando submetido ao envelhecimento, sendo maior a camada presente no grupo D. Quando o glaze está presente não é observada a camada de degradação. O material Prettau Anterior, por sua vez não apresentou camada de degradação em nenhuma condição experimental.

## 6 DISCUSSÃO

A hipótese nula foi rejeitada uma vez que os protocolos de desgaste, métodos de ajuste de superfície e o envelhecimento hidrotérmico afetaram significativamente a resistência à flexão, a rugosidade e o módulo de Weibull das duas zircônias avaliadas.

Em relação ao material Prettau, o desgaste aumentou a resistência à flexão de todos os grupos experimentais quando comparados ao controle, exceto para o grupo desgaste e glaze. A criação de defeitos na superfície das amostras pelo desgaste poderia causar certa redução na resistência à flexão, mas o oposto foi observado. Isso pode ser explicado pelo aumento da fase monoclinica induzida pelos procedimentos de ajuste e, conseqüentemente, tenacificação do material<sup>45-47</sup>. Por outro lado, a resistência à flexão diminuiu nos grupos onde o glaze foi aplicado após desgaste e após desgaste e polimento. Provavelmente o protocolo de queima do glaze (800 °C) tenha atuado como um tratamento térmico, o qual pode apresentar dois diferentes efeitos: primeiro, induzindo transformação de fase reversa, neutralizando a tenacificação alcançada<sup>25,26,46</sup> e segundo, atuando como um relaxamento de forças residuais.

Os grupos que receberam somente desgaste obtiveram os maiores valores de rugosidade, seguido pelos grupos DP, DG, DPG e por fim pelo grupo controle. De acordo com Nakamura et al.<sup>48</sup>, uma superfície menos rugosa é mais favorável em termos da prevenção da formação de biofilme. Além disso, segundo Khayat et al.<sup>49</sup>, superfícies mais rugosas são mais suscetíveis à degradação hidrotérmica, devido ao fato dessas superfícies possuírem mais estresse residual e a perda de grãos poderia ocorrer mais facilmente.

Além da redução da rugosidade, o polimento da zircônia pode promover dois efeitos distintos em relação à resistência à flexão. O primeiro deles é o aumento da resistência pela redução dos defeitos de superfície, e o segundo é a diminuição pela remoção da camada compressiva que tenacifica o material<sup>25</sup>. No presente estudo, os grupos do material Prettau com os maiores valores de rugosidade (D e DP) exibiram os maiores valores de resistência à flexão. Isso indica que apesar da rugosidade elevada promovida pelo procedimento de desgaste, a resistência à flexão pode ser aumentada pela tenacificação do material. Além disso, todos os protocolos que incluíram o procedimento de polimento podem não ter sido capazes de remover a

camada compressiva, e os valores de resistência à flexão se mantiveram maiores do que os do grupo controle. Interessantemente, quando o desgaste, o polimento e o glaze foram associados, os valores de resistência ficaram num patamar intermediário entre os grupos de desgaste e polimento e os grupos de desgaste e glaze. O aumento na resistência pelo desgaste e polimento foi parcialmente reduzido pela aplicação do glaze.

O comportamento do material Prettau quando foi realizado envelhecimento hidrotérmico seguiu a mesma tendência de quando este procedimento não estava presente, porém o envelhecimento foi capaz de aumentar a resistência à flexão dos grupos desgaste e desgaste e polimento. Este aumento na resistência se deu provavelmente às custas do aumento do conteúdo de fase monocínica<sup>30,35</sup>. De acordo com Cotic et al.<sup>44</sup>, o efeito do envelhecimento pode ser observado por meio de imagens de microscopia eletrônica de varredura. Dessa forma, utilizando uma metodologia semelhante à de Cotic et al.<sup>44</sup>, foi possível observar o efeito do envelhecimento hidrotérmico nos grupos D e DP do material Prettau (Figura 9). De acordo com Khayat et al.<sup>49</sup>, uma superfície mais rugosa é mais suscetível ao envelhecimento, o que foi confirmado no presente estudo para o material Prettau, com a observação da camada de transformação mais profunda no grupo D quando comparada à do grupo DP. Neste material, ainda, a camada de glaze atuou como uma proteção contra o envelhecimento hidrotérmico, sem diferenças entre as amostras com ou sem o envelhecimento (Figuras 8 e 9).

Em relação à confiabilidade dos tratamentos experimentais, mostrada na figura 5, de maneira geral para o material Prettau, a resistência característica seguiu a mesma tendência daquela observada para a resistência à flexão. O módulo de Weibull foi maior nos grupos com aplicação do glaze (C, DG, DPG). Por outro lado, quando o envelhecimento hidrotérmico foi realizado, o módulo de Weibull foi aumentado para todos os grupos, exceto para o grupo DPG, o qual mostrou uma leve redução.

De maneira diferente do material Prettau, os protocolos de ajuste não aumentaram a resistência à flexão do material Prettau Anterior. Todos os grupos tiveram valores numericamente menores do que os do grupo controle, porém somente para os grupos DPG e DG a diferença foi estatisticamente significativa. Tal diminuição da resistência desses grupos pode estar relacionada à liberação de tensões residuais ocorridas durante o aquecimento das amostras para a queima do glaze (800 °C).

A falta de aumento da resistência à flexão do material Prettau Anterior após o desgaste pode estar relacionada à composição e microestrutura do material. Em um recente estudo<sup>30</sup> que utilizou a mesma cerâmica, a fase monoclinica não foi observada neste material após envelhecimento hidrotérmico e mecânico. De acordo com Sulaiman et al.<sup>50</sup>, o material Prettau Anterior é uma zircônia totalmente estabilizada, com até 12% de ítria em sua formulação, a qual é capaz de estabilizar os grãos na fase cúbica. Assim, a cerâmica totalmente estabilizada não é suscetível à transformação tetragonal → monoclinica<sup>30</sup>, e, conseqüentemente, não há o processo de tenacificação pela transformação de fase.

Nas imagens de microscopia do efeito dos protocolos de ajuste (Figuras 10 e 11), nenhuma alteração foi observada na superfície, independente do protocolo empregado. Diferenças na microestrutura de cada material são visualizadas nas figuras 6 e 7, indicando que Prettau tem grãos distribuídos de uma maneira mais homogênea do que Prettau Anterior, o qual exibe uma mistura de grãos regulares e grãos de maior tamanho. Grãos cúbicos são maiores do que os grãos tetragonais<sup>20</sup> e a diferença na fase cristalográfica e na composição pode explicar o comportamento do material Prettau Anterior em relação à resistência à flexão quando submetido ao desgaste<sup>30,50</sup>. De acordo com Muñoz et al.<sup>30</sup>, o material Prettau Anterior não apresenta transformação de fase e, dessa forma, não há o desenvolvimento do mecanismo de tenacificação, observado no material Prettau. A mesma interpretação é válida quando se discute a degradação hidrotérmica, onde nenhuma diferença foi observada entre os grupos, exceto o grupo DG, o qual foi similar ao grupo DPG, porém mostrou menor resistência à flexão que os demais grupos. Possivelmente a aplicação do glaze associada ao tratamento hidrotérmico pode ter potencializado a liberação de tensões, o que resultaria em uma diminuição da resistência do material. Diferentemente do material Prettau, Prettau Anterior não exibiu alterações em relação à degradação hidrotérmica, mesmo naqueles grupos onde o glaze não estava presente, como observado nas figuras 10 e 11, confirmando que o material é naturalmente resistente à degradação, não havendo transformação de fase, como demonstrado por Muñoz et al.<sup>30</sup> e Sulaiman et al.<sup>50</sup>. Os grupos DG e DPG do material Prettau Anterior exibiram as superfícies menos rugosas entre os demais grupos com desgaste, porém com menor resistência à flexão quando comparado ao grupo controle. Isso indica que não há relação entre a rugosidade superficial e resistência à flexão. Além disso, um

pequeno aumento numérico na rugosidade de superfície foi observado em todos os grupos após envelhecimento hidrotérmico, porém nenhum deles foi significativo.

A resistência característica do material Prettau Anterior diminuiu nos grupos DG e DPG, porém a aplicação do glaze aumentou o módulo de Weibull no grupo DG sem envelhecimento e ocorreu o mesmo para o grupo DPG após envelhecimento. Considerando que a transformação de fase não ocorre neste material, a aplicação do glaze pode ter liberado tensões, aumentando assim a confiabilidade do material nesses grupos.

Em resumo, este estudo sugere que, independentemente das diferenças entre os dois tipos de materiais, quando for necessária a realização de ajustes oclusais em peças monolíticas, estes devem ser realizados e sempre finalizados por polimento. A aplicação de glaze, por sua vez, apesar da diminuição na rugosidade e leve aumento no módulo de Weibull, parece não ser necessária e até prejudicial do ponto de vista mecânico.

## 7 CONCLUSÃO

Dentre as limitações do presente estudo, as seguintes conclusões podem ser feitas:

1. Ajustes apresentam uma tendência de aumento na resistência à flexão do material Prettau, porém para o material Prettau Anterior uma tendência de redução, especialmente quando o glaze é aplicado.
2. O envelhecimento hidrotérmico aumenta a resistência à flexão do material Prettau e não causa alteração na do material Prettau Anterior, exceto para o grupo desgaste e glaze.
3. A aplicação de glaze diminui a resistência à flexão e a resistência característica em relação aos grupos sem aplicação de glaze para o material Prettau, porém, aumenta o módulo de Weibull dos dois materiais, especialmente após envelhecimento hidrotérmico.
4. Desgaste aumenta a rugosidade dos dois materiais, porém nenhum protocolo estudado foi capaz de atingir os valores do grupo sem desgaste.
5. O polimento após desgaste é desejável para a obtenção de uma superfície mais lisa, sem comprometimento da resistência à flexão.



## REFERÊNCIAS\*

- 1 Napankangas R, Raustia A. Twenty-year follow-up of metal-ceramic single crowns: a retrospective study. *Int J Prosthodont*. 2008; 21(4): 307-11.
- 2 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.
- 3 Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006; 76(2): 440-8.
- 4 Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975; 258: 703-4.
- 5 Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999; 20(1): 1-25.
- 6 Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(2): 130-51.
- 7 Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza RO. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2013; 101(8): 1387-92.
- 8 Kim JW, Covel NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res*. 2010; 89(1): 91-5.
- 9 Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont*. 2006; 19(5): 442-8.
- 10 Garvie R, Nicholson P. Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram Soc*. 1972; 55: 303-5.
- 11 Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*. 1999; 15(6): 426-33.

---

\* De acordo com o Guia de Trabalhos Academicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponivel no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

- 12 Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004; 71(2): 381-6.
- 13 Ban S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Jpn Dent Sci Rev.* 2008; 44(1): 3-21.
- 14 Scarano A, Piattelli M, Caputi S, Favero GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an in vivo human study. *J Periodontol.* 2004; 75(2): 292-6.
- 15 Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007; 20(4): 383-8.
- 16 Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater.* 2015; 31(6): 603-23.
- 17 Flinn BD, Raigrodski AJ, Singh A, Mancl LA. Effect of hydrothermal degradation on three types of zirconias for dental application. *J Prosthet Dent.* 2014; 112(6): 1377-84.
- 18 Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B et al. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater.* 2016; 32(12): e327-37.
- 19 Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res.* 2014; 93(12): 1235-42.
- 20 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.
- 21 Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater.* 2014; 30(10): 1195-203.
- 22 Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Ritter AV, Vallittu PK, Närhi TO et al. Optical properties and light irradiance of monolithic zirconia at variable thicknesses. *Dent Mater.* 2015; 31(10): 1180-7.
- 23 Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater.* 2009; 25(3): 383-91.
- 24 Mochales C, Maerten A, Rack A, Cloetens P, Mueller WD, Zaslansky P et al. Monoclinic phase transformations of zirconia-based dental prostheses, induced by clinically practiced surface manipulations. *Acta Biomater.* 2011; 7(7): 2994-3002.

- 25 Mohammadi-Bassir M, Babasafari M, Rezvani MB, Jamshidian M. Effect of coarse grinding, overglazing, and 2 polishing systems on the flexural strength, surface roughness, and phase transformation of yttrium-stabilized tetragonal zirconia. *J Prosthet Dent.* 2017; 118(5): 658-65.
- 26 Zucuni CP, Guilardi LF, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Fatigue strength of yttria-stabilized zirconia polycrystals: Effects of grinding, polishing, glazing, and heat treatment. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017; 75: 512-20.
- 27 Ban S, Sato H, Suehiro Y, Nakanishi H, Nawa M. Biaxial flexure strength and low temperature degradation of Ce-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite and Y-TZP as dental restoratives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008; 87(2): 492-8.
- 28 Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont.* 2009; 1(3): 113-7.
- 29 Kobayashi, K., Kuwajima, H., Masaki, T. Phase change and mechanical properties of ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid electrolyte after ageing. *Solid State Ion.* 1981; 3(4): 489-93.
- 30 Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo GL. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. *J Dent.* 2017; 63: 94-102.
- 31 Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annual Review of Materials Research.* 2007; 37(1): 1-32.
- 32 Pereira G, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015; 45: 183-92.
- 33 Cattani-Lorente M, Durual S, Amez-Droz M, Wiskott HW, Scherrer SS. Hydrothermal degradation of a 3Y-TZP translucent dental ceramic: A comparison of numerical predictions with experimental data after 2 years of aging. *Dent Mater.* 2016; 32(3): 394-402.
- 34 Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* 1999; 82(8): 2150-54.
- 35 Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, Dapieve KS, Montagner AF, Soares FZM et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 55: 151-63.

- 36 Bürgers R, Gerlach T, Hahnel S, Schwarz F, Handel G, Gosau M. In vivo and in vitro biofilm formation on two different titanium implant surfaces. *Clin Oral Implants Res.* 2010; 21(2): 156-64.
- 37 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.
- 38 Heintze SD, Cavalleri A, Forjanic M, Zellweger G, Rousson V. Wear of ceramic and antagonist - a systematic evaluation of influencing factors in vitro. *Dent Mater.* 2008; 24(4): 433-49.
- 39 Oh WS, DeLong R, Anusavice KJ. Factors affecting enamel and ceramic wear: a literature review. *J Prosthet Dent.* 2002; 87(4): 451-9.
- 40 Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006; 27(4): 535-43.
- 41 Chun EP, Anami LC, Bonfante EA, Bottino MA. Microstructural analysis and reliability of monolithic zirconia after simulated adjustment protocols. *Dent Mater.* 2017; 33(8): 934-43.
- 42 Flinn BD, Raigrodski AJ, Mancl LA, Toivola R, Kuykendall T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. *J Prosthet Dent.* 2017; 117(2): 303-9.
- 43 Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007; 23(8): 1018-29.
- 44 Cotič J, Jevnikar P, Kocjan A. Ageing kinetics and strength of airborne-particle abraded 3Y-TZP ceramics. *Dent Mater.* 2017; 33(7): 847-56.
- 45 Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 304-13.
- 46 Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33(1): 9-18.
- 47 Guilardi LF, Pereira GKR, Gündel A, Rippe MP, Valandro LF. Surface micro-morphology, phase transformation, and mechanical reliability of ground and aged monolithic zirconia ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017; 65: 849-56.
- 48 Nakamura K, Kanno T, Milleding P, Ortengren U. Zirconia as a dental implant abutment material: a systematic review. *Int J Prosthodont.* 2010; 23(4): 299-309.

- 49 Khayat W, Chebib N, Finkelman M, Khayat S, Ali A. Effect of grinding and polishing on roughness and strength of zirconia. *J Prosthet Dent.* 2018; 119(4): 626-31.
- 50 Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Shahramian K, Lassila L. Effect of different treatments on the flexural strength of fully versus partially stabilized monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2017; 118(2): 216-20.

**Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 2 anos após a data de  
defesa**

**(Direitos de publicação reservado ao autor)**

**Araraquara, 02 de Agosto de 2018.**

**Gabriel Rodrigues Hatanaka**