



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

NAYARA FERNANDA BARCHETTA

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E
MICROESTRUTURAL DA Y-TZP SINTERIZADA POR
MICRO-ONDAS E DEGRADADA EM MEIO BUCAL**

2019

NAYARA FERNANDA BARCHETTA

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DA Y-TZP
SINTERIZADA POR MICRO-ONDAS E DEGRADADA EM MEIO
BUCAL**

Tese 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 DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de Biomateriais e Novas Tecnologias em Odontologia.

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

Coorientadora: Dra. Anelyse Arata

São José dos Campos

2019

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. 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).

Barchetta, Nayara Fernanda
Caracterização mecânica e microestrutural da Y-TZP sinterizada por micro-ondas e degradada em meio bucal / Nayara Fernanda Barchetta. - São José dos Campos : [s.n.], 2019.
109 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2019.

Orientador: Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra
Coorientador: Anelyse Arata

1. Cerâmica zircônia. 2. Resistência à flexão. 3. Degradação em meio bucal. 4. Degradação hidrotérmica. 5. Biofilme. I. Saavedra, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni, orient. II. Arata, Anelyse, 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

Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Dolores Ribeiro Ricci Lazar

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/USP)

Campus de São Paulo

João Paulo Barros Machado

Instituto Nacional de Pesquisas (INPE)

Campus de São José dos Campos

Renata Marques de Melo Marinho

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Estevão Tomomitsu Kimpara

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 28 de maio de 2019.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Paula Cristina de Oliveira Souza Barchetta e Oswaldo Barchetta Neto. Só tenho a agradecer por tudo, ao amor incondicional. Vocês são minha maior motivação, e sempre buscarei deixá-los orgulhosos.

Aos meus irmãos, Rômulo de Souza Barchetta, Giúlia Giovanna Barchetta e Vincenzo Barchetta, vocês são meus pupilos. Fomos ensinados a sempre um cuidar do outro, e tudo o que faço sei que serve de exemplo para vocês, e prometo tentar sempre dar um bom exemplo.

Ao meu marido Fábio Villalta Fucuda, meu maior incentivador em todos os sentidos. Não tenho palavras para expressar a gratidão que tenho por você estar na minha vida. Te admiro muito! Espero ficarmos bem velhinhos e rabugentos juntos, e rir de tudo isso nas nossas bodas de ouro.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

*Ao meu orientador, **Guilherme Saavedra**, por estes cinco anos e meio, de agradável convívio, desde o primeiro e-mail no mestrado, até o último antes de finalizar a escrita desta tese, sempre foi muito gentil e educado. É um profissional que inspira todos os seus orientados a sempre buscarem o melhor de si. Muitas oportunidades que tive durante a pós-graduação devo a você. Agradeço também aos ensinamentos nas clínicas, tanto na pós-graduação quanto na graduação, que levarei para a vida toda. Obrigada por sempre trazer as novidades tecnológicas ao nosso programa de pós-graduação. Obrigada pela orientação!*

*À minha coorientadora **Anelyse Arata**, que me ajudou muito desde o mestrado, no delineamento das pesquisas e nos testes realizados. Mesmo não estando no Brasil, você se fez muito presente. Grande parte deste trabalho realizado devo à sua contribuição. Obrigada!*

Aos voluntários da pesquisa, pela paciência e perseverança, vocês foram fundamentais para que tudo isso fosse possível. Obrigada!

*Aos meus **Professores** que tive durante a graduação, mestrado, doutorado e também na vida profissional, que sempre, de alguma maneira, plantaram uma semente do desejo de aprender todos os dias. Que me fizeram admirar esta profissão linda, que tem como base a transmissão do conhecimento ao próximo. E em especial, meus agradecimentos aos **professores da pós-graduação** que veem na pesquisa uma forma de melhorar, ainda que aos poucos, a ciência e sua contribuição na sociedade.*

Muito obrigada!

AGRADECIMENTOS

*“Aqueles que passam por nós não vão sós.
Deixam um pouco de si, levam um pouco de nós.”*

Antoine de Saint-Exupery

Agradeço ao Instituto de Ciência e Tecnologia - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, na pessoa do diretor Prof. Estevão Tomomitsu Kimpara, por proporcionar todo o suporte necessário para a realização desta pesquisa. Universidade referência em excelência na Odontologia, a qual tenho muito orgulho em fazer parte.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pelo Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges.

A Especialidade em Prótese Dentária, que é coordenada pelo Prof. Marco Antonio Bottino.

A Seção Técnica de Pós-Graduação, agradeço à colaboração e à eficiência de sempre, Bruno Shiguemitsu Marques Tanaka, Sandra Mara Cordeiro e Carolina Lourenço Rei.

A todos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora. Em especial à Profa. Renata Marques de Melo Marinho, obrigada pelos ensinamentos sobre pesquisa nos créditos, e que refletiram também na minha dissertação e tese. E ao Prof. Lafayette Nogueira Junior, que de um jeito descontraído e leve, é focado em passar o que sabe aos alunos, obrigada pelos ensinamentos nas clínicas de sexta em implantodontia.

Aos professores da disciplina de COAT (Centro de Oclusão e Articulação Temporomandibular) Prof. Wagner de Oliveira e Prof. Sigmar de Mello Rode, pude aprender muito, e tenho muito ainda a aprender, sobre esse complexo mundo da oclusão e ATM. Obrigada pelos ensinamentos e pela convivência agradável no período de estágio docência.

Ao Prof. Tarcísio José de Arruda Paes Junior, pelo suporte em um caso clínico, no qual pude conhecê-lo mais e demonstrou ser, além de um excelente profissional, uma excelente pessoa.

Ao Prof. Ivan Balducci, agradeço a todo o suporte com as análises estatísticas deste e de outros trabalhos. Professor que considero muito, pois pode ter certeza que o senhor não só “deu o peixe, como ensinou a pescar”, e acredito que essa é a essência da arte de ensinar. Obrigada, por me ensinar a pescar professor. Mesmo com a certeza de que ainda tenho muito a aprender. Sempre lembrarei com muito carinho dos cafezinhos e conversas sobre a vida, que muito me ensinaram.

Aos meus coorientados, alunos de iniciação científica e de trabalho de conclusão de curso, Larissa Guazzelli Nanni, Sara Moraes dos Santos, Raphael Luiz dos Santos Rodrigues e Thais Nascimento Del Tedesco. Cada um com sua maneira de ser, fez de mim uma professora melhor, uma pessoa melhor. Obrigada pelo convívio, nas conversas e trabalhos em laboratório. Tudo fez mais sentido quando pude ajudar na formação profissional de vocês. Obrigada por me permitirem fazer parte desse processo.

Ao laboratório de microbiologia do ICT-UNESP, na pessoa da Profa. Juliana Junqueira, e ao pós-doutorando Rodnei Rossoni, por todo o suporte na análise e discussão da parte microbiológica deste trabalho, obrigada pela disposição em nos ajudar.

Aos técnicos do Laboratório de Prótese Dentária, Lilian Vilela pelo suporte com os materiais, e em especial ao Marco Alfredo e Fernando Carlos Fontes, que sempre nos recebem com um sorriso no rosto, e me deram suporte durante as clínicas, por vezes corridas. Vocês deixam o segundo andar da Odonto mais alegre. Obrigada!

Ao técnico Fernando Carlos Fontes, que além de me dar suporte nas clínicas, também abraçou a missão de confeccionar os dispositivos de todos os voluntários da pesquisa. E os fez com muito carinho, tenho certeza. Muito obrigada.

À colaboradora do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Juliane Damasceno, obrigada pela atenção e dedicação, sempre muito prestativa.

Aos colaboradores do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese Dentária, Dra Thais Cachuté Paradella pelo suporte no MEV, EMIC e nas traduções também. E ao Márcio Eduardo Marques por ser tão prestativo e engrandecer nosso laboratório, sempre querendo torná-lo um ambiente ainda melhor.

Aos colaboradores da limpeza e da segurança, que são essenciais para o funcionamento da instituição como um todo.

Ao pessoal da cantina, em especial à dona Vilma e à Solange, que sempre nos recebem tão bem.

Aos colaboradores da biblioteca, que sempre estão dispostos a nos dar o suporte necessário, em especial à Renata Ap. Couto Martins e ao Rafael Lopes da Cunha.

Ao Comitê de Ética em Pesquisa Envolvendo Seres Humanos (CEPh), na pessoa da Profa. Denise Nicodemo. Aprendi muita coisa, não só em pesquisa Odontológica, como em diversas outras áreas do conhecimento, no período que estive como membro discente do comitê. O trabalho que vocês exercem é muito bonito e fundamental para o desenvolvimento da ciência.

A todos meus amigos da pós-graduação, pelo convívio e ensinamento diário, e por vezes dividirem um pouco a carga do dia a dia. Em especial à minha turma de doutorado: Pollyanna Nogueira Ferreira da Silva, Jaiane Bandoli Monteiro, Jean Soares Miranda, Tabata Prado Sato, Marcelo Gallo Olliane. Muito obrigada pela parceria.

Ao nosso grupo Saavedra's Science, formado pelos orientados de pós-graduação do Prof. Guilherme: Júlio Luz, Hilton Riquieri, Guilherme Andrade, Ana Beatriz Gomes, Elisa Grassi e em especial ao Pedro Diamantino, que me ajudou na captação e moldagem dos voluntários, junto com a Mariana Gadelho Gimenez. Vocês fizeram toda a diferença, muito obrigada!

A empresa VIPI, pelo fornecimento da cerâmica utilizada neste e em outros estudos.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela Bolsa concedida durante dois anos do meu curso de Doutorado.

A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pelo Auxílio Pesquisa (Processo FAPESP nº 2017/07636-9), que possibilitou o financiamento deste e de outros trabalhos.

Aos Professores do IPEN-CCTM, Profa. Dolores Ribeiro Ricci Lazar e Prof. Valter Ussui, pelos ensinamentos e auxílios nos trabalhos, de mestrado, iniciações científicas e doutorado.

Ao Prof. João Paulo Barros Machado (INPE), por todo o suporte no DRX e MEV, pelos ensinamentos e pelo agradável convívio, sempre muito prestativo, ajudou a engrandecer nosso trabalho.

Aos meus colegas de trabalho da Escola de Especialistas de Aeronáutica (EEAr), agradeço a oportunidade de poder trabalhar com vocês e fazer parte da Força Aérea Brasileira, está sendo uma experiência ímpar na minha vida. Agradeço também a valorização do estudo pela seção Odontológica.

Agradeço a todos que de alguma forma ajudaram na composição deste trabalho.

*”Palavra puxa palavra, uma ideia traz outra, e assim se faz um livro,
um governo, ou uma revolução...”*

Machado de Assis

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| RESUMO | 14 |
| ABSTRACT | 15 |
| 1 INTRODUÇÃO | 16 |
| 2 REVISÃO DE LITERATURA | 20 |
| 2.1 Odontologia livre de metal | 23 |
| 2.2 Mecanismos de tenacificação da Y-TZP | 26 |
| 2.3 Mecanismos de degradação da Y-TZP | 28 |
| 2.3.1 Y-TZP <i>in situ</i> | 34 |
| 2.3.2 Ensaio de resistência mecânica após a degradação da Y-TZP | 38 |
| 2.4 Importância do processo de sinterização | 40 |
| 2.5 Processo de sinterização por energia de micro-ondas | 44 |
| 3 PROPOSIÇÃO | 51 |
| 4 MATERIAL E MÉTODOS | 52 |
| 4.1 Degradação em reator hidrotérmico | 56 |
| 4.2 Análise de contração volumétrica | 57 |
| 4.3 Análise por difração de raios X (DRX) | 58 |
| 4.4 Análise da rugosidade superficial | 59 |
| 4.5 Análise do ângulo de contato | 60 |
| 4.6 Seleção dos participantes | 62 |
| 4.7 Confeção do dispositivo bucal e fixação dos espécimes | 63 |
| 4.8 Quantificação total de micro-organismos aderidos: análise pela contagem das unidades formadoras de colônias (UFC/mL) | 65 |
| 4.9 Análise de biofilme por microscopia eletrônica de varredura (MEV) ... | 65 |
| 4.10 Análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) | 66 |

| | |
|---|------------|
| 4.11 Ensaio de resistência à flexão biaxial | 67 |
| 4.12 Análise estatística | 69 |
| 5 RESULTADO | 70 |
| 5.1 Participantes do estudo..... | 70 |
| 5.2 Análise de contração volumétrica..... | 70 |
| 5.3 Análise por difração de raios X (DRX) | 71 |
| 5.4 Análise da rugosidade superficial..... | 73 |
| 5.5 Análise do ângulo de contato..... | 75 |
| 5.6 Quantificação total de micro-organismos aderidos: análise pela contagem das unidades formadoras de colônias (UFC/mL) | 76 |
| 5.7 Análise de biofilme por microscopia eletrônica de varredura (MEV)... | 77 |
| 5.8 Análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) | 78 |
| 5.9 Ensaio de resistência à flexão biaxial | 81 |
| 6 DISCUSSÃO | 83 |
| 7 CONCLUSÃO | 92 |
| REFERÊNCIAS | 93 |
| APÊNDICES | 105 |
| ANEXO..... | 107 |

Barchetta NF. Caracterização mecânica e microestrutural da Y-TZP sinterizada por micro-ondas e degradada em meio bucal [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2019.

RESUMO

Neste estudo avaliou-se por caracterização mecânica e microestrutural, a degradação em meio bucal e *in vitro* da cerâmica Y-TZP sinterizada por energia de micro-ondas em comparação ao método convencional. Foram confeccionados noventa e seis discos por CAD-CAM (ISO 6872), sinterizados de modo convencional (C) 1530°C/120 minutos e por energia de micro-ondas (M) 1450°C/15 minutos. E submetidos à degradação hidrotérmica em reator pressurizado (E) (1,5h/150°C/3 bar) e à degradação *in situ* (B) (240 horas em meio bucal), formando-se 8 grupos (n = 12): M, C, ME, CE, MB, CB, MEB e CEB. Foram realizadas análises de contração volumétrica, difração de raios-X (DRX), rugosidade superficial (Ra e Rz), ângulo de contato, microscopia eletrônica de varredura (MEV), quantificação do biofilme por UFC/mL e análise de resistência mecânica por flexão biaxial. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente por *t-Student*, Anova dois e três fatores, e teste de Tukey (5%). Por DRX observou-se transformação de fase tetragonal para monoclinica (t-m) nos grupos envelhecidos, exceto para o grupo MB. Não foram observadas diferenças significantes na contração volumétrica (p=0,274), na rugosidade Ra (p=0,137) e Rz (p=0,187), assim como nos valores de ângulo de contato entre os métodos de sinterização (p=0,669). Por MEV observou-se a presença de formação de biofilme inicial e na contagem de Unidades Formadoras de Colônias (UFC/mL) foi maior quando os espécimes foram previamente envelhecidos *in vitro* (p=0,001). No ensaio de resistência à flexão biaxial foi observado o efeito interação (p=0,005) para as três variáveis, sinterização, envelhecimento *in vitro* e envelhecimento *in situ*, com aumento da resistência para os grupos sinterizados pelo método convencional após os envelhecimentos, devido ao aumento de tensão de transformação superficial. E houve equivalência estatística entre todos os grupos micro-ondas comparados aos grupos controle. Concluiu-se que o método de envelhecimento *in situ* por 240 horas foi capaz de transformar a fase t-m da superfície da cerâmica, sendo que a sinterização por energia de micro-ondas influenciou positivamente a resistência à degradação hidrotérmica à baixa temperatura (LTD), além da redução no tempo de sinterização em mais de 80%.

Palavras-chave: Cerâmica zircônia. Degradação em meio bucal. Degradação hidrotérmica. Resistência à flexão. Rugosidade superficial. Biofilme.

Barchetta NF. Mechanical and microstructural characterization of Y-TZP sintered by microwave and degraded in the buccal medium [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2019.

ABSTRACT

In this study it was evaluated the effect of in situ low temperature degradation of yttrium oxide stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) ceramics sintered by microwave energy in comparison to the conventional method. Ninety-six discs milled by CAD/CAM (ISO 6872) were divided in: conventionally sintered (C) at 1530 ° C / 120 minutes and microwave energy (M) 1450°C / 15 minutes. Specimens were submitted to hydrothermal degradation in a pressurized reactor (E) (1.5h / 150°C / 3 bar) and in situ degradation (B) (240 hours in the buccal medium), forming eight groups (n=12): M, C, ME, CE, MB, CB, MEB and CEB. Specimens were evaluated through analysis of volumetric contraction, X-ray diffraction (XRD), surface roughness (Ra and Rz), contact angle, scanning electron microscopy (SEM), biofilm quantification by CFU / mL and biaxial flexural strength. Results were statistically analyzed through t-Student, two, three-way Anova and Tukey tests (5%). By XRD, tetragonal to monoclinic phase transformation (t-m) was observed in the aged groups, except for the MB group. No significant differences were observed in the volumetric contraction ($p = 0.274$), Ra roughness ($p = 0.137$) and Rz ($p = 0.187$), as well as contact angle values between sintering methods ($p = 0.669$). SEM images showed that the initial biofilm formation was observed after 8 hours in situ, an increase of CFU / mL occurred when the specimens were previously aged in vitro ($p = 0.001$). Regarding biaxial flexural strength, the interaction effect ($p = 0.005$) for the three variables, sintering method, hydrothermal aging and in situ aging was observed, with increased resistance for the sintered groups by the conventional method after aging, and statistical equivalence for the microwave groups, aged or not, compared to the control groups. The in situ aging method for 240 hours was induced the t-m phase transformation the surface of the ceramic, and sintering by microwave energy had a positive effect on the resistance to low temperature hydrothermal degradation (LTD), besides reduction in sintering time by more than 80%.

Keywords: Zirconia ceramic. Oral degradation. Hydrothermal degradation. Flexural strength. Surface roughness. Biofilms.

1 INTRODUÇÃO

Principais períodos históricos foram nomeados pelos materiais que os dominaram, como a Idade da Pedra e a Idade do Bronze, e conseqüentemente a era moderna é marcada por uma variedade de materiais cerâmicos cada vez mais desenvolvidos, portanto, caso houvesse uma denominação atual poderia ser chamada de “Idade da Cerâmica” (Vagkopoulou et al., 2009), principalmente na área Odontológica. As cerâmicas a base de zircônia permitiram avanços significativos na área biomédica (Glover et al., 2018; Akiba et al., 2017; Nanbu et al., 2007; Manicone et al., 2007; Depprich et al., 2008; Siddiqi et al., 2017; Akgungor et al., 2008; Kittipibul, Godfrey, 1995; Denry, Kelly, 2014; Sailer et al., 2018) devido à biocompatibilidade, estética favorável e alta resistência, e na área odontológica atendem à demanda da Odontologia livre de metal, em conjunto a outros materiais cerâmicos com excelente custo benefício (Vagkopoulou et al., 2009) e ao aprimoramento da tecnologia CAD-CAM (Miyazaki et al., 2013; El-Ghany, Sherief, 2016; Turon-Vinas, Anglada, 2018).

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) apresenta uma extensa gama de indicações clínicas (Manicone et al., 2007). A Y-TZP é composta por uma fase tetragonal metaestável (t) que ocorre em temperatura ambiente, estabilizada por meio da adição de óxidos como 2-8 mol% de ítria (Y_2O_3) (Piconi, Maccauro, 1999; Mazaheri et al., 2008; Chevalier et al., 2009). Apresenta alta resistência à flexão e tenacidade à fratura quando comparada aos demais materiais cerâmicos odontológicos (Denry, Kelly, 2014), o que permite sua confiabilidade clínica para extensas reconstruções (Sailer et al., 2018). É um material altamente biocompatível, equivalente ao titânio (Depprich et al., 2008; Siddiqi et al., 2017), esteticamente adequado para a substituição de elementos dentários perdidos (Miyazaki et al., 2013), apresenta boas

características tribológicas (Kim, Kim, 2008), e é quimicamente inerte (Kretzer et al., 2018).

As boas propriedades mecânicas desse material provêm do processo de tenacificação por transformação martensítica, que ocorre sob estresse do material. Durante esse processo, uma transformação de fase tetragonal para fase monoclinca (t-m) acontece, e resulta em expansão volumétrica dos grãos de 3 a 4% ao redor de uma trinca em potencial, o que leva ao desenvolvimento de tensão de compressão que se opõe à propagação da trinca, uma vez que a energia associada à propagação é dissipada (Piconi, Maccauro, 1999; Kelly, Rose, 2002; Chevalier et al., 2009).

Porém, essa mesma transformação t-m pode ocorrer em baixas temperaturas (como em meio corpóreo a 37°C) e em meio aquoso a transformação é acelerada (Chevalier et al., 2007; Lughì, Sergo, 2010; Arata et al., 2014, 2015; Gremillard et al., 2018). Esse fenômeno é chamado degradação hidrotérmica ou degradação à baixa temperatura (*low-temperature degradation* - LTD) (Kobayashi et al., 1981), que depende do equilíbrio entre o acúmulo de tensões compressivas residuais e o microtrincamento, o qual pode resultar em danos ou ganhos a microestrutura da Y-TZP, de acordo com o tempo e a intensidade do estresse gerado, o que poderia ocorrer em meio bucal (Chevalier et al., 2011).

O envelhecimento em meio bucal pode promover a degradação da zircônia com maior facilidade se comparado ao método de envelhecimento *in vitro* (Miragaya et al., 2017; Borges et al., 2019), sendo um motivo de preocupação devido à junção de fenômenos como: constante mudança de temperatura (Palmer, Barco, 1992; Choi et al., 2016), presença de umidade, cargas mastigatórias (Barcellos et al., 2018) e alterações do pH por fontes exógenas ou pela ação do biofilme na liberação de ácidos (Turp et al., 2012; Egilmez et al., 2014; Choi et al., 2016; Senneby et al., 2017).

A degradação poderá ocorrer em situações clínicas nas quais a cerâmica

fica exposta em meio bucal, sendo utilizada como material para infraestrutura (Guazzato et al., 2004; Manicone et al., 2007), coroas monolíticas em próteses dentárias fixas, pilares protéticos sobre implantes dentários (Manicone et al., 2007), implantes dentários de zircônia (Depprich et al., 2008; Siddiqi et al., 2017), ou mesmo em brackets ortodônticos (Kittipibul, Godfrey, 1995). Além disso, não se sabe até que ponto a penetração de fluídos dos túbulos dentinários pode afetar a camada de cimento e entrar em contato com a cerâmica a longo prazo (Jevnikar et al., 2000).

Os principais fatores que interferem na degradação à baixa temperatura são: teor e natureza do estabilizante, tamanho de grão e o estresse mecânico (Lughi, Sergo, 2010). Portanto, o tempo e a temperatura de sinterização devem ser cuidadosamente controlados para a obtenção de todas as propriedades mecânicas, químicas e microestruturais esperadas, uma vez que com o aumento da temperatura de sinterização ocorre o crescimento de grão e, quanto maior o grão, maior será a susceptibilidade à transformação de fase e menor será a resistência a LTD (Lawson, 1995; Hallmann et al., 2012; Kosmač, Kocjan, 2012; Inokoshi et al., 2014; Denry, Kely, 2014, ; Turon-Vinas, Anglada, 2018; Borges et al., 2019).

O método de sinterização pode ocorrer por energia de micro-ondas, em que o material absorve energia eletromagnética volumetricamente, o que gera calor em todo o espécime (Katz, 1992; Agrawal, 1998; Menezes et al., 2007a; Oghbaei, Mirzaee, 2010; Koltsov et al., 2018), diferente do que ocorre com o método de sinterização convencional, no qual o calor é transferido entre os objetos por condução térmica, e aquece primeiramente a superfície do material e em seguida o seu interior (Katz, 1992; Oghbaei, Mirzaee, 2010).

O micro-ondas proporciona um aquecimento uniforme que apresenta muitas vantagens sobre o método convencional, incluindo redução do tempo e temperatura de sinterização, maior taxa de aquecimento, com grãos menores e

mais uniformes, melhores propriedades físicas e mecânicas, além de ser um método mais econômico, com menor consumo de energia (Katz, 1992; Agrawal, 1998; Menezes et al., 2007a; Oghbaei, Mirzaee, 2010).

Barchetta et al. (2016) desenvolveram um protocolo para a sinterização de Y-TZP odontológica (depósito de patente: BR1020160279542) por meio de energia de micro-ondas, que sinteriza a Y-TZP no tempo total de 105 minutos, contrastando com o método convencional que necessita de 586 minutos para a conclusão do processo de sinterização, e com melhorias na microestrutura da cerâmica e no tempo de processamento. Várias outras pesquisas têm sido realizadas com o intuito de aprimorar e analisar o material sinterizado por energia de micro-ondas (Katz, 1992; Menezes et al., 2007a; Mazaheri et al., 2008; Oghbaei, Mirzaee, 2010; Almazdi et al., 2012; Saka, Yuzugullu, 2013; Marinis et al., 2013; Presenda et al., 2015a, 2015b, 2017; Bykov et al., 2016; Kim, Kim 2017; Luz, 2018; Koltsov et al., 2018). Porém, a literatura é limitada com relação à informação sobre a Y-TZP sinterizada por energia de micro-ondas na degradação ao longo do tempo, bem como não se encontram estudos que avaliaram a zircônia sinterizada por energia de micro-ondas após a colocação em meio bucal.

Portanto, o presente estudo verificou se a sinterização de Y-TZP, por energia de micro-ondas, poderia influenciar a suscetibilidade na degradação em baixa temperatura após o envelhecimento hidrotérmico e colocação em meio bucal, mediante às análises microestruturais e de resistência mecânica, em comparação ao método de sinterização convencional.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo *in vitro* e *in situ*, concluiu-se que:

- A contração volumétrica não diferiu entre as metodologias de sinterização, micro-ondas e convencional.
- A degradação *in situ*, por 240 horas, da Y-TZP foi capaz de transformar a superfície da cerâmica t-m, o que alterou as propriedades mecânicas da cerâmica. Portanto, sugere-se que o meio bucal pode ser um ambiente hostil a cerâmica Y-TZP sinterizada de modo convencional.
- A Y-TZP sinterizada convencionalmente apresentou maior percentual de fase cristalina monoclinica, após os métodos de degradação *in vitro* e *in situ*, associados ou não, em comparação a Y-TZP sinterizada por energia de micro-ondas.
- A adesão de biofilme inicial em meio bucal é maior para a Y-TZP degradada, quando comparada à cerâmica sem degradação.
- A sinterização por energia de micro-ondas influencia na microestrutura da Y-TZP. Gera menores grãos, quando comparada a Y-TZP sinterizada em forno convencional. E proporciona aumento da resistência da cerâmica à degradação em baixa temperatura na presença de umidade.

REFERÊNCIAS*

Agrawal DK. Microwave processing of ceramics. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* Oct 1998;3(5):480-85.

Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent*. 2008 May;99(5):388-99. doi:10.1016/S0022-3913(08)60088-8.

Akiba Y, Eguchi K, Akiba N, Uoshima K. Biological Evaluation of Implant Drill Made from Zirconium Dioxide. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2017 Apr;19(2):306-15. doi:10.1111/cid.12452.

Al-Ahmad A, Wiedmann-Al-Ahmad M, Fackler A, Follo M, Hellwig E, Bächle M, Hannig C, Han JS, Wolkewitz M, Kohal R. *In vivo* study of the initial bacterial adhesion on different implant materials. *Arch Oral Biol*. 2013 Sep;58(9):1139-47. doi: 10.1016/j.archoralbio.2013.04.011.

Alghazzawi TF, Lemons J, Liu PR, Essig ME, Bartolucci AA, Janowski GM. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. *J Prosthodont*. 2012 Jul;21(5):363-9. doi: 10.1111/j.1532-849X.2011.00838.x.

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

Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza ROA. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J. Biomed. Mater. Res. B*. 2013;101:1387-92.

Aminian A, Shirzadi B, Azizi Z, Maedler K, Volkmann E, Hildebrand N, Maas M, Treccani L, Rezwan K. Enhanced cell adhesion on bioinert ceramics mediated by the osteogenic cell membrane enzyme alkaline phosphatase. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2016 Dec 1;69:184-94. doi: 10.1016/j.msec.2016.06.056.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jun 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Arata A, Campos TM, Machado JP, Lazar DR, Ussui V, Lima NB, et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramic: a critical evaluation. *J Dent.* 2014 Nov;42(11):1487-94. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.010.

Arata A, Campos TMB, Machado JPB, Yoshito WK, Ussui V, Lima NB, Tango RN, Lazar DRR. Aging Behavior of Commercial and Synthesized Dental Y-TZP Ceramics. *Mater. Sci. Forum.* 2015; 820:297-302.

Arata A. Degradação a baixa temperatura da Y-TZP odontológica: análise microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas [tese] São Paulo(SP): Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares; 2016 [acesso em 2019 Jan 10]. Disponível em: < <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/85/85134/tde-23012017-085618/pt-br.php>>.

Assad-Loss TFA, Neves RML, Mucha JN. Composição química e aspecto superficial do slot de bráquetes metálicos. *Rev. Dent. Press Ortodon. Ortop. Facial.* 2008 maio/jun;13(3):85-96.

Barbosa JO, Rossoni RD, Vilela SF, de Alvarenga JA, Velloso Mdos S, Prata MC, et al. *Streptococcus mutans* can modulate biofilm formation and attenuate the virulence of *candida albicans*. *PLoS One.* 2016 Mar 2;11(3):e0150457. doi: 10.1371/journal.pone.0150457.

Barcellos ASP, Marinho CC, Miranda JS, Amaral M, Shiino MY, Kimpara ET. Effect of fatigue protocols on flexural strength of lithium disilicate bars with clamped-ends. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 May;81:173-77. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.02.007.

Barchetta NF, Luz JN, Saavedra GSFA, inventores. Método de sinterização de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria utilizando energia de micro-ondas. BR1020160279542. 2016 Nov 29.

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.

Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hubsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zircônia. *Acta Biomater.* 2010;6:4547-52.

Borges MAP, Alves MR, Santos HES, Anjos MJ, Elias CN. Oral degradation of Y-TZP ceramics. *Ceram Int*. 2019;45(8):9955-61. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.038>.

Brook I, Freeman C, Grubb S, Cummins N, Curran D, Reidy C, et al. Biological evaluation of nano-hydroxyapatite-zirconia (HA-ZrO₂) composites and strontium-hydroxyapatite (Sr-HA) for load-bearing applications. *J Biomater Appl*. 2012 Sep;27(3):291-8. doi: 10.1177/0885328211403020.

Bykov YV, Egorov SV, Ereemeev AG, Kholoptsev VV, Plotnikov IV, Rybakov KI, et al. On the mechanism of microwave flash sintering of ceramics. *Materials (Basel)*. 2016 Aug;9(8). pii: E684. doi: 10.3390/ma9080684.

Campbell P, Shimmin A, Walter L, Solomon M. Metal sensitivity as a cause of groin pain in metal-on-metal hip resurfacing. *J Arthroplasty*. 2008 Oct;23(7):1080-5. PMID: 18534479.

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 Mar;32(3):394-402. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.015.

Chang EY, McAnally JL, Van Horne JR, Statum S, Wolfson T, Gamst A, et al. Metal-on-metal total hip arthroplasty: do symptom correlate with MR imaging findings? *Radiology*. 2012 Dec;265(3):848-57. doi: 10.1148/radiol.12120852.

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

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

Chevalier J. Low-temperature aging of Y-TZP ceramic. *J Am Ceram Soc*. 1999;82:2150–4.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43.

Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal–monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc* 2009;92(9):1901–20.

Choi JE, Lyons KM, McLean MC, Waddell NJ. Interarch comparison of intraoral pH and temperature: a pilot study. *BDJ Open*. 2016 Nov 25;2:16008. doi: 10.1038/bdjopen.2016.8.eCollection 2016.

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

Cotes C, Arata A, Melo RM, Bottino MA, Machado PPB, Souza ROA. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO₂-based dental ceramic. *Dent Mater*. 2014;30:396-404.

Davoodzadeh N, Cano-Velázquez MS, Halaney DL, Jonak CR, Binder DK, Aguilar G. Evaluation of a transparent cranial implant as a permanent window for cerebral blood flow imaging. *Biomed Opt Express*. 2018 Sep;9(10):4879-92. doi: 10.1364/BOE.9.004879.

Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*. 2014 Dec;93(12):1235-42. doi: 10.1177/0022034514553627.

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

Depprich R, Zipprich H, Ommerborn M, Naujoks C, Wiesmann HP, Kiattavorncharoen S, et al. Osseointegration of zirconia implants compared with titanium: an *in situ* study. *Head Face Med*. 2008 Dec;11;4:30. doi: 10.1186/1746-160X-4-30.

Dutra D, Pereira G, Kantorski KZ, Exterkate R, Kleverlaan CJ, Valandro LF, et al. Grinding with diamond burs and hydrothermal aging of a y-tzp material: effect on the material surface characteristics and bacterial adhesion. *Oper Dent*. 2017 Dec;42(6):669-78. doi: 10.2341/16-108-L.

Dutra D, Pereira G, Kantorski KZ, Valandro LF, Zanatta FB. Does finishing and polishing of restorative materials affect bacterial adhesion and biofilm formation? A systematic review. *Oper Dent*. 2018 Jan/Feb;43(1):E37-E52. doi: 10.2341/17-073-L.

Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LV. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Sep;37:78-87. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.05.013.

Egusa H, Ko N, Shimazu T, Yatani H . Suspected association of an allergic reaction with titanium dental implants: a clinical report. *J Prosthet Dent*. 2008 Nov;100(5):344-7. doi: 10.1016/S0022-3913(08)60233-4.

El-Ghany OSA, Sherief AH. Zirconia based ceramics, some clinical and biological aspects: Review *Fut Dent J*. Dec 2016;2(2):55-64. doi: 10.1016/j.fdj.2016.10.002.

Fage SW, Muris J, Jakobsen SS, Thyssen JP. Contact Dermatitis. Titanium: a review on exposure, release, penetration, allergy, epidemiology, and clinical reactivity. 2016 Jun;74(6):323-45. doi: 10.1111/cod.12565.

Glover AW, Santini AJA, Davidson JS, Pope JA. Mid- to long-term survivorship of oxidised zirconium total knee replacements performed in patients under 50 years of age. *Knee*. 2018 Aug;25(4):617-22. doi: 10.1016/j.knee.2018.03.014.

Gremillard L, Wei C, Chevalier J, Hans K, Oberbach T. A fast, stepwise procedure to assess time-temperature equivalence for hydrothermal ageing of zirconia-based materials. *J Eur Ceram Soc*. 2018;38(1):181-6.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*. 2004 Sep;25(20):5045-52.

Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Louvel M, Haemmerle CHF. Effect of dopants and sintering temperature on microstructure and low temperature degradation of dental Y-TZP-zirconia. *J Eur Ceram Soc*. 2012;32:4091-104.

Han J, Zhao J, Shen Z. Zirconia ceramics in metal-free implant dentistry. *Adv Appl Ceram*. 2016 Nov;116(3):138-50. doi: 10.1080/17436753.2016.1264537.

Hongshun H, LiHua X, Yong H, XiaoMeng Z, ZhiPeng X. Kinetics mechanism of microwave sintering in ceramic materials. *Sci China Ser E-Tech Sci*, 2009, 52(9): 2727—31, doi: 10.1007/s11431-008-0217-3.

Inokoshi M, Zhang F, De Munck J, Minakuchi S, Naert I, Vleugels J, et al. Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater*. 2014 Jun;30(6):669-78. doi:10.1016/j.dental.2014.03.005.

International Standard Organization. ISO 6872: dentistry: ceramic materials. Geneva: ISO; 2008.

Junka AF, Szymczyk P, Smutnicka D, Kos M, Smolina I, Bartoszewicz M, et al. Microbial biofilms are able to destroy hydroxyapatite in the absence of host immunity *in vitro*. *J Oral Maxillofac Surg*. 2015 Mar;73(3):451-64. doi: 10.1016/j.joms.2014.09.019.

Jevnikar P, Sersa I, Sepe A, Jarh O, Funduk N. Effect of surface coating on water migration into resin-modified glass ionomer cements: a magnetic resonance micro-imaging study. *Magn Reson Med*. 2000;44:686-91.

Kamada K, Taira Y, Sumi T, Sawase T. Retention strength between veneering resin composites and laser-sintered cobalt-chromium alloy. *Odontology*. 2017 Jan;105(1):23-8. doi: 10.1007/s10266-016-0257-2.

Katz JD. Microwave sintering of ceramics. *Annu Rev Mater Sci*. 1992 Aug;22:153-70. doi: <https://doi.org/10.1146/annurev.ms.22.080192.001101>.

Kelly PM, Rose LRF. The martensitic transformation in ceramics — its role in transformation toughening. *Prog Mat Sci*. 2002 Jul; 47(5):463-557.

Kim HK, Kim SH. Comparison of the optical properties of pre-colored dental monolithic zirconia ceramics sintered in a conventional furnace versus a microwave oven. *J Adv Prosthodont*. 2017 Oct;9(5):394-401. doi: 10.4047/jap.2017.9.5.394.

Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2009;(1):113-17.

Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY, Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont*. 2013 May;5(2):161-6. doi: 10.4047/jap.2013.5.2.161.

Kim YH, Kim JS. Tribological and material analyses of retrieved alumina and zirconia ceramic heads correlated with polyethylene wear after total hip replacement. *J Bone Joint Surg Br*. 2008 Jun;90(6):731-7. doi: 10.1302/0301-620X.90B6.20540.

Kittipibul P, Godfrey K. *In vitro* shearing force testing of the Australian zirconia-based ceramic Begg bracket. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1995 Sep;108(3):308-15.

Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ion.* 1981;(3)4:489-93.

Koltsov I, Smalc-Koziorowska J, Przeźniak-Welenc M, Małysa M, Kimmel G, McGlynn J, et al. Mechanism of reduced sintering temperature of Al₂O₃-ZrO₂ nanocomposites obtained by microwave hydrothermal synthesis. *Materials (Basel).* 2018 May;11(5).pii: E829. doi: 10.3390/ma11050829.

Kosmac T, Kocjan A. Ageing of dental zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc.* 2012 Mar;32:2613-22.

Kretzer JP, Mueller U, Streit MR, Kiefer H, Sonntag R, Streicher RM, et al. Ion release in ceramic bearings for total hip replacement: Results from an *in vitro* and an *in situ* study. *Int Orthop.* 2018 Jan;42(1):65-70. doi: 10.1007/s00264-017-3568-1.

Krzyściak W, Kościelniak D, Papież M, Vyhouskaya P, Zagórska-Świeży K, Kołodziej I, et al. Effect of a lactobacillus salivarius probiotic on a double-species streptococcus mutans and candida albicans caries biofilm. *Nutrients.* 2017 Nov 14;9(11). pii: E1242. doi: 10.3390/nu9111242.

Lawson S. Environmental degradation of zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc.* 1995; 15:485-502.

Li P, Chen IW, Penner-Hahn JE. Effect of dopants on zirconia stabilization-an x-ray absorption study: i, trivalent dopants. *J Am Ceram Soc.* 1994a;77(1):118-28. doi:10.1111/j.1151-2916.1994.tb06964.x.

Li P, Chen IW, Penner-Hahn JE. Effect of dopants on zirconia stabilization-an x-ray absorption study: ii, tetravalent dopants. *J Am Ceram Soc.* 1994b;77(5):1281-88.

Lughi V, Sergio V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater.* 2010 Aug;26(8):807-20. doi: 10.1016/j.dental.2010.04.006.

Luz JN. O efeito do envelhecimento por fadiga na microestrutura de cerâmicas y-tzp sinterizadas por energia de micro-ondas [tese] São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018 [acesso em 2018 Out 12]. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/154541>>.

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramic: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007 Nov;35(11):819-26. Review. PMID: 17825465.

Marinis A, Aquilino SA, Lund PS, Gratton DG, Stanford CM, Diaz-Arnold AM, et al. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens. *J Prosthet Dent*. 2013 Mar;109(3):165-71.

Matusiewicz H. Potential release of *in vivo* trace metals from metallic medical implants in the human body: from ions to nanoparticles-a systematic analytical review. *Acta Biomater*. 2014 Jun;10(6):2379-403. doi:10.1016/j.actbio.2014.02.027.

Mazaheri M, Zahedi AM, Hejazi MM. Processing of nanocrystalline 8 mol% yttria-stabilized zirconia by conventional, microwave-assisted and two-step sintering. *Mat Sci Eng*. 2008;492:261-67.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em micro-ondas. Parte I: aspectos fundamentais. *Cerâmica*. 2007a Mar;53:1-10.

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

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Microwave hybrid fast sintering of porcelain bodies. *J Mater Proc Tec*. 2007c;190:223-29.

Milheiro A, Nozaki K, Kleverlaan CJ, Muris J, Miura H, Feilzer AJ. *In vitro* cytotoxicity of metallic ions released from dental alloys. *Odontology*. 2016 May;104(2):136-42. doi: 10.1007/s10266-014-0192-z.

Milošev L, Antolić V, Minović A, Cör A, Herman S, Pavlovcic VP, et al. Extensive metallosis and necrosis in failed prostheses with cemented titanium-alloy stems and ceramic heads. *J Bone Joint Surg Br*. 2000 Apr;82(3):352-7.

Miragaya LM, Guimarães RB, Souza ROAE, Santos Botelho GD, Antunes Guimarães JG, da Silva EM. Effect of intra-oral aging on t→m phase transformation, microstructure, and mechanical properties of Y-TZP dental ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017 Aug;72:14-21. doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.04.014.

Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013; 57:236-61.

Nanbu PN, Hosoe T, Hamai Y, Shigematsu A. Stem cell renewal and contraction of the tunica media caused by a damaged blood vessel following a thick needle stab. *Eur J Drug Metab Pharmacokinet.* 2007 Jul-Sep; 32(3):149-62.

Oghbaei M, Mirzaee O. Microwave versus conventional sintering: a review of fundamentals, advantages and applications. *J Alloys Comp.* 2010; 494:175-89.

Oliveira CA, Candelaria IS, Oliveira PB, Figueiredo A, Caseiro-Alves F. Metallosis: a diagnosis not only in patients with metal-on-metal prostheses. *Eur J Radiol Open.* 2015; 2:3-6.

Palmer DS, Barco MT. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent.* 1992;67:325-27.

Pereira GK, Muller C, Wandscher VF, Rippe MP, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Comparison of different low-temperature aging protocols: its effects on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;60:324-30.

Pereira PC. Efeito da escovação na formação *in situ* de biofilme dentário inicial e na rugosidade superficial em cerâmica de y-tzp após vitrificação e polimento [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp). Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2010 [acesso em 2017 Out 12]. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/97349>>.

Piconi C, Maccauro G, Pilloni L, Burger W, Muratori F, Richter HG. On the fracture of a zirconia ball head. *J Mater Sci Mater Med.* 2006 Mar;17(3):289-300.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999 Jan;20(1):1-25.

Presenda A, Salvador MD, Moreno R, Borrell A. hydrothermal degradation behavior of y-tzp ceramics sintered by nonconventional microwave technology. *J Am Ceram Soc.* 2015a;98(12): 3680-9. doi: <https://doi.org/10.1111/jace.13810>.

Presenda A, Salvador Moya MD, Penaranda-Foix FL, Moreno, R, Borrell Tomás MA. Effect of microwave sintering on microstructure and mechanical properties in Y-TZP materials used for dental applications. *Ceram Int*. 2015b;41(5):7125-32. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.02.025.

Presenda A, Salvador MD, Vleugels J, Moreno R, Borrell A. Fretting fatigue wear behavior of Y-TZP dental ceramics processed by non-conventional microwave sintering. *J Am Ceram Soc*. 2017;100:1842-52. doi: <https://doi.org/10.1111/jace.14769>.

Rossoni RD, de Barros PP, de Alvarenga JA, Ribeiro FC, Velloso MDS, Fuchs BB, et al. Antifungal activity of clinical *Lactobacillus* strains against *Candida albicans* biofilms: identification of potential probiotic candidates to prevent oral candidiasis. *Biofouling*. 2018 Feb;34(2):212-225. doi: 10.1080/08927014.2018.1425402.

Sabah SA, Mitchell AW, Henckel J, Sandison A, Skinner JA, et al. Magnetic resonance imaging findings in painful metal-on-metal hips: a prospective study. *J Arthroplasty*. 2011 Jan;26(1):71-6. doi: 10.1016/j.arth.2009.11.008.

Sailer I, Balmer M, Hüsler J, Hämmerle CHF, Känel S, Thoma DS. 10-year randomized trial (RCT) of zirconia-ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *J Dent*. 2018 Sep;76:32-9. doi: 10.1016/j.jdent.2018.05.015.

Saka M, Yuzugullu B. Bond strength of veneer ceramic and zirconia cores with different surface modifications after microwave sintering. *J Adv Prosthodont*. 2013 Nov;5(4):485-93. doi: 10.4047/jap.2013.5.4.485.

Scherrer SS, Wiskott AH, Coto-Hunziker V, Belser UC. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. *J Prosthet Dent*. 2003 Jun;89(6):579-88.

Senneby A, Davies JR, Svensäter G, Neilands J. Acid tolerance properties of dental biofilms *in vivo*. *BMC Microbiol*. 2017 Jul 25;17(1):165.

Siarampi E, Kontonasaki E, Andrikopoulos KS, Kantiranis N, Voyiatzis GA, Zorba T, Paraskevopoulos KM, Koidis P. Effect of *in vitro* aging on the flexural strength and probability to fracture of Y-TZP zirconia ceramics for all-ceramic restorations. *Dent Mater*. 2014 Dec;30(12):e306-16. doi: 10.1016/j.dental.2014.05.033.

Sicilia A, Cuesta S, Coma G, Arregui I, Guisasola C, Ruiz E, et al. Titanium allergy in dental implant patients: a clinical study on 1500 consecutive patients. *Clin Oral Implants Res.* 2008 Aug;19(8):823-35. doi: 10.1111/j.1600-0501.2008.01544.x.

Siddiqi A, Khan AS, Zafar S. Thirty years of translational research in zirconia dental implants: a systematic review of the literature. *J Oral Implantol.* 2017 Aug;43(4):314-25. doi: 10.1563/aaid-joi-D-17-00016.

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

Stevenson MJ, Uyeda KS, Harder NHO, Heffern MC. Metal-dependent hormone function: the emerging interdisciplinary field of metalloendocrinology. *Metallomic.* 2018 Oct 1. doi: 10.1039/c8mt00221e.

Swab JJ. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *J Mater Sci.* 1991;26:6706-14.

Swati S, Chowdhary R, Patil PS. Marginal strength of collarless metal ceramic crown. *Int J Dent.* 2010;521470. doi: 10.1155/2010/521470.

Turon-Vinas M, Anglada M. Strength and fracture toughness of zirconia dental ceramics. *Dent. Mater.* 2018;34:365-75.

Turp V, Tuncelli B, Sen D, Goller G. Evaluation of hardness and fracture toughness, coupled with microstructural analysis, of zirconia ceramics stored in environments with different pH values. *Dent Mater J.* 2012;31(6):891-902.

Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part I. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet. Dent.* 2009;4(2):130-51.

Vita Zahnfabrik [Internet]. Bad Säckingen: Vita Zahnfabrik [cited 2019 Apr 19]. Available: <https://www.vita-zahnfabrik.com/en/VITA-YZ-HT-25900,27568.html>

Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Somiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. *J Mat Sci Lett.* 1987; 6(4):465-7.

Young R. The rietveld method. Monographs on crystallography. Oxford: International Union of Crystallography/Oxford University

Press, 1993. University, Oxford. 1993.

Zagra L, Gallazzi E. Bearing surfaces in primary total hip arthroplasty. *EFORT Open Rev.* 2018 May;3(5):217-24. doi: 10.1302/2058-5241.3.180300.

Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater.* 2014;30:1195-203.

Zhang, K. Vanmeensel, M. Batuk, J. Hadermann, M. Inokoshi, B. Van Meerbeek, et al. Highly-translucent, strong and aging-resistant 3Y-TZP ceramics for dental restoration by grain boundary segregation *Acta Biomater.* 2015;16:215-22.