



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

**LARISSA ARAÚJO LOPES BARRETO**

**EFEITO DA CARACTERIZAÇÃO EXTRÍNSECA NA  
MICROESTRUTURA E NA PROBABILIDADE DE  
SOBREVIVÊNCIA À FADIGA DE UMA ZIRCÔNIA DE  
ALTA TRANSLUCIDEZ**

**LARISSA ARAÚJO LOPES BARRETO**

**EFEITO DA CARACTERIZAÇÃO EXTRÍNSECA NA  
MICROESTRUTURA E NA PROBABILIDADE DE  
SOBREVIVÊNCIA À FADIGA DE UMA ZIRCÔNIA DE ALTA  
TRANSLUCIDEZ**

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

Área: Odontologia restauradora. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientador: Prof. Associado Dr. Lafayette Nogueira Junior

Coorientadora: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

São José dos Campos

2021

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2022]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Barreto, Larissa Araújo Lopes

Efeito da caracterização extrínseca na microestrutura e na probabilidade de sobrevivência à fadiga de uma zircônia de alta translucidez / Larissa Araújo Lopes Barreto. - São José dos Campos : [s.n.], 2021.  
52 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2021.

Orientador: Lafayette Nogueira Júnior

Coorientadora: Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

1. Cerâmicas. 2. Materiais dentários. 3. CAD-CAM. 4. Fadiga. I. Nogueira Júnior, Lafayette, orient. II. Ribeiro, Nathália de Carvalho Ramos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Associado Dr. Lafayette Nogueira Junior** (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus São José dos Campos

**Prof. Tit. Dr. Marco Antonio Bottino**

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus São José dos Campos

**Profa. Dra. Viviane Maria Gonçalves de Figueiredo**

Universidade Federal do Pernambuco (UFPE)

Campus Recife

São José dos Campos, 06 de agosto de 2021.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais, Karla e Francisco, e minha irmã, Amanda, que sempre me deram apoio e força para seguir em frente.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus e ao Padre Cícero, por toda proteção, por nunca me desampararem e permitirem que eu realize os meus sonhos.

Aos meus pais, Francisco e Karla, e minha irmã Amanda, por sempre me incentivarem, por nunca me deixarem fraquejar nessa longa jornada e serem meu porto seguro. Tudo por vocês.

A toda minha família, vovó Socorro, meus tios e primos, por acreditarem no meu potencial e sempre me apoiarem.

Ao meu orientador e professor Lafayette, por todo aprendizado e apoio, pela paciência, por me incentivar a ser uma profissional excelente. O senhor foi extremamente necessário na minha formação como pessoa e como profissional de saúde, por isso, e por tudo, serei eternamente grata.

A minha co-orientadora, Nathália, pela pronta disponibilidade e zelo com meu trabalho.

Ao professor Bottino, que é uma referência mundial na Odontologia, um ser humano digno, respeitável e um excelente professor e apoiador.

Ao grupo de PPR da UNESP os professores Lafayette, Eduardo Uemura, Rodrigo Máximo e João Maurício por todo conteúdo repassado com tanta maestria. Toda minha admiração por esse grupo.

A minha ex-orientadora, professora e amiga Viviane Figueiredo, por todo incentivo, orientação, conselhos e conteúdo repassado. Minha profunda admiração pela senhora e respeito, serei eternamente grata.

A minha amiga e irmã de alma, Luisa Lopes, por todo apoio, incentivo e por se fazer presente sempre.

Aos meus amigos Pedro Prado e Elisa Aboucauch, pelos ótimos momentos que passamos juntos e ainda vamos passar. Vocês são incríveis.

A minha amiga Larissa Mendes, por ser minha amiga e companheira para tudo, fundamental nessa jornada.

A minha amiga Alana Barbosa e sua família que me acolheram tão bem, me senti em casa com vocês, obrigada por tanto.

As minhas amigas Amanda Ribeiro, Laura Calvache e Laura Nadal pela amizade e por tornarem a rotina mais leve.

As amigas que fiz na UNESP Joyce Rodrigues, Tabata Prado, Victória Lima, Stephanie Lopes, vocês são pessoas incríveis e mulheres maravilhosas, uma inspiração para mim.

As minhas amigas de Juazeiro Andreza Bastos, Palloma Magalhães e Beatriz Almeida, que apesar da distância nunca se afastaram e estão comigo sempre.

Ao meu amigo Manassés Tercio, por toda ajuda.

A Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de mestrado, que me deu a oportunidade de cursar uma pós-graduação e contribuiu de forma significativa para minha formação científica.

Número do processo: 88882.441647/2019-01

Período: 03/2019 – 08/2021.

"Não é o crítico que importa; nem aquele que aponta onde foi que o homem tropeçou ou como o autor das façanhas poderia ter feito melhor.

O crédito pertence ao homem que está por inteiro na arena da vida, cujo rosto está manchado de poeira, suor e sangue; que luta bravamente; que erra, que decepciona, porque não há esforço sem erros e decepções; mas que, na verdade, se empenha em seus feitos; que conhece o entusiasmo, as grandes paixões; que se entrega a uma causa digna; que, na melhor das hipóteses, conhece no final o triunfo da grande conquista e que, na pior, se fracassar, ao menos fracassa ousando grandemente". Theodore Roosevelt



## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....	<b>7</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>8</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>10</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>15</b>
<b>2.1 Zircônia</b> .....	<b>15</b>
<b>2.2 CAD/CAM</b> .....	<b>16</b>
<b>2.3 Caracterização extrínseca e glaze</b> .....	<b>17</b>
<b>2.4 Fadiga</b> .....	<b>17</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>22</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>23</b>
<b>4.1 Confeção das amostras</b> .....	<b>23</b>
<b>4.2 Rugosidade da superfície</b> .....	<b>28</b>
<b>4.3 Teste de resistência à flexão biaxial</b> .....	<b>29</b>
<b>4.4 Teste de fadiga Stepwise</b> .....	<b>31</b>
<b>4.5 Análise fractográfica</b> .....	<b>31</b>
<b>4.6 Análise dos dados</b> .....	<b>31</b>
<b>5 RESULTADOS</b> .....	<b>33</b>
<b>5.1 Rugosidade da superfície</b> .....	<b>33</b>
<b>5.2 Teste de fadiga</b> .....	<b>33</b>
<b>5.3 Análise fractográfica</b> .....	<b>38</b>
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	<b>39</b>
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	<b>42</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>43</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
GPa	Gigapascal
Kg	Quilograma
Hz	Hertz
Min	Minutos
Mm	Milímetros
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Mpa	Megapascal
N	Newton

Barreto LAL. Efeito da caracterização extrínseca na microestrutura e na probabilidade de sobrevivência à fadiga de uma zircônia de alta translucidez [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2021.

## RESUMO

Este estudo avaliou a rugosidade superficial e a resistência à fadiga (probabilidade de sobrevivência) de zircônia polidas e caracterizadas com pigmentação extrínseca e/ou glaze. Blocos de zircônia de alta translucidez (YZ<sup>®</sup>HT, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foram usinados em forma de cilindro e fatiados em uma máquina de corte de precisão, com refrigeração constante em água. Os discos foram polidos com lixas de carbetto de silício de granulação crescente (#400, #600, #800, #1200) em máquina politriz semi-automática, e foi realizada limpeza em banho ultrassônico com álcool isopropílico durante 5 minutos. Desta forma, foram obtidos 60 discos com 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura, distribuídos aleatoriamente entre os Grupos: P-somente polimento, CG-caracterização e glaze, e G-somente glaze. Os tratamentos foram realizados após a sinterização, de acordo com as recomendações do fabricante. Foram realizadas leituras através de um rugosímetro de contato (Surftest SJ 400, Mitutoyo, Tóquio, Japão) para avaliar a rugosidade média da superfície. Os discos foram submetidos ao teste de flexão biaxial em uma máquina de testes universal, como velocidade constante (0,5 mm/min) até a falha (n=3), para determinar a carga média de fratura, a fim de estabelecer o perfil de carga do teste de fadiga. O perfil de carga usado iniciou em 120 N com acréscimo de 5% da carga inicial a cada *step*, em intervalos de 20.000 ciclos na frequência de 4Hz. O modo de fratura foi avaliado com o auxílio do estereomicroscópio. Os valores de rugosidade inicial foram analisados com teste ANOVA 1-fator e Teste de Tukey (95%), que mostraram que os três grupos possuem rugosidades médias estatisticamente diferentes, sendo o grupo CG o grupo com maiores valores. A análise de probabilidade de sobrevivência foi realizada com Kaplan-Meier e Mantel-Cox (Log-rank, 95%), indicando que o grupo G apresentou uma maior resistência à fadiga e um número maior de ciclos necessários para a fratura, sendo diferente estatisticamente dos outros grupos. Assim, é possível concluir que caracterização superficial altera o comportamento mecânico da zircônia de alta translucidez. A zircônia de alta translucidez somente polida possui menor resistência à fadiga do que o tratamento superficial com glaze, que promove maior probabilidade de sobrevivência a longo prazo.

Palavras-chave: Cerâmicas. Materiais dentários. CAD-CAM. Fadiga.

Barreto LAL. *Effect of extrinsic characterization on the microstructure and on the fatigue survival probability of a high translucent zirconia [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2021.*

## **ABSTRACT**

*This study evaluated the surface roughness and fatigue strength (probability of survival) of polished zirconia and characterized with extrinsic pigmentation and/or glaze. High translucency zirconia blocks (YZ<sup>®</sup> HT, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) were machined in cylinder shape and sliced in a precision cutting machine, with constant water cooling. The discs were polished with silicon carbide sandpaper with decreasing grains (#400, #600, #800, #1200) in a semi-automatic polishing machine, and cleaning was carried out in an ultrasonic bath with isopropyl alcohol for 5 minutes. Thus, 60 discs with 12 mm in diameter and 1.2 mm in thickness were obtained, randomly distributed among the Groups: P-polishing only, CG-characterization and glaze, and G-glaze only. The treatments were performed after sintering, according to the manufacturer's recommendations. Readings were taken using a contact roughness meter (SurfTest SJ 400, Mitutoyo, Tokyo, Japan) to assess the average surface roughness. The discs were submitted to the biaxial flexion test in a universal testing machine, at constant speed (0.5 mm/min) until failure (n=3), to determine the mean fracture load, in order to establish the loading profile for fatigue test. The load profile used started at 120 N with an addition of 5% of the initial load at each step, at intervals of 20,000 cycles at the frequency of 4Hz. The fracture mode was evaluated with the aid of a stereomicroscope. The initial roughness values were analyzed using the one-way ANOVA test and Tukey test (95%), which showed that the three groups have statistically different mean roughnesses, with the CG group being the group with the highest values. The survival probability analysis was performed with Kaplan-Meier and Mantel-Cox (Log-rank, 95%), indicating that group G presented greater fatigue resistance and a greater number of cycles were required for the fracture, being statistically different of the other groups. Thus, it is possible to conclude that surface characterization alters the mechanical behavior of high translucency zirconia. High translucency zirconia only polished has lower fatigue resistance than surface treated with glaze, which promotes a greater long-term probability of survival.*

*Keywords: Ceramics. Dental materials. CAD-CAM. Fatigue.*

## 1 INTRODUÇÃO

Os dentes desempenham papel fundamental na vida humana porque a perda de sua função diminui a habilidade das pessoas em ter uma alimentação eficiente, afetando a saúde sistêmica. A perda de dentes provoca prejuízos estéticos que por sua vez prejudica o convívio social. A função e a estética podem ser reabilitadas com próteses dentárias fixas. Nesse sentido a cerâmica tem se tornado cada vez mais popular como material reabilitador graças à sua estética, inércia e biocompatibilidade (Zhang, Kelly, 2017).

A evolução nas tecnologias de projeto auxiliado por computador (CAD)/manufatura auxiliada por computador (CAM) e sua facilidade de aplicabilidade permitiram o desenvolvimento de novos conceitos de tratamento para a prótese moderna. Essa mudança de padrão na prótese fixa com relação às abordagens de tratamento tradicional a tratamento minimamente invasivo são comprovadas pelo sucesso clínico a longo prazo das restaurações vitro-cerâmicas realizadas pela técnica do CAD/CAM (Spitznagel et al., 2018).

No início da década de 1990, a tecnologia CAD/CAM tornou possível a utilização em larga escala da zircônia na odontologia. O material é caracterizado por uma densa homogeneidade monocristalina, possui baixa condutividade térmica, baixo potencial de corrosão e boa radiopacidade. Devido a um fenômeno chamado “tenacificação por transformação”, a zircônia revela valores de resistência à flexão inigualável (900 a 1200 MPa) e alta tenacidade à fratura (9 a 10 MPa.m<sup>1/2</sup>) (Denry, Kelly, 2008).

As restaurações monolíticas de zircônia se tornaram uma possibilidade muito promissora, uma vez que os métodos de processamento são simplificados em comparação com as tradicionais restaurações de múltiplas camadas, sendo assim, demanda menor tempo de trabalho. Do ponto de vista biológico, as

restaurações monolíticas feitas com zircônia possibilitam que os profissionais realizem preparos bem menos invasivos, visto que esse material cerâmico possui propriedades mecânicas relativamente altas, principalmente quando comparado às porcelanas de revestimento. Efetivamente, importantes mecanismos microestruturais, como a tenacificação por transformação, dificultam a propagação de trincas através das restaurações e, portanto, peças mais finas podem ser confeccionadas, preservando a estrutura dental (Silva et al., 2017).

A principal desvantagem da zircônia até alguns anos atrás era o seu baixo desempenho estético, devido à impossibilidade de se obter uma translucidez satisfatória (Tong et al., 2015). Do ponto de vista estético, as zircônias convencionais possuem aparência opaca. Cor e translucidez são elementos essenciais na semelhança de restaurações cerâmicas com dentes naturais (Malkondu et al., 2016). Assim, a confecção de coroas dentárias monolíticas só foi possível em razão da alteração da microestrutura da Y-TZP, deixando-a com maior translucidez e permitindo a adição de pigmentos coloridos (Zhang, 2014).

A introdução da Y-TZP de alta translucidez individualizada por meio de técnicas de pigmentação possibilita que a estética seja bastante melhorada e faz com que as restaurações desse material se tornem uma alternativa de tratamento atrativa (Stawarczyk et al., 2013; Mitov et al., 2012). Com o uso da Y-TZP monolítica, a taxa de sobrevivência e de sucesso das restaurações de cerâmica pura podem ser melhoradas e, portanto, as indicações podem ser aumentadas (Johansson et al., 2014).

Na literatura ainda existem poucos dados acerca do comportamento mecânico de cerâmicas Y-TZP de alta translucidez (HT) com aplicação de caracterização e glaze. Um estudo de Campos et al. (2020) mostrou que camada de glaze pode afetar o comportamento mecânico das zircônias positivamente. Entretanto, ainda são necessários estudos de fadiga mecânica que possam prever

o comportamento a longo prazo da zircônia com as camadas de glaze e caracterização.

Testes de fadiga em laboratório envolvendo a aplicação de uma carga cíclica têm sido utilizados para copiar as condições clínicas às quais os materiais restauradores são submetidos em boca. As análises de experimentos de fadiga *in vitro* permitem compreender a probabilidade de sobrevivência ou falha de restaurações cerâmicas (Lohbauer et al., 2008).

A hipótese do presente estudo é de que zircônias monolíticas caracterizadas e glazeadas irão apresentar maior probabilidade de sobrevivência do que zircônias apenas polidas (sem tratamento) ou apenas glazeadas.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Zircônia

Atualmente, a tendência de indicar restaurações livres de metal tornou-se um estímulo para melhorar as propriedades das cerâmicas, para que elas sejam mais estéticas e biocompatíveis (Aboushelib et al., 2016).

A zircônia pura apresenta três fases cristalográficas, dependendo da temperatura, que são: monoclinica, tetragonal e cúbica (Denry, Kelly, 2008). A forma tetragonal da zircônia oferece as melhores propriedades mecânicas dentre as três fases. Para conseguir estabilidade na fase tetragonal, vários tipos de óxidos, como CaO, MgO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou CeO<sub>2</sub> são utilizados para estabilizar a fase tetragonal da zircônia à temperatura ambiente (Denry, Kelly, 2008; Stawarczyk et al., 2013). A quantidade de óxidos foi controlada para determinar a estabilidade da fase, transformabilidade e as propriedades mecânicas (Shah et al., 2008). Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por 3mol% de ítrio (3Y-TZP) possui propriedades mecânicas superiores devido ao tamanho do seu grão ser relativamente fino simultaneamente com a mudança de fase da tetragonal para monoclinica. Isso provoca um aumento no volume em 4-5% (Stawarczyk et al., 2013; Chen et al., 2008), que causa o fechamento da ponta da trinca, impedindo a propagação da trinca (Shah et al., 2008). A 3Y-TZP atualmente é amplamente indicada para prótese parcial fixa (Thompson et al., 2007; Shah et al., 2008).

Em 2014, a zircônia parcialmente estabilizada com cerca de 5mol% de ítria (5Y) foi aplicada à odontologia. 5Y é principalmente indicada para coroas anteriores monolíticas de zircônia porque apresenta maior translucidez em virtude à maior fração de fase cúbica e menor fração de fase tetragonal da zircônia (Noda et al., 2010).



Para (Ban, 2020) apesar das distinções no conteúdo de ítria e nas fases de cristal, não há grandes discrepâncias em qualquer tipo de zircônia quanto ao módulo de elasticidade (cerca de 200 GPa), dureza Vickers (1-300 GPa). Isso indica que essas propriedades são inerentes da força da ligação de Zr e O, independentes da fração da fase do cristal.

Os autores (Nakamura et al., 2015; Sorrentino et al., 2016) demonstraram em seus estudos que coroas de zircônia monolíticas com espessura oclusal mínima de 0,5 mm suportariam forças compressivas na região posterior em virtude da sua elevada resistência à fratura. Levando em consideração que a redução da espessura da prótese favorece uma maior conservação da estrutura dentária, a zircônia monolítica pode ser uma alternativa para próteses dentárias com uma estética adequada (Sun et al., 2014).

## **2.2 CAD/CAM**

O método de processamento de próteses com tecnologia auxiliada por computador envolve a digitalização das informações clínicas obtidas do paciente com a tecnologia do escaneamento e a criação digital de próteses em software de computador (CAD) (Janeva et al., 2018). Prossegue em um processo automatizado de manufatura (CAM), que pode ser aditivo (prototipagem rápida) ou subtrativo (fresagem por controle computadorizado) (Bilgin et al., 2016).

As restaurações monolíticas de zircônia, confeccionadas exclusivamente apenas com a tecnologia CAD/CAM, oferecem vantagens consideráveis: desempenham alta resistência à flexão, necessitam de preparos dentais mais conservadores, reduzem o desgaste dos antagonistas, desempenham uma estética satisfatória, exigem menos tempo de laboratório e menos sessões clínicas, e como são monolíticas têm uma menor chance de fraturar (Albashaireh et al., 2010;

Griffin, 2013; Christensen, Bruxzir, 2014).

Um fator relevante a ser observado é que a fresagem em CAD/CAM, constantemente cria uma superfície mais rugosa, sendo que a superfície interna da restauração continua intacta, mas em contrapartida a superfície externa de uma restauração fresada pode ser feito acabamento, polimento e/ou aplicação de glaze (Fraga et al., 2015).

### **2.3 Caracterização Extrínseca e Glaze**

Devido a inclusão da Y-TZP de alta translucidez no uso clínico odontológico associado à utilização da caracterização individualizada houve uma melhora considerável na estética, fazendo com que houvesse um aumento nas indicações de tratamentos restauradores (Johansson et al., 2014).

Após processo de fabricação com o sistema CAD/CAM, a textura superficial das restaurações monolíticas translúcidas de zircônia é rugosa, conseqüentemente, a aplicação do glaze da superfície se faz necessário a fim de fornecer uma integração estética e biológica, visto que uma superfície com alta rugosidade acarreta em um maior acúmulo de biofilme. A aplicação do glaze é um procedimento laboratorial que tem como objetivo fornecer brilho natural, estabilidade de cor, reduzir a retenção de placa e o desgaste dentário do antagonista. Após a camada de glaze, a superfície da zircônia fica mais forte, mais lisa, brilhante e estável em cor e translucidez (Vichi et al., 2018; Alp et al., 2018; Subasi et al., 2018).

### **2.4 Fadiga**

Ao usar coroas monolítica Y-TZP, a superfície da zircônia fica exposta diretamente a condições orais adversas e, em alguns casos, a superfície é protegida

apenas por uma delgada camada de glaze. A degradação a baixa temperatura pode ser desencadeada quando as superfícies da zircônia estão em contato direto com a água na temperatura corporal (Keuper et al., 2014). Sendo assim, a progressão da degradação a baixa temperatura pode afetar significativamente as propriedades mecânicas da Y-TZP (Kim et al., 2009).

Além dessa degradação, os materiais à base de zircônia sofrem fadiga e crescimento subcrítico de trincas sob carga funcional no ambiente bucal, o que reduz gradualmente sua resistência (Studart et al., 2007; Kohorst et al., 2008). O contato contínuo com os dentes durante a mastigação pode danificar a superfície do material e causar o acúmulo de defeitos críticos, que podem levar a falhas catastróficas ao decorrer do tempo (Studart et al., 2007; Zhang et al., 2013). Porém, Beuer et al. (2012) comprovaram que coroas monolíticas de zircônia causam menor desgaste do dente antagonista comparado a outros materiais, como dissilicato de lítio e porcelanas dentais.

Simular a fadiga em testes laboratoriais constitui um verdadeiro desafio. A fadiga é um processo progressivo de mudança estrutural permanente localizado, que ocorre em um material sujeito a condições que produzem tensões e deformações variantes em algum ponto ou pontos e que podem culminar em trincas ou fratura completa após um número suficiente de ciclos - tempo (ASTM International, 1995). O modo de tensão pode ser estático (permanece constante com o tempo), dinâmico (aplicado a alguma carga constante) ou cíclico (tensão ou magnitude de deformação variando com o tempo) (Baran et al., 2001).

A vida em fadiga é o número de ciclos até a falha em um nível de tensão específico, enquanto a resistência à fadiga é a tensão abaixo da qual a falha não ocorre. De acordo com que o nível de estresse aplicado diminui, o número de ciclos até a falha aumenta (ASM International, 2008).

Os ciclos podem ser virtualmente infinitos para que as amostras falhem sob tensão de fadiga constante quando a carga selecionada é baixa ou quando o

material apresenta baixa vulnerabilidade ao crescimento subcrítico de trinca e/ou um fator de alta intensidade de tensão ( $K_{I0}$ ), que corresponde ao nível de tensão no qual as rachaduras começam a crescer de forma constante. Próteses cerâmicas com alto  $K_{I0}$  possuem maior confiabilidade e maior vida útil (Yoshimura et al., 2008). No entanto, se a carga definida estiver muito acima de  $K_{I0}$ , as falhas podem ser mal interpretadas como falhas notórias do material. Não existe consenso na literatura sobre os parâmetros ideais para amplitude de tensão e nem frequência de ciclos (Bonfante, Coelho, 2016).

Resistência à fadiga é o valor da tensão que uma amostra pode sobreviver por um determinado número de ciclos de tensão (Asmussen, Jörgensen, 1982). O desempenho à fadiga dos materiais cerâmicos pode ser analisado através de diferentes testes, a escolha do teste a ser executado depende do objetivo estudado. Cargas mecânicas cíclicas usualmente têm sido aplicadas na presença de umidade para simular o uso das restaurações em boca e o dano acumulado que ocorre clinicamente (Rosentritt et al., 2016). Cargas estáticas ou dinâmicas geralmente são aplicadas em metodologias que objetivam estudar o comportamento do crescimento de trincas dos materiais cerâmicos (Gonzaga et al., 2011; Thompson, 2004).

No método *staircase* de fadiga, as amostras são testadas sequencialmente para determinar o valor médio de um limite de fadiga. Cada espécime é testado por um determinado tempo de vida correspondente à vida infinita. O número de ciclos deve ser direcionado por experiências anteriores e baseado no número esperado de ciclos aos quais o material provavelmente será submetido durante sua vida pretendida (Lin et al., 2001; Song et al., 2005). Neste tipo de teste, *staircase*, se a amostra falhar antes da resistência ilimitada estabelecida, a próxima amostra será testada em um menor valor de tensão predefinido. Se a amostra não falhar dentro desta vida de interesse, a amostra subsequente será testada em um valor maior que nível de tensão anterior. Desse modo, as amostras são testadas uma por

vez, cada teste depende do resultado anterior, com o nível de tensão sendo aumentado ou diminuído por cargas anteriormente incrementadas (ASM International, 1996).

No método *step-stress accelerated life testing* (SSALT), ou teste de vida acelerado, o comportamento de falha de um material é extrapolado das condições normais a partir de dados de vida obtidos em níveis de estresse acelerado. Visto que os materiais tendem a falhar mais rapidamente em níveis de tensões mais elevados, este tipo de teste possibilita a obtenção de informações de confiabilidade em um tempo mais curto. No SSALT, um espécime é submetido a níveis progressivamente mais altos de tensão. Primeiro, cada amostra é submetida a uma tensão constante durante um período predefinido. Em seguida a tensão sobre a amostra é aumentada passo a passo até a sua falha ou fratura. Este teste tem sido indicado para caracterizar vários materiais, como biomateriais odontológicos, restaurações cerâmicas e de resina composta, como também de implantes (Bonfante, Coelho, 2016).

Bonfante et al. (2010), utilizaram SLF (Single Load to Fracture) ou carga monotônica para fratura como primeiro passo para determinar perfis do teste SSALT, geralmente 3 perfis: leve, moderado e agressivo. O uso de pelo menos 3 perfis para este tipo de teste retrata a necessidade de distribuir a falha em diferentes cargas e permite melhores resultados estatísticos, estreitando os intervalos de confiança. Leve, moderado e agressivo se referem à agilidade progressiva com a qual um espécime será ciclado até atingir um certo nível de carga, o que significa que os espécimes designados a um perfil leve serão ciclados por mais tempo para atingir a mesma carga de um espécime atribuído a um perfil moderado ou agressivo.

O teste de fadiga *stepwise* consiste em submeter a amostra a um número estabelecido de ciclos em cada etapa de uma sequência de nível de tensão crescente até a falha da amostra. No início, uma certa quantidade de ciclos é

executada para acondicionar a amostra. Logo após, uma carga de tensão abaixo da resistência de fadiga esperada do material é selecionada e a amostra é ciclada nessa carga até a falha ou sobrevivência em um número de ciclos anteriormente definido a ser alcançado. Se ocorrer a falha, a carga e o número de ciclos são registrados. Se ocorrer sobrevivência, a carga é aumentada para um nível predefinido e a mesma amostra é ciclada novamente em uma nova carga pelo mesmo número de ciclos. Este processo é continuado até a amostra fraturar e os dados relativos à carga e número de ciclos até a falha são registrados para análise de sobrevivência (Collins, 1993).

Os testes de fadiga cíclicos necessitam da indicação de algumas variáveis como a frequência de carregamento (número de ciclos por segundo). Frequências entre 1 Hz e 2 Hz foram utilizadas em muitos estudos de fadiga cíclica, levando em consideração que a mastigação ocorre principalmente na faixa de 0,94 a 2,17 Hz (Po et al., 2011). Entretanto, em baixas frequências, a coleta de dados torna-se muito lenta. O efeito da frequência de carga no comportamento à fadiga cíclica de materiais cerâmicos não está completamente esclarecido (Fraga et al., 2016).

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi:

- Avaliar a rugosidade superficial, a resistência à fadiga e a probabilidade de sobrevivência de discos de zircônia de alta translucidez (YZ<sup>®</sup> HT) variando-se a caracterização extrínseca, pigmentação e glaze.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Confeção das amostras

Blocos de zircônia de alta translucidez (YZ<sup>®</sup> HT), figura 1, foram usinados em forma de cilindros e posteriormente fatiados, obtendo-se assim discos de zircônia. A usinagem e fatiamento foram realizados sob refrigeração constante em água em uma máquina de corte com lixas (EcoMet<sup>™</sup>/AutoMet<sup>™</sup>, Buehler, Illinois, EUA). Os discos de zircônia de alta translucidez YZ<sup>®</sup> HT (Vita YZ<sup>®</sup>, Vita Zhanfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foram cortados pela máquina de corte (Isomet<sup>®</sup> 1000, Precision Sectioning Saw, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), usando disco diamantado (série 15LC Diamond Blade wafering, Buehler, EUA), figura 2, sob refrigeração constante em água. Em seguida, o polimento foi realizado nas amostras com lixas de SiC com granulação crescente de #400, #600, #800 e #1200, posicionada em máquina politriz (EcoMet<sup>™</sup>/AutoMet<sup>™</sup>, Buehler, Illinois, EUA). As amostras tiveram dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 0,8 mm de espessura (Chun et al., 2017). A limpeza das amostras foi feita através do banho ultrassônico em álcool isopropílico durante 5 minutos.

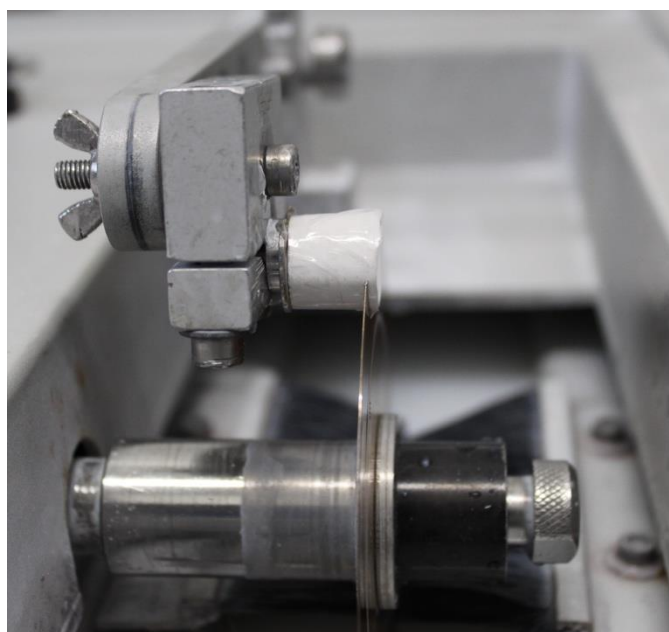


Figura 1 – Bloco de zircônia de alta translucidez (YZ<sup>®</sup> HT) utilizado para a confecção dos discos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 2 – Disco de Zircônia sendo cortado na máquina de corte (Isomet<sup>®</sup> 1000, Precision Sectioning Saw, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), usando disco diamantado (série 15LC Diamond Blade wafering, Buehler, EUA)



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras foram sinterizadas no forno Sirona inFire HTC speed (Sirona Dentsply, França), figura 3, de acordo com as recomendações do fabricante (Quadro 1).

Figura 3 - Forno utilizado na sinterização das amostras de zircônia de alta translucidez



Fonte: Elaborada pelo autor.

Quadro 1 – Protocolo de sinterização

	Temperatura inicial (°C)	Taxa de aumento de Temperatura inicial	Temperatura final (°C)	Tempo de espera na Temperatura final	Tempo de redução de Temperatura (°C/min)
Sinterização	200	120	1450	02h30'	25

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os grupos experimentais, materiais e técnica de pigmentação estão descritos no Quadro 2.

Quadro 2 - Grupos experimentais, nome comercial dos materiais, caracterização e aplicação de glaze

Grupo	Material	Técnica de pigmentação
P	Lixas de carbetto de silício	Somente polimento
CG	Vita Akzent Plus Effect Stains ES09, Vita Akzent Plus Powder Fluid e Vita Akzent Plus Glaze	Caracterização, aplicação do glaze e respectiva queima
G	Vita Akzent Plus Powder Fluid e Vita Akzent Plus Glaze	Aplicação do glaze e queima

Fonte: Elaborado pelo autor.

Foram feitos três grupos (n=20): Grupo P-somente polimento, grupo G-somente glazeado, e Grupo CG-pigmentado e glazeado.

No grupo P os discos foram polidos com lixas de carbetto de silício de granulação crescente (#400, #600, #800, #1200) em máquina politriz semi-automática.

No grupo CG uma das superfícies dos discos recebeu aplicação de uma fina camada de pigmentação extrínseca diluída na proporção 1 porção de pó (VITA AKZENT plus EFFECT STAINS, Vita Zahnfabrik, Alemanha) para duas gotas de líquido (VITA AKZENT Plus POWDER FLUID, VITA Zahnfabrik, Alemanha) homogeneizadas e aplicada através de um pincel, figura 4, e em seguida foram sinterizados no forno Vita Vacumat 6000MP (Vita Zahnfabrik, Alemanha) de acordo com a programação indicada pelo fabricante. Após a cocção da pigmentação foi realizada a aplicação de uma camada delgada de glaze (VITA

AKZENT Plus GLAZE POWDER, VITA Zahnfabrik, Alemanha) também diluído na proporção de 1 porção de pó para duas gotas de líquido (VITA AKZENT Plus POWDER FLUID, VITA Zahnfabrik, Alemanha) com auxílio de um pincel de maneira uniforme sobre a superfície pigmentada e em seguida uma nova queima no forno.

Figura 4 – Aplicação da caracterização extrínseca (VITA AKZENT plus EFFECT STAINS, Vita Zahnfabrik, Alemanha) com auxílio de um pincel



Fonte: Elaborado pelo autor.

No grupo G uma das superfícies do disco recebeu aplicação de uma fina camada de glaze (VITA AKZENT Plus GLAZE POWDER, VITA Zahnfabrik,

Alemanha) diluído na proporção de 1 porção de pó para duas gotas de líquido (VITA AKZENT Plus POWDER FLUID, VITA Zahnfabrik, Alemanha) com ajuda de um pincel de forma regular sobre toda superfície escolhida do disco, em seguida foi feita a sinterização no forno Vita Vacumat 6000MP (Vita Zahnfabrik, Alemanha) de acordo com a programação indicada pelo fabricante.

Os protocolos de queima da caracterização e glaze estão descritos no quadro 3.

Quadro 3 - Protocolos de queima da caracterização e glaze

	Temperatura inicial (°C)	Taxa de aumento de temperatura (°C/min)	Temperatura final (°C)	Tempo de espera na temperatura final
Caracterização	500	80	850	1'
Glaze	500	80	950	1'

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 4.2 Rugosidade da superfície

Foram analisadas as superfícies através do rugosímetro de contato (Surftest SJ 400, Mitutoyo, Tóquio, Japão). Foram realizadas três leituras em angulações distintas (Figura 6) por amostra, foi avaliado o parâmetro de rugosidade média ( $R_a$ ), de acordo com as normas ISO 1997 e *cut-off* de 0,8 mm. A partir dos valores obtidos foi feita a média de rugosidade para cada espécime.

Figura 6 – Esquema exemplificando as angulações nas quais foram feitas as leituras para avaliar a rugosidade da superfície

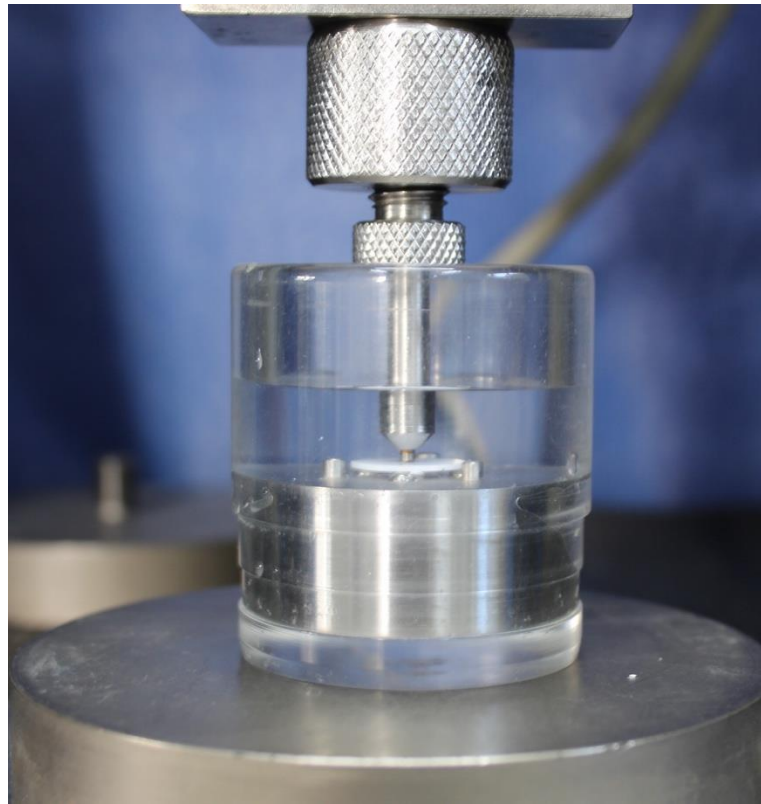


Legenda: as setas indicam o sentido das leituras realizadas no Rugosímetro de contato.  
Fonte: elaborado pelo autor.

#### **4.3 Teste de resistência à flexão biaxial**

Os perfis de carga foram determinados através dos valores médios da resistência à flexão biaxial obtidos de cada grupo ( $n=3$ ) através do teste monotônico. As amostras foram posicionadas em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872:2015) com a superfície tratada voltada para o lado de tração. Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio universal (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil) e uma célula de carga de 1000 kg foi aplicada, figura 7.

Figura 7 – Teste monotônico



Fonte: elaborado pelo autor.

O cálculo de resistência à flexão biaxial ( $\sigma$ ) (Mpa) dos discos foi obtido de acordo com a descrição da norma ISO 6872:2015:

$$\sigma = \frac{-0,2387 P (X - Y)}{b^2}$$

Onde P é a carga em N, X e Y são parâmetros relacionados às propriedades elásticas do material (Razão de Poisson em Módulo Elástico) e b é a espessura do espécime na origem da fratura em mm.

Os valores de resistência à flexão biaxial com carga monotônica foram determinantes na definição dos perfis de fadiga.

#### **4.4 Teste de Fadiga *Stepwise***

A análise de resistência à fadiga foi realizada através do teste *stepwise* descrito por (Guilardi et al., 2020). As amostras foram testadas na máquina de fadiga mecânica (Biocycle, Biopdi, São Carlos, Brasil), na presença de água destilada com o mesmo dispositivo do teste monotônico e com a superfície tratada voltada para o lado de tração. A frequência da ciclagem foi de 4 Hz conforme (Chun et al., 2017). Foram analisados os perfis de carga iniciando em 120 N com acréscimo de 5% da carga inicial a cada perfil seguinte, em intervalos de 20.000 ciclos.

#### **4.5 Análise fractográfica**

Uma amostra de cada grupo foi analisada para avaliar a caracterização da morfologia de superfície, para isso foi utilizado o estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) para analisar as características da fratura.

#### **4.6 Análise dos dados**

Após a confirmação dos pressupostos da normalidade, os dados de rugosidade (parâmetro Ra) foram tabulados para estatística descritiva de cada grupo e, então, submetidos à análise de variância ANOVA 1 fator, seguido de teste de contraste de médias (Tukey), ambos com  $\alpha=0,05$ , utilizando-se o software SPSS statistics (IBM, Chicago II, Estados Unidos).

O número de ciclos e a carga em que as amostras fraturaram durante o teste



de fadiga foram analisados pelo software de confiabilidade SPSS statistics (IBM, Chicago II, Estados Unidos) usando a função de análise de sobrevivência, Kaplan Meier e Mentel-Cox (Log Rank) ( $p < 0.05$ ).

Após a confirmação dos pressupostos da normalidade, os dados de rugosidade (parâmetro  $R_a$ ) foram tabulados para estatística descritiva de cada grupo e, então, submetidos à análise de variância ANOVA 1 fator, seguido de teste de contraste de médias (Tukey), ambos com  $\alpha = 0,05$ , utilizando-se o software SPSS statistics (IBM, Chicago II, Estados Unidos).

As imagens obtidas no Estereomicroscópio foram analisadas qualitativamente.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Rugosidade da superfície

De acordo com o Teste Kolmogorov-Smirnov (95%), os dados de rugosidade foram considerados normais ( $p > 0,05$ ). Assim, foi aplicado o Teste ANOVA 1-fator e o Teste de Tukey (95%) para análise dos dados de Ra. Todos os grupos mostraram diferenças estatisticamente significantes ( $p = 0,001$ ).

Tabela 1 – Análise estatística descritiva (média, desvio-padrão e intervalos de confiança) da Rugosidade medida (Ra em  $\mu\text{m}$ ) dos grupos estudados

Grupos	Média	Desvio-padrão	IC (95%)
P	0,190 <sup>C</sup>	0,02	0,133 – 0,247
G	0,300 <sup>B</sup>	0,109	0,243 – 0,356
C+G	0,460 <sup>A</sup>	0,188	0,403 – 0,517

Legenda: IC = intervalo de confiança. Letras diferentes indicam as diferenças estatisticamente significantes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.2 Teste de Fadiga

As médias e o intervalo de confiança de resistência à fratura e de ciclos para fratura foram obtidos nos testes de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank, 95%), apresentados na Tabela 2. O Grupo G apresentou uma maior resistência à fadiga e um número maior de ciclos necessários para a fratura, sendo diferente estatisticamente dos outros grupos. O grupo P demonstrou a menor média de resistência à fadiga, sendo assim suportou menos ciclos até a fratura. Os três grupos são estatisticamente diferentes sendo  $G > CG > P$  em relação a resistência

à fratura e ao número de ciclos para fratura.

Tabela 2 – Média de resistência à fadiga e de ciclos para fratura dos grupos estudados. Médias e ICs por Kaplan Meier e Log Rank (Mantel-Cox) ( $\alpha=0.05$ )

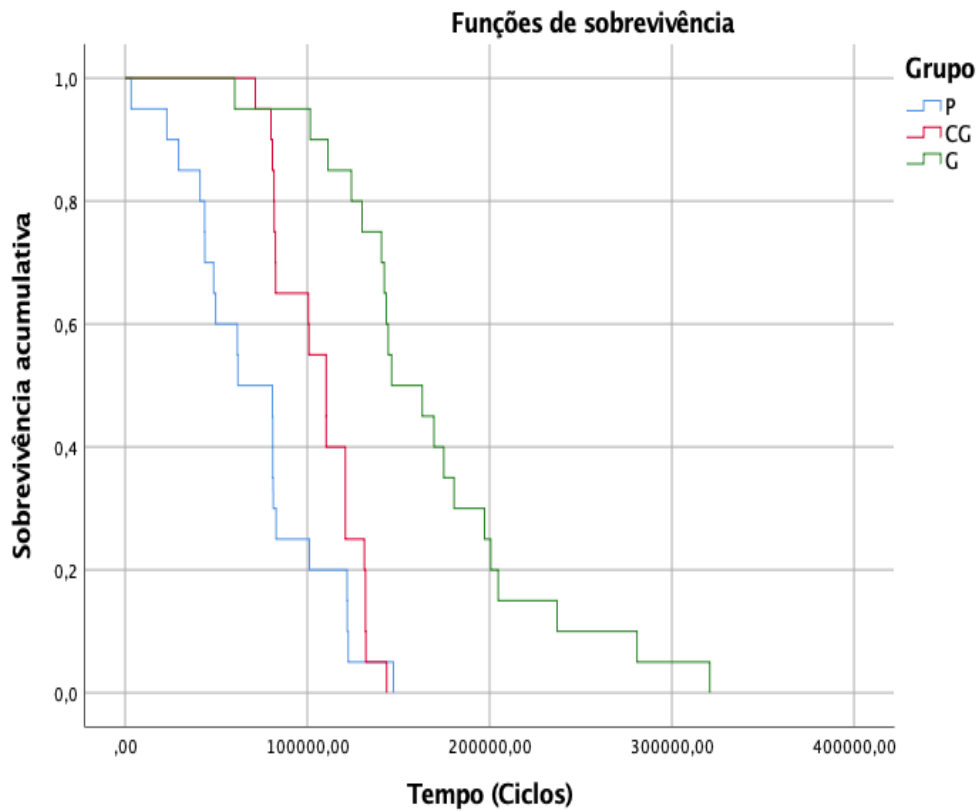
Grupos	Média de Resistência à fratura (MPa)	95% Intervalo de confiança	Média de ciclos para fratura	95% Intervalo de confiança
<b>P</b>	172,50 <sup>C</sup>	159,43 – 185,56	71.370,65 <sup>C</sup>	54.775,82 – 87.965,47
<b>C+G</b>	192,75 <sup>B</sup>	186,61 – 198,88	106.336,95 <sup>B</sup>	96.469,24 – 116.204,65
<b>G</b>	243,00 <sup>A</sup>	222,36 – 263,63	168.676,15 <sup>A</sup>	142.006,18 - 195.286,11

Legenda: Letras diferentes indicam as diferenças estatisticamente significantes na coluna.

Fonte: Elaborado pelo autor.

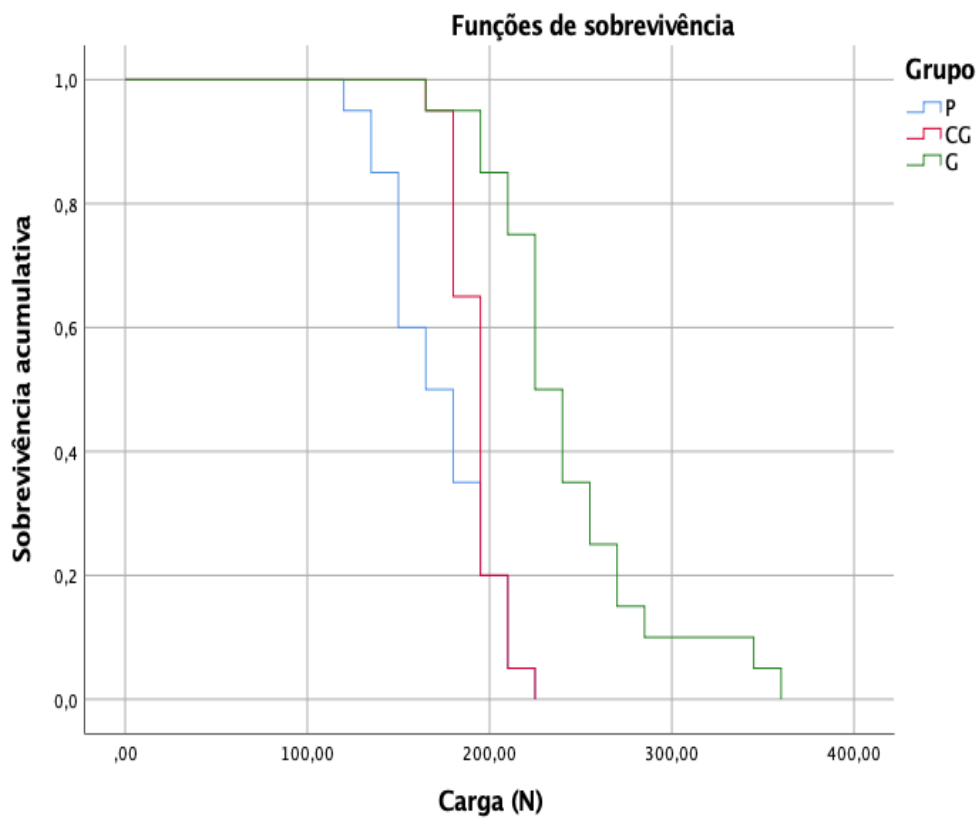
Os gráficos de sobrevivência dos grupos em função do tempo (número de ciclos) e carga estão apresentados nas figuras 8 e 9. A tabela 3 mostra a probabilidade de sobrevivência dos grupos experimentais em cada um dos *steps* de carga e número de ciclos.

Figura 8 – Gráfico de sobrevivência dos grupos em função do tempo (ciclos)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9 – Gráfico de sobrevivência dos grupos em função da carga (N)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 3 – Probabilidade de sobrevivência dos grupos experimentais de acordo com a carga aplicada e número de ciclos (step)

		<b>P</b>	<b>C + G</b>	<b>G</b>
<b>Carga para fratura (N)/Ciclos</b>	<b>100/5.000</b>	1	1	1
	<b>120/20.000</b>	0,95 (0,04)	1	1
	<b>135/40.000</b>	0,85 (0,08)	1	1
	<b>150/60.000</b>	0,60 (0,11)	1	1
	<b>165/80.000</b>	0,50 (0,11)	0,95 (0,04)	0,95 (0,03)
	<b>180/100.000</b>	0,35 (0,10)	0,65 (0,10)	1
	<b>195/120.000</b>	0,20 (0,08)	0,20 (0,08)	0,85 (0,08)
	<b>210/140.000</b>	0,05 (0,04)	0,05 (0,04)	0,75 (0,09)
	<b>225/160.000</b>	0,00	0,00	0,50 (0,11)
	<b>240/180.000</b>	-	-	0,35 (0,10)
	<b>255/200.000</b>	-	-	0,25 (0,09)
	<b>240/180.000</b>	-	-	0,15 (0,08)
	<b>255/200.000</b>	-	-	0,25 (0,09)
	<b>270/220.000</b>	-	-	0,15 (0,08)
	<b>285/240.000</b>	-	-	0,10 (0,06)
	<b>300/260.000</b>	-	-	1
	<b>315/280.000</b>	-	-	1
	<b>330/300.000</b>	-	-	1
<b>345/320.000</b>	-	-	0,05 (0,04)	
<b>360/340.000</b>	-	-	0,00	

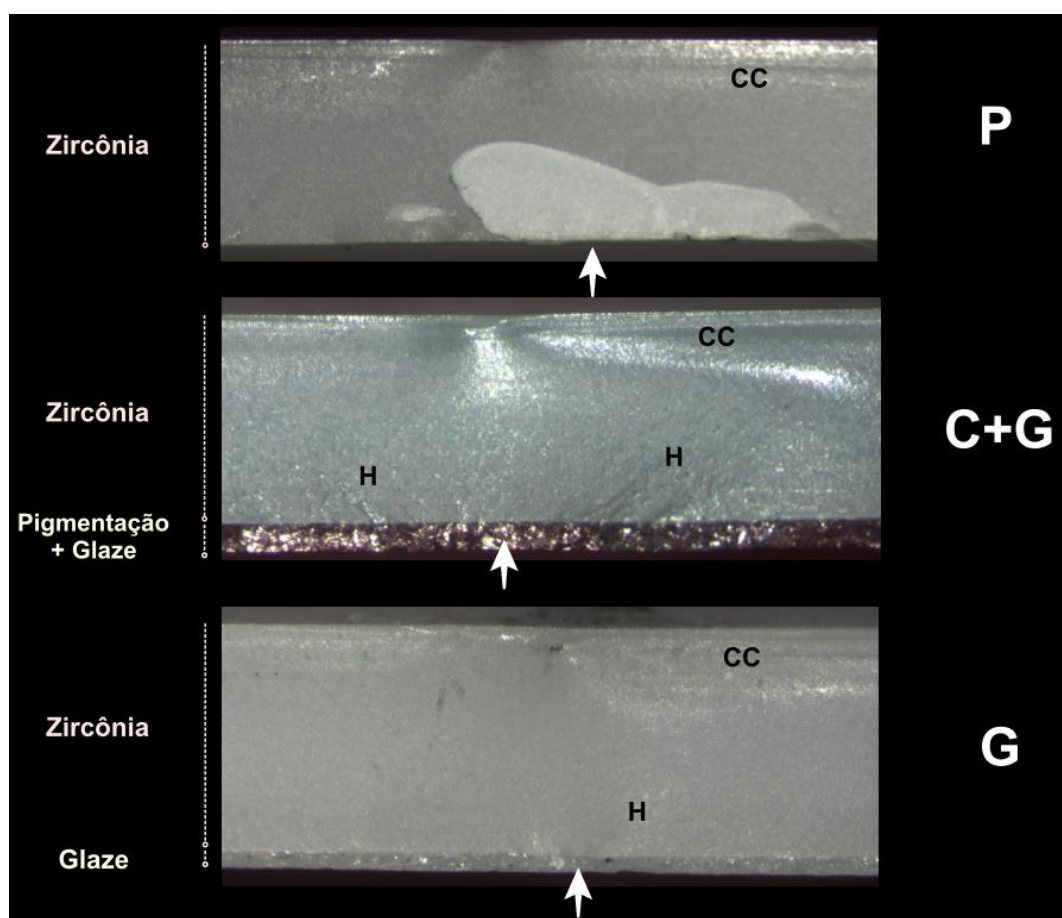
Legenda: Os dados da tabela mostram a probabilidade de sobrevivência, sendo 1 = 100%, 0 = 0%. Os valores entre parênteses indicam o desvio-padrão.

Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.3 Análise Fractográfica

A análise fractográfica apontou os defeitos que possivelmente originaram as fraturas dos espécimes (setas brancas, Figura 10). Os defeitos parecem estar ligados ao polimento da superfície da zircônia, mas podem também estarem relacionados com bolhas intrínsecas na camada da pigmentação e glaze. Marcas de fratura como curva de compressão e hackles puderam ser observadas e ajudaram na localização dos eventos que marcaram a fratura.

Figura 10 – Imagens de estereomicroscopia de espécimes representativos dos grupos estudados



Legenda: As letras representam: (CC) curva de compressão e (H) hackles. As setas brancas indicam os locais de provável origem da fratura na superfície submetida à tração.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

## 6 DISCUSSÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar a rugosidade, a resistência à fadiga e a probabilidade de sobrevivência de discos de zircônia de alta translucidez (YZ<sup>®</sup> HT) variando-se a caracterização extrínseca. Sendo assim, foi avaliado a influência da aplicação da pigmentação extrínseca seguida de glaze ou aplicação de apenas o glaze sobre a superfície de uma zircônia de alta translucidez. Os resultados mostraram que a resistência à fadiga foi influenciada pelo método de caracterização utilizado, porém a hipótese do estudo de que as amostras maquiadas e glazeadas resistiriam mais à fadiga foi refutada.

Visto que a cor da zircônia convencional é branca, há uma certa dificuldade em se obter uma cor próxima a natural do dente, mesmo após a estratificação. Por esse motivo, utilizar uma caracterização pode propiciar uma aparência mais próxima dos dentes naturais. Apesar disso, alguns estudos demonstram que a caracterização também pode aumentar consideravelmente a rugosidade da superfície, o que pode acarretar o acúmulo de biofilme bacteriano (Alao et al., 2017), e conseqüentemente a inflamação do periodonto (Yuan et al., 2018). No presente estudo foi feita avaliação da rugosidade média (Ra) da superfície após a aplicação da caracterização extrínseca e após a camada de glaze, com a finalidade de obtermos novos parâmetros de comparação.

Os resultados encontrados de rugosidade mostraram que o tratamento com pigmentação e glaze tem uma rugosidade média maior que os demais tratamentos, corroborando com o estudo de Bittar et al. (2019), que também encontrou valores superiores para zircônia translúcida com pigmentação e glaze em comparação ao grupo controle e apenas com glaze. Matos et al. (2020) avaliaram a rugosidade da zircônia de alta translucidez após caracterização e glaze, e também concluíram que esse tratamento superficial causa um aumento da rugosidade. Já o estudo de Manziuc et al. (2019) observou uma diminuição da rugosidade superficial após o



glazeamento, sem a aplicação de pigmentação. Essas diferenças entre os estudos são geradas por conta das diferenças metodológicas de mensurar a rugosidade, mas também estão relacionadas à microestrutura das zircônias usadas. Aspectos como o tamanho e quantidade de grãos, presença de poros e/ou defeitos, quantidade de cada fase cristalina (monoclínica, tetragonal e cúbica), além da composição e técnica de aplicação da caracterização podem afetar se o material terá maior ou menor rugosidade média.

Neste estudo o glaze foi aplicado pela técnica da estratificação, entretanto outras formas de aplicação podem ser encontradas, como o *spray*. No trabalho de Alves et al. (2016), a zircônia tratada com glaze em *spray* teve uma rugosidade muito superior ao grupo polido, inclusive nas imagens de microscopia foi possível observar o acúmulo de glaze em ilhas. Quanto à composição, o estudo de Shah et al. (2008) mostrou que caracterizações à base de Cério afetam a microestrutura da zircônia ao se acumularem entre os grãos, modificando a transformação de fase e alterando assim todas as propriedades mecânicas da zircônia. Entretanto, a caracterização usada nesse trabalho não é a base de Cério, o que se relaciona aos resultados encontrados.

O teste de fadiga utilizado neste estudo foi o teste *stepwise* descrito por (Guilardi et al., 2020). A carga para iniciar o carregamento axial sob fadiga foram definidos a partir dos valores médios da resistência à flexão biaxial obtidos de cada grupo através do teste monotônico, como os demais estudos da literatura indicam. Os testes de fadiga de vida acelerada, como o *stepwise* ou *step stress*, são capazes de prever melhor o comportamento do material em comparação aos testes monotônicos ou mesmo ensaios de fadiga cíclica (Zhang et al., 2013).

O grupo G (somente glaze) foi o com maior média de resistência e número de ciclos para a fratura, isso pode estar ligado a dois fatores, o primeiro é que durante o ciclo de resfriamento da queima do glaze, uma camada de tensões compressivas é gerada na zircônia, o que aumenta a resistência mecânica do

material (Bittar et al., 2019). O segundo fato é que o glaze pode preencher os defeitos superficiais da zircônia, aumentando a sua confiabilidade estrutural (Ramos et al., 2020). Todos os materiais cerâmicos possuem defeitos superficiais, que podem ser inerentes da fabricação dos blocos ou podem ter sido gerados durante o processamento, como o corte (ou fresagem) e polimento. Esse fato justifica o fato do grupo que foi apenas polido ter a menor resistência à fadiga, pois durante o procedimento de polimento, grãos podem ter sido arrancados da superfície gerando defeitos que comprometem o comportamento.

Entretanto o estudo de Matos et al. (2020) mostrou que a camada de glaze e a zircônia não possuem nenhuma interação, fazendo com que essa camada de glaze fosse removida nos primeiros 1,000 ciclos de ciclagem mecânica. Além apontar a menor resistência da zircônia com glaze por conta da incompatibilidade dos coeficientes de expansão térmica entre esses dois materiais. Bittar et al. (2019) observaram que o módulo de Weibull (confiabilidade estrutural) dos grupos glaze e glaze + pigmentação foram semelhantes, e inferiores comparado ao grupo controle (polido). Portanto, fica claro que não existe consenso na literatura científica quanto aos efeitos positivos e negativos da aplicação da caracterização (pigmentação e glaze).

## 7 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos neste estudo pode-se concluir que:

- a) a caracterização superficial altera o comportamento mecânico da zircônia de alta translucidez;
- b) a zircônia de alta translucidez somente polida possui menor probabilidade de sobrevivência do que a zircônia tratada com glaze, que promove maior resistência à fadiga a longo prazo.

## REFERÊNCIAS\*

Alao AR, Stoll R, Song XF, Abbott JR, Zhang Y, Abduo J, et al. Fracture, roughness and phase transformation in CAD/CAM milling and subsequent surface treatments of lithium metasilicate/disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017 Oct;74:251-60. doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.06.015. Epub 2017 Jun 15. PMID: 28645068; PMCID: PMC5582006.

Aboushelib MN, Wang H, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Fatigue behavior of zirconia under different loading conditions. *Dent Mater*. 2016;32(7):915–20. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.012. PMID: 27063462.

Albashaireh ZSM, Ghazal M, Kern M. Two-body wear of different ceramic materials opposed to zirconia ceramic. *J Prosthet Dent*. 2010;104(2):105–13. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60102-3. PMID: 20654767.

Alves LMM. Resistência à flexão biaxial, rugosidade e dureza de zircônias monolíticas: efeito da infiltração de sílica pelo método sol-gel e da simulação do desgaste fisiológico [dissertação]. São José dos Campos (São Paulo): Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2016.

Alp G, Subaşı MG, Seghi RR, Johnston WM, Yilmaz B. Effect of shading technique and thickness on color stability and translucency of new generation translucent zirconia. *J Dent*. 2018 Jun;73:19-23. doi: 10.1016/j.jdent.2018.03.011. Epub 2018 Mar 27. PMID: 29597040.

Asmussen E, Jörgensen KD. Fatigue strength of some resinous materials. *Scand J Dent Res*. 1982 Feb;90(1):76-9. doi: 10.1111/j.1600-0722.1982.tb01526.x. PMID: 6952549.

\* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [cited 2020 Jan 20]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Available from: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

ASM International. ASM handbook volume 19: fatigue and fracture. Materials Park: ASM; 1996. international; 1996. v 19.

ASM International. Fatigue. In: Campbell FC. Elements of metallurgy and engineering alloys. Materials Park: ASM International; 2008. p. 243-64.

ASTM. ASTM E1150: standard definitions of terms relating to fatigue. West Conshohocken: ASTM; 1987.

Ban S. Chemical durability of high translucent dental zirconia. Dent Mater J. 2020 Jan 31;39(1):12-23. doi: 10.4012/dmj.2019-109. Epub 2019 Sep 11. PMID: 31511477.

Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. Crit Rev Oral Biol Med. 2001;12(4):350-60. doi: 10.1177/10454411010120040501. PMID: 11603506.

Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. Dent Mater. 2012 Apr;28(4):449-56. doi: 10.1016/j.dental.2011.11.024. Epub 2011 Dec 22. PMID: 22196898.

Bilgin MS, Baytaroglu EN, Erdem A, Dilber E. A review of computer-aided design/computer-aided manufacture techniques for removable denture fabrication. Eur J Dent. 2016 Apr-Jun;10(2):286-291. doi: 10.4103/1305-7456.178304. PMID: 27095912; PMCID: PMC4813451.

Bittar BF, Miranda JS, Simões AC, de Carvalho Ramos N, Machado JPB, Zhang Y, et al. Effect of extrinsic pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading of a translucent ZrO<sub>2</sub> ceramic. Dent Mater. 2019 Nov;35(11):1644-53. doi: 10.1016/j.dental.2019.08.117. Epub 2019 Sep 29. PMID: 31575489; PMCID: PMC6858620.

Bonfante EA, Coelho PG. A Critical perspective on mechanical testing of implants and prostheses. *Adv Dent Res*. 2016 Mar;28(1):18-27. doi: 10.1177/0022034515624445. PMID: 26927484.

Bonfante EA, Coelho PG, Navarro JM Jr, Pegoraro LF, Bonfante G, Thompson VP, et al. Reliability and failure modes of implant-supported Y-TZP and MCR three-unit bridges. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2010 Sep;12(3):235-43. doi: 10.1111/j.1708-8208.2009.00156.x. Epub 2009 Mar 31. PMID: 19416277.

Campos TMB, Marinho RMM, Ribeiro AOP, Montanheiro TLA, Silva AC, Thim GP. Microstructure and mechanical properties of fully sintered zirconia glazed with an experimental glass. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Sep 22;113:104093. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104093. Epub ahead of print. PMID: 33022517.

Chen YM, Smales RJ, Yip KH, Sung WJ. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dent Mater*. 2008 Nov;24(11):1506-11. doi: 10.1016/j.dental.2008.03.010. Epub 2008 Apr 25. PMID: 18440062.

Clinicians Report. TRAC research: BruxZir and emaxCAD: superior clinical performance at 3+ years. *Clinicians Report*. 2014 Jun;7(6):1-3.

Collins JA. *Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention*. 2nd. Hoboken: John Willey & Sons;1993.

Chun EP, Anami LC, Bonfante EA, Bottino MA. Microstructural analysis and reliability of monolithic zirconia after simulated adjustment protocols. *Dent Mater*. 2017 Aug;33(8):934-43. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.024. Epub 2017 Jun 9. PMID: 28606409.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007. Epub 2007 Jul 19. PMID: 17659331.

Fraga S, Valandro LF, Bottino MA, May LG. Hard machining, glaze firing and hydrofluoric acid etching: Do these procedures affect the flexural strength of a leucite glass-ceramic? *Dent Mater.* 2015 Jul;31(7):e131-40. doi: 10.1016/j.dental.2015.04.005. Epub 2015 May 2. PMID: 25940916.

Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, et al. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008. Epub 2016 Jan 20. PMID: 26849030.

Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG Jr, Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011 Apr;27(4):394-406. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.025. Epub 2010 Dec 24. PMID: 21185074.

Griffin JD Jr. Combining monolithic zirconia crowns, digital impressioning, and regenerative cement for a predictable restorative alternative to PFM. *Compend Contin Educ Dent.* 2013 Mar;34(3):212-22. PMID: 23931266.

Guilardi LF, Soares P, Werner A, de Jager N, Pereira GKR, Kleverlaan CJ, et al. Fatigue performance of distinct CAD/CAM dental ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;103(Nov 2019):103540. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103540. PMID: 31770665.

Janeva NM, Kovacevska G, Elencevski S, Panchevska S, Mijoska A, Lazarevska B. Advantages of CAD/CAM versus conventional complete

dentures - A Review. *Open Access Maced J Med Sci.* 2018 Aug 4;6(8):1498-502. doi: 10.3889/oamjms.2018.308. PMID: 30159084; PMCID: PMC6108805.

Johansson C, Kmet G, Rivera J, Larsson C, Vult Von Steyern, P. Fracture strength of monolithic all-ceramic crowns made of high translucent yttrium oxide-stabilized zirconium dioxide compared to porcelain-veneered crowns and lithium disilicate crowns. *Acta Odontol Scand.* 2014 Feb;72(2):145-53. doi: 10.3109/00016357.2013.822098. Epub 2013 Jul 18. PMID: 23865549.

Kattadiyil MT, AlHelal A, Goodacre BJ. Clinical complications and quality assessments with computer-engineered complete dentures: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2017 Jun;117(6):721-8. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.12.006. Epub 2017 Feb 20. PMID: 28222878.

Keuper M, Berthold C, Nickel KG. Long-time aging in 3 mol.% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals at human body temperature. *Acta Biomater.* 2014 Feb;10(2):951-9. doi: 10.1016/j.actbio.2013.09.033. Epub 2013 Oct 1. PMID: 24090986.

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 Nov;1(3):113-7. doi: 10.4047/jap.2009.1.3.113. Epub 2009 Nov 30. PMID: 21165265; PMCID: PMC2994687.

Kohorst P, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. *Acta Biomater.* 2008 Sep;4(5):1440-7. doi: 10.1016/j.actbio.2008.04.012. Epub 2008 May 1. PMID: 18501690.

Lin SK, Lee YL, Lu MW. Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distributions. *Int j fatigue.* 2001 Jan; 23(1):75-83. doi: 10.1016/S0142-1123(00)00039-6.



Lohbauer U, Krämer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dent Mater.* 2008 Jan;24(1):39-44. doi: 10.1016/j.dental.2007.01.011. Epub 2007 Apr 27. PMID: 17467049.

Malkondu O, Tinastepe N, Kazazoglu E. Influence of type of cement on the color and translucency of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2016 Dec;116(6):902-8. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.05.001. Epub 2016 Jul 14. PMID: 27422235.

Matos JDM. Avaliação do desgaste fisiológico da camada de caracterização aplicada sobre cerâmicas odontológicas [dissertação]. São José dos Campo (São Paulo): Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

Manziuc MM, Gasparik C, Burde AV, Colosi HA, Negucioiu M, Dudea D. Effect of glazing on translucency, color, and surface roughness of monolithic zirconia materials. *J Esthet Restor Dent.* 2019 Sep;31(5):478-85. doi: 10.1111/jerd.12493. Epub 2019 Jun 2. PMID: 31155848.

Mitov G, Heintze SD, Walz S, Woll K, Muecklich F, Pospiech P. Wear behavior of dental Y-TZP ceramic against natural enamel after different finishing procedures. *Dent Mater.* 2012 Aug;28(8):909-18. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.010. Epub 2012 May 18. PMID: 22608163.

Nakamura K, Harada A, Kanno T, Inagaki R, Niwano Y, Milleding P, et al. The influence of low-temperature degradation and cyclic loading on the fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015 Jul;47:49-56. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.03.007. Epub 2015 Mar 18. PMID: 25841216.

Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S. Surface

damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. *Dent Mater J*. 2010 Oct;29(5):536-41. doi: 10.4012/dmj.2009-127. Epub 2010 Sep 18. PMID: 20877130.

Po JM, Kieser JA, Gallo LM, Tésenyi AJ, Herbison P, Farella M. Time-frequency analysis of chewing activity in the natural environment. *J Dent Res*. 2011 Oct;90(10):1206-10. doi: 10.1177/0022034511416669. Epub 2011 Aug 1. PMID: 21810620.z

Rosentritt M, Behr M, Preis V. A critical evaluation of fatigue studies for restorative materials in dentistry. *Curr Or Health Rep*. 2016 Jun;3(3):221–8. doi:10.1007/s40496-016-0097-8.

Shah K, Holloway JA, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater*. 2008;87(2):329–37. doi: 10.1002/jbm.b.31107. PMID: 18433010.

Silva LHD, Lima E, Miranda RBP, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Braz Oral Res*. 2017 Aug 28;31(suppl 1):e58. doi: 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0058. PMID: 28902238.

Song J, Mourelatos Z, Gu R, Crepeau P. Sensitivity study of staircase fatigue tests using monte carlo simulation. *SAE Technical Paper*. 2005-01-0803. doi: 10.4271/2005-01-0803.

Sorrentino R, Triulzio C, Tricarico MG, Bonadeo G, Gherlone EF, Ferrari M. In vitro analysis of the fracture resistance of CAD-CAM monolithic zirconia molar crowns with different occlusal thickness. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016;61:328-33. doi:10.1016/j.jmbbm.2016.04.014.

Spitznagel FA, Boldt J, Gierthmuehlen PC. CAD/CAM Ceramic restorative materials for natural teeth. *J Dent Res*. 2018;97(10):1082–91. doi: 10.1177/0022034518779759.

Stawarczyk B, Özcan M, Schmutz F, Trottmann A, Roos M, Hämmerle CH. Two-body wear of monolithic, veneered and glazed zirconia and their corresponding enamel antagonists. *Acta Odontol Scand*. 2013 Jan;71(1):102-12. doi: 10.3109/00016357.2011.654248. Epub 2012 Feb 27. PMID: 22364372.

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater*. 2007 Jan;23(1):106-14. doi: 10.1016/j.dental.2005.12.008. Epub 2006 Feb 13. PMID: 16473402.

Subaşı MG, Alp G, Johnston WM, Yilmaz B. Effect of thickness on optical properties of monolithic CAD-CAM ceramics. *J Dent*. 2018 Apr;71:38-42. doi: 10.1016/j.jdent.2018.01.010. Epub 2018 Jan 31. PMID: 29402640.

Sun T, Zhou S, Lai R, Liu R, Ma S, Zhou Z, et al . Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Jul;35:93-101. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.03.014. Epub 2014 Apr 2. PMID: 24762856.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR. Ceramics for restorative dentistry: critical aspects for fracture and fatigue resistance. *Mater Sci Eng C*. 2007;27(3):565-9. doi: 10.1016/j.msec.2006.05.034.

Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. *Ceram Int*. 2016;42(1):1077–85. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.09.033.

Vichi A, Fabian Fonzar R, Goracci C, Carrabba M, Ferrari M. Effect of finishing and polishing on roughness and gloss of lithium disilicate and lithium silicate zirconia reinforced glass ceramic for CAD/CAM systems. *Oper Dent*. 2018 Jan/Feb;43(1):90-100. doi: 10.2341/16-381-L. PMID: 29284101.

Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *J Mater Sci Mater Med*. 2008 May;19(5):1945-51. doi: 10.1007/s10856-007-3290-4. Epub 2007 Oct 18. PMID: 17943412.

Yuan JC, Barão VAR, Wee AG, Alfaro MF, Afshari FS, Sukotjo C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 2018 Jun;119(6):1000-6. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.06.001. Epub 2017 Sep 29. PMID: 28965682.

Zhang Y, Kelly JR. Dental Ceramics for restoration and metal enereing. *Dent Clin North Am*. 2017 Oct;61(4):797-819. doi: 10.1016/j.cden.2017.06.005. PMID: 28886769; PMCID: PMC5657342.

Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater*. 2014 Oct;30(10):1195-203. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.375. Epub 2014 Sep 2. PMID: 25193781; PMCID: PMC4167579.

Zhang Y, Sailer I, Lawn BR. Fatigue of dental ceramics. *J Dent*. 2013 Dec;41(12):1135-47. doi: 10.1016/j.jdent.2013.10.007. Epub 2013 Oct 14. PMID: 24135295; PMCID: PMC3877306.