



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de Araçatuba

JULIANA LUJAN BRUNETTO

**Efeito da temperatura de sinterização sobre caracterização
microestrutural da zircônia monolítica convencional e
translúcida, com e sem degradação hidrotérmica**

Araçatuba – SP
2024

JULIANA LUJAN BRUNETTO

Efeito da temperatura de sinterização sobre caracterização microestrutural da zircônia monolítica convencional e translúcida, com e sem degradação hidrotérmica

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista (UNESP), como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Coelho Goiato

Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Antonio de Medeiros

Araçatuba – SP
2024

Catálogo na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

B895c Brunetto, Juliana Lujan.
Efeito da temperatura de sinterização sobre caracterização microestrutural da zircônia monolítica convencional e translúcida, com e sem degradação hidrotérmica / Juliana Lujan Brunetto. – Araçatuba, 2024
68 f. : il. ; tab.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araçatuba
Orientador: Prof. Marcelo Coelho Goiato
Coorientador: Prof. Rodrigo Antonio de Medeiros

1. Zircônio 2. Ciência dos materiais 3. Desenho assistido por computador I. T.

Black D3
CDD 617.69

Claudio Hideo Matsumoto CRB-8/5550

Dedico este trabalho àqueles que ousaram sonhar, enfrentaram desafios com coragem e perseverança, e que encontraram força nos momentos de dúvida e desânimo. Aos meus pais, Francisco e Roseliana, e à minha irmã, Mariana, por todo o apoio, amor, incentivo, auxílio e carinho. Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Araçatuba - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (FOA-UNESP) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001, pela possibilidade de realizar este sonho.

Ao meu orientador Prof. Dr. Marcelo Coelho Goiato, por acreditar no meu potencial e por me fornecer as ferramentas e a confiança necessárias para enfrentar os desafios desta jornada. Agradeço sinceramente por sua dedicação, compaixão, sinceridade e paciência constante. Sua mentoria foi fundamental para moldar o meu crescimento acadêmico e pessoal.

Ao laboratório de prótese PROTEC, de Araçatuba/SP, pela ajuda durante a sinterização. Obrigada por sempre serem tão solícitos e amáveis.

Ao professor Aldiéris Alves Pesqueira, pelos anos que convivemos e desenvolvimento inicial deste trabalho.

À minha família, por seu amor inabalável, apoio incondicional e por serem minha fonte constante de inspiração. Vocês foram meu porto seguro nos dias turbulentos e são minha celebração nos momentos de triunfo. A presença e o encorajamento de vocês foram cruciais para que eu pudesse alcançar meus objetivos.

Aos meus amigos, cuja presença coloriu os dias cinzentos, cujas palavras de encorajamento foram como bálsamo para minha alma cansada. Vocês foram os pilares que sustentaram minha determinação e me lembraram do valor da amizade verdadeira.

Aos funcionários, Marco, Dalete, Jander, Carlos, aos meus professores e orientadores, por seu conhecimento compartilhado, orientação sábia e paciência infinita. Suas mentes brilhantes iluminaram meu caminho acadêmico e moldaram meu pensamento crítico.

Ao Prof. Mário A. C. Sinhoreti, por seu tempo e dedicação despendidos na realização do teste de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a FOP-UNICAMP onde este foi realizado. Embora ainda não tenha tido a oportunidade de conhecê-lo

pessoalmente, suas contribuições e ensinamentos são amplamente reconhecidos e admirados, assim gostaria de expressar minha sincera gratidão.

A banca examinadora (prof^a. dr^a Daniela Michelini dos Santos, prof^a dr^a Débora Barros Barbosa, prof. dr. Marcos Tadeu Adas Saliba e prof. dr. Tárik Ocon Braga), pelo aceite em avaliar, pelo exemplo de disciplina com que regem seus trabalhos e pelo ensinamento de que cuidar do local onde trabalhamos é zelar pelo nosso próprio bem.

E a todos aqueles cujo apoio, grande ou pequeno, deixou uma marca indelével em minha jornada acadêmica, saibam que este trabalho não é apenas meu, mas nosso. Que ele represente não apenas um fim, mas também um novo começo, repleto de possibilidades infinitas.

Que cada página seja um tributo ao amor, à amizade, à sabedoria e à determinação que me guiaram até aqui. Que este trabalho seja mais do que uma simples tese, mas sim um testemunho do poder da perseverança e da dedicação.

“Maior que a tristeza de não ter vencido, é a vergonha de não ter lutado!”

-Rui Barbosa

RESUMO

BRUNETTO, J. L. **Efeito da temperatura de sinterização sobre caracterização microestrutural da zircônia monolítica convencional e translúcida, com e sem degradação hidrotérmica.** 2024. Tese (Doutorado) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2024.

O policristal de zircônia foi introduzido as opções de materiais restauradores dentários, devido as suas propriedades mecânicas. No entanto, apesar da sua característica óptica de alta opacidade ter camuflado outros metais envolvidos em uma reabilitação oral, esta não apresentou boa translucidez, passando a ser utilizada como infraestrutura. Com o avanço das tecnologias e o imediatismo dos tratamentos, foi agilizado o tempo de sinterização das zircônias, aumentando sua temperatura. No presente trabalho dois tipos de zircônia monolítica (convencional e translúcida) foram submetidas a diferentes tempos de sinterização, tipos de polimento e ao envelhecimento hidrotérmico, e suas propriedades mecânicas, físico-químicas e ópticas foram avaliadas. Para a leitura das propriedades ópticas e microestruturais foram confeccionados 160 espécimes nas dimensões de $13 \times 5 \times 0,7 (\pm 0.02)$ mm e 160 espécimes de $13 \times 5 \times 1,2 (\pm 0.005)$ mm ($n=10$), sendo metade em zircônia convencional e a outra metade em zircônia translúcida. Assim, foram cinco fatores em análise: (1) zircônias (convencional e translúcida); (2) dimensões/espessuras; (3) tempos de sinterização; (4) sistemas de polimento (com e sem polimento químico - Glaze); (5) tempos de análise (antes e após envelhecimento hidrotérmico). Na rugosidade superficial, independente do polimento químico e tempo de análise, a zircônia translúcida apresentou valores ligeiramente mais elevados. Na microdureza Vickers, os maiores valores foram em ZCSC e ZCSR, já ZTSC, apresentou os menores valores. Na energia livre de superfície, os maiores valores foram em ZCSC e ZCSR, ambos sem glaze e envelhecimento. No dimensionamento, os mesmos grupos com glaze, apresentaram maior redução. Na espectrofotometria (CIEDE2000), nenhuma diferença estatística em ZCSR e ZTSC foi relatada. Na resistência à flexão, a aplicação de glaze em ZTSC, alterou positivamente. Já na análise fractográfica, a tensão foi propagada formando uma *compression curl*. Assim, concluiu-se que os tempos de sinterização e envelhecimento, surtem efeitos mecânicos e ópticos.

Palavras-chave: zircônio; ciência dos materiais; desenho assistido por computador.

ABSTRACT

BRUNETTO, J. L. **Effect of sintering temperature on microstructural characterization of conventional and translucent monolithic zirconia with and without hydrothermal degradation.** 2024. Tese (Doutorado) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2024.

Zirconia polycrystals have been introduced as options for dental restorative materials due to their mechanical properties. However, despite their high opacity masking other metals involved in oral rehabilitation, they did not exhibit good translucency and became primarily utilized as infrastructure. With advancements in technology and the immediacy of treatment, the sintering time of zirconias has been accelerated by increasing the sintering temperature. In the present study, two types of monolithic zirconia (conventional and translucent) were subjected to different sintering times, polishing methods, and hydrothermal aging, and their mechanical, physicochemical, and optical properties were evaluated. For the assessment of optical and microstructural properties, 160 specimens were fabricated in dimensions of 13x5x0.7 (± 0.02) mm and 160 specimens of 13x5x1.2 (± 0.005) mm ($n=10$), with half made from conventional zirconia and the other half from translucent zirconia. Thus, five factors were analyzed: (1) zirconia types (conventional and translucent); (2) dimensions/thicknesses; (3) sintering times; (4) polishing systems (with and without chemical polishing - Glaze); (5) analysis times (before and after hydrothermal aging). In terms of surface roughness, regardless of chemical polishing and analysis time, translucent zirconia exhibited slightly higher values. In Vickers microhardness testing, the highest values were recorded for ZCSC and ZCSR, whereas ZTSC exhibited the lowest values. For surface free energy, the highest values were noted in ZCSC and ZCSR, both without glaze and aging. In dimensional measurements, the same groups with glaze showed greater reduction. In spectrophotometry (CIEDE2000), no statistical difference was reported between ZCSR and ZTSC. In flexural strength tests, the application of glaze on ZTSC had a positive effect. Fractographic analysis revealed that stress propagated forming a compression curl. Therefore, it was concluded that sintering and aging times have significant effects on mechanical and optical properties.

Keywords: zirconium; materials science; computer-aided design.

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – FORMAÇÃO DE GRUPOS E VARIÁVEIS	30
TABELA 2- TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEMPO DE QUEIMA DE CADA GRUPO.....	32
TABELA 3- TEMPERATURA E TEMPO TOTAL DE QUEIMA PARA A APLICAÇÃO DO GLAZE	32
TABELA 4- COMPONENTES DISPERSIVO (γ_{SD}) E POLAR (γ_{SP}) E ENERGIA DE SUPERFÍCIE (γ_T), EM MN/M, DOS LÍQUIDOS UTILIZADOS PARA A MEDIDA DO ÂNGULO DE CONTATO	34
TABELA 5- TEMPO DE ENVELHECIMENTO E EQUIVALÊNCIA CLÍNICA	39
TABELA 6- INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA RESISTÊNCIA FLEXURAL	49
TABELA 7-INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA DUREZA DE SUPERFÍCIE	50
TABELA 8-INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA ALTERAÇÃO DE COR	50
TABELA 9-INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA ENERGIA LIVRE DE SUPERFÍCIE	50
TABELA 10-INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE	51
TABELA 11-INTERFERÊNCIA DO TIPO DE CERÂMICA NA ALTERAÇÃO DIMENSIONAL	51
TABELA 12-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA RESISTÊNCIA FLEXURAL	51
TABELA 13-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA DUREZA DE SUPERFÍCIE	51
TABELA 14-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA ALTERAÇÃO DE COR.....	52
TABELA 15-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA ENERGIA DE SUPERFÍCIE	52
TABELA 16-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE.....	52
TABELA 17-INTERFERÊNCIA DO GLAZE NA ALTERAÇÃO DIMENSIONAL	53
TABELA 18-INTERFERÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA RESISTÊNCIA FLEXURAL	53
TABELA 19-INTERFERÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA DUREZA DE SUPERFÍCIE	53
TABELA 20-INTERFERÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA ALTERAÇÃO DE COR.....	54
TABELA 21-INTERFERÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA ENERGIA DE SUPERFÍCIE	54
TABELA 22-INTERFERÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE.....	54

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1– ESQUEMA DE DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	29
FIGURA 2- DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS NA MEDIDA DO ÂNGULO DE CONTATO	35
FIGURA 3– GRÁFICO DE RUGOSIDADE SUPERFICIAL (μm)	42
FIGURA 4– GRÁFICO DE MICRODUREZA VICKERS (VHN)	43
FIGURA 5– GRÁFICO DE ÂNGULO DE CONTATO ($^\circ$) COM MÉDIA (DP) DA ENERGIA LIVRE DE SUPERFÍCIE (mJ/m^2).....	44
FIGURA 6– PORCENTAGEM DE REDUÇÃO PÓS SINTERIZAÇÃO	45
FIGURA 7– CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	45
FIGURA 8– DIFERENÇA ÓPTICA EM ΔE ATRAVÉS DO CÁLCULO CIEDE2000	46
FIGURA 9– DIFERENÇA ÓPTICA EM ΔE ATRAVÉS DO CÁLCULO CIELAB	47
FIGURA 10– GRÁFICO DE RESISTÊNCIA FLEXURAL (MPa) DE 0,7MM DE ESPESSURA.....	48
FIGURA 11– GRÁFICO DE RESISTÊNCIA FLEXURAL (MPa) DE 1,2MM DE ESPESSURA.....	48
FIGURA 12– MACRO GEOMETRIA NA ANÁLISE FRACTOGRÁFICA.....	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

C	Cúbica
CAD/CAM	Computer-aided design/computer-aided manufacturing
C _{Am}	Valores de ângulo de contato
CE	Com envelhecimento hidrotérmico
CR	Contraste
FSZ	Policristalina totalmente estabilizada
h	Horas
ISO	Organização Internacional de Normalização
kgF	Quilograma-força
LTD	Envelhecimento em baixa temperatura
lv	Líquido vapor
M	Monoclínica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	Milímetros
Mpa	Mega Pascal
N	Newtons
PSZ	Policristalina parcialmente estabilizada
rpm	Rotações por minuto
s	Segundos
SC	Sinterização Convencional
SE	Sem Envelhecimento hidrotérmico
sl	Sólido-líquido
SR	Sinterização Rápida
sv	Sólido-vapor
T	Tetragonal
TP	Parâmetro de translucidez
TZP	Policristalina tetragonal
Y	Ítrio
ZC	Zircônia convencional
ZT	Zircônia translúcida
μm	Micrômetro
σ	Resistência flexural
ΔE	Espectrofotometria
°C	Graus Celsius
μL	Microlitros

3Y-TZP	Zircônia estabilizada por 3% de ítria
4Y-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada por 4% de ítria
5Y-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada por 5% de ítria

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	20
3 PROPOSIÇÃO	27
4 MATERIAIS E MÉTODOS	29
4.1 DESIGN EXPERIMENTAL	29
4.2 FORMAÇÃO DOS GRUPOS	29
4.3 FABRICAÇÃO DOS ESPÉCIMES	30
4.3.1 Materiais utilizados	30
4.3.2 Confeção dos espécimes	31
4.3.2.1 Sinterização	32
4.3.2.2 Polimento químico com glaze	32
4.3.2.3 Polimento dos espécimes	33
4.4 ANÁLISES	33
4.4.1 Caracterização de superfície	33
4.4.1.1 Rugosidade superficial	33
4.4.1.2 Microdureza Vickers	34
4.4.1.3 Ângulo de contato (CAm) e energia livre de superfície (SFE)	34
4.4.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	36
4.4.2 Dimensionamento	36
4.4.3 Leitura das propriedades ópticas: Espectrofotometria (ΔE)	36
4.4.4 Resistência à flexão	37
4.4.4.1 Módulo de elasticidade	38
4.4.5 Análise fractográfica	39
4.5 TESTE DE ENVELHECIMENTO	39
4.5.1 Sem envelhecimento (Controle)	39
4.5.2 Envelhecimento hidrotérmico	39
4.6 PLANEJAMENTO ESTATÍSTICO	40
4.6.1 Dados quantitativos	40
4.6.2 Dados qualitativos	40
5 RESULTADOS	41
5.1 CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE	41

5.1.1 Rugosidade superficial	41
5.1.2 Microdureza Vickers.....	42
5.1.3 Ângulo de contato (CAm) e energia livre de superfície (SFE).....	43
5.1.4 Dimensionamento	44
5.2 LEITURA DAS PROPRIEDADES ÓPTICAS: ESPECTROFOTOMETRIA (ΔE)	46
5.2.1 Resistência à flexão	47
5.2.2 Análise fractográfica.....	49
5.3 RESUMO DOS RESULTADOS	49
5.3.1 Interferência no tipo de cerâmica	49
5.3.2 Interferência na presença de glaze.....	51
5.3.3 Interferência após o envelhecimento	53
6 DISCUSSÃO	56
7 CONCLUSÃO	61
REFERÊNCIAS.....	63



INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O policristal de zircônia foi introduzido as opções de materiais restauradores dentários, devido as suas propriedades (Choi; Kang; Att, 2020; Piconi; Maccauro, 1999), como a boa estabilidade química e dimensional e resistência flexural (Piconi; Maccauro, 1999). No entanto apesar da sua característica óptica de alta opacidade ter camuflado outros metais envolvidos em uma reabilitação oral, esta não se apresentou altamente estética (Papageorgiou-Kyrana; Fasoula; Kontonasaki, 2020). Assim, passou a ser utilizada como infraestrutura visando seu revestimento com cerâmicas que apresentassem uma melhor translucidez (Cardoso *et al.*, 2020). Contudo, a união dessas cerâmicas apresentou falhas ao longo dos anos, nomeada “*chipping*”, devido as alterações térmicas residuais, obrigando as indústrias a desenvolverem novas estratégias.

Deste modo, buscou-se alterar as características de opacidade deste material, resultante da interação do tamanho do grão (aproximadamente 0,4 μm) com o comprimento de onda da luz entre 0,1 e 0,7 μm , e da incompatibilidade do índice de refração do grão em diferentes fases (monoclínica, cúbica e tetragonal). Esses aspectos fazem com que a luz seja espalhada em vez de transmitida através do material (Cardoso *et al.*, 2020; Ghodsi; Jafarian, 2018; Reyes *et al.*, 2021). Modificações como o refinamento de sua composição, redução significativa na quantidade de aditivos de alumina, assim como seu método de processamento, apresentaram uma ligeira melhora da transferência de luz em comparação as zircônias de primeira geração (Araújo-Júnior *et al.*, 2022). Mas sua translucidez limitada e sua instabilidade hidrotérmica levaram ao desenvolvimento de mais uma geração de zircônias (ultra translúcidas) (Araújo-Júnior *et al.*, 2022).

Já na terceira geração, houve grande melhora nas propriedades ópticas (translucidez e transmitância da luz) devido ao aumento de óxido de ítrio (>3mol% usado anteriormente) (Pereira *et al.*, 2018). Esta modificação química resultou em um material totalmente estabilizado (Pereira *et al.*, 2018; Michailova *et al.*, 2020) e assim com até 53% de fase cúbica (Pereira *et al.*, 2018; Michailova *et al.*, 2020; Reyes *et al.*, 2021). Contudo, a quantidade de óxido de ítrio pode afetar significativamente suas propriedades mecânicas, reduzindo sua resistência flexural (Michailova *et al.*, 2020).

Segundo a Organização Internacional de Normalização (ISO) 13356:2015 um material é considerado aceitável para uso biomédico quando exibe uma transformação de fase tetragonal (T) para monoclinica (M) inferior a 25%, levando em consideração um envelhecimento de 5 h acelerado em autoclave a 134° C e 0,2MPa de pressão (ISO, 2015b). Esta degradação ocorre quando partes da fase tetragonal (T) da zircônia são expostas à água em baixa temperatura, levando à formação de microfissuras e aumento da rugosidade da superfície, transformando-se em fase monoclinica (M) (Hajhamid; Alfrisany; Somogyi-Ganss, 2022). Além das propriedades mecânicas, as propriedades físicas, como a rugosidade da superfície, também são importantes, pois afetam o desgaste do antagonista, facilitam a adesão de microrganismos e podem alterar diretamente sua resistência (Michailova *et al.*, 2020; Yang *et al.*, 2021).

Com o avanço das tecnologias e o imediatismo dos tratamentos, desenvolveu-se fresadoras automáticas *Computer-aided design/computer-aided manufacturing* (CAD/CAM) que fabricam peças protéticas em pouco tempo e trazem mais precisão. E para acompanhar essa redução nos tempos de produção, também foi agilizado o tempo de sinterização das zircônias, aumentando sua temperatura (Cardoso *et al.*, 2020). Nos fornos habituais todo o processo leva em torno de 5 a 15h e em temperaturas não convencionais de sinterização, a mesma pode produzir um crescimento excessivo dos grãos, levando ao aumento da rugosidade da superfície e até a trincas (Cardoso *et al.*, 2020; Michailova *et al.*, 2020; Souza *et al.*, 2020). Além disso, a redução no tempo de sinterização pode acelerar a finalização da reabilitação e promover benefícios monetários sem a necessidade da aquisição de novos equipamentos.



REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

A zircônia é o 18º elemento mais abundante na crosta terrestre, encontrado puro sob as formas amorfa (pó) e cristalina (metal). Quando policristalinas, podem ser classificadas em totalmente estabilizada (FSZ), parcialmente estabilizada (PSZ) e tetragonal (TZP) (Sulaiman *et al.*, 2024).

As zircônias estabilizadas por 3% de ítria (3Y-TZP) têm sido amplamente utilizadas na área da odontologia para restaurações com ótimos resultados, podendo ser aplicadas em coroas individuais e próteses fixas (Sulaiman *et al.*, 2024).

Esta cerâmica polimorfa se apresenta na natureza sob três formas cristalinas, dependendo da temperatura: monoclinica (m) da temperatura ambiente até 1170 °C; tetragonal (t) entre 1170 °C a 2370 °C; e cúbica (c) acima de 2370 °C até o ponto de fusão. O óxido de zircônio puro é monoclinico à temperatura ambiente e até 1170°C, entretanto suas propriedades mecânicas e ópticas dessa fase são insuficientes para o uso clínico e, portanto, óxidos estabilizadores, como ítria (Y_2O_3), são adicionados para que ela se mantenha em fase tetragonal ou cúbica em temperatura ambiente. Além disso, a fase cúbica só é estável a temperaturas muito elevadas (Piconi; Maccauro, 199; Liu *et al.*, 2023).

A principal vantagem dessa zircônia com estrutura cristalina tetragonal é sua excepcional resistência à fratura, que ultrapassa 1000 MPa (Pereira *et al.*, 2023). Esse excelente desempenho se deve ao fato de o material ser capaz de resistir ao estresse mecânico por meio da tenacificação por transformação (tetragonal em monoclinico), um processo que impede a propagação de fraturas (Pereira *et al.*, 2023).

Apesar disso, a alta opacidade da 3Y-TZP se torna um problema, especialmente em regiões estéticas e/ou muito próximas à dentes naturais, devido a sua reflexão e dispersão da luz. Mesmo considerando-se como a cerâmica mais forte e resistente utilizada na área odontológica, a sua estética e, especialmente, sua transparência, têm se mostrado como um dos maiores desafios no uso desse material. Devido à cor branca opaca e à falta de transparência desse material, muitas vezes é necessário utilizá-lo como infraestrutura aplicando uma vitrocerâmica mais estética (Liu *et al.*, 2023).

No entanto, esse revestimento cerâmico está sujeito a falhas, em sua maioria devido ao lascamento. O *chipping* entre as cerâmicas pode ocorrer devido a discrepâncias no coeficiente de expansão térmica, contração durante sua sinterização, presença de porosidades, desenho e estrutura inadequados para sustentar a cerâmica de revestimento, bem como excesso de carga e fadiga (Kwon; Park, 2023).

Visando sanar este problema diversas soluções têm sido propostas, como a utilização de restaurações monolíticas de zircônia, habilitadas pelas técnicas de fabricação por meio da tecnologia CAD/CAM (Desenho Assistido por Computador/Manufatura Assistida por Computador). Com o surgimento das restaurações monolíticas, a camada de revestimento pode ser eliminada, reduzindo seu tempo de fabricação, aumentando significativamente a resistência do material e conservando mais estrutura dentária (Piconi; Maccauro, 199; Liu et al., 2023).

As restaurações monolíticas de zircônia possuem geometria complexa e estão expostas a diversas etapas de processamento, incluindo os processos de sinterização e polimento químico. Essas etapas afetam as características superficiais do material e podem gerar microfissuras na restauração, o que pode reduzir sua resistência (Kwon; Park, 2023).

Em 2015, foi lançada no mercado odontológico a zircônia ultra transparente (Mekled et al., 2023), contendo proporção de fases cúbicas de aproximadamente 50% (Ban, 2023). Assim, passou a apresentar uma estrutura mista, devido à presença de fases cúbicas e tetragonais semelhantes. Os cristais cúbicos possuem volume maior que os cristais tetragonais e por isso a luz é espalhada com menos intensidade nos limites dos grãos e na porosidade residual, tornando o material mais transparente (Ban, 2023).

Além disso, as estruturas cristalinas cúbicas são mais isotrópicas que as estruturas tetragonais, o que significa que a luz incidente é emitida uniformemente em todas as direções espaciais. Esta propriedade também tem um impacto significativo na transparência (Ban, 2023).

As características de translucidez e resistência à flexão entre 600 e 750 MPa possibilitam a utilização deste material em restaurações anteriores e posteriores. Mas por se tratar de um material relativamente novo, ainda existem poucos estudos na

literatura. Em suma, as pesquisas mais recentes concentram-se na avaliação da transparência, composição química, efeito hidrotérmico e quantificação da transmissão de luz através deste material (Ban, 2023; Kwon; Park, 2023).

A zircônia convencional estabilizada com ítrio (3Y-TZP) possui baixa translucidez, resultante do alto índice de refração, demonstra suscetibilidade ao envelhecimento da substância, conhecido como envelhecimento em baixa temperatura (LTD), que ocorre na presença de água em temperatura ambiente. Este processo envolve a absorção de água na microestrutura da superfície, fazendo com que a fase tetragonal da zircônia reverta para a fase monoclinica (Zhang *et al.*, 2019). Estas alterações causam tensões locais, muitas das quais são microscópicas e transmitem tensões internas de grão em grão. As microfissuras coalescem, levando à separação dos grãos, o que diminui a resistência. A zircônia com maior teor cúbico é menos suscetível ao envelhecimento, pois esse componente não se degrada (Zhang; Lawn, 2018).

Assim, avanços e métodos de processamento, incluindo alterações na composição química da zircônia, em termos da quantidade de substâncias estabilizadoras e da rede cristalina, têm sido estudados e implementados com o objetivo de minimizar os efeitos negativos das propriedades ópticas deste material. Por exemplo, a quantidade de alumínio foi reduzida de 0,25% da zircônia de primeira geração para 0,05%, o que proporciona uma melhoria na transparência do 3Y-TZP (Harada *et al.*, 2020).

Porém, esse aumento de translucidez não foi suficiente para que o material fosse utilizado em próteses monolíticas destinadas à região anterior intraoral. Para melhorar as propriedades ópticas da zircônia estabilizada com ítrio, porções maiores de cristais cúbicos foram adicionadas a este material para dopagem, com variação de 4 a 5% em mol de ítrio (4Y-PSZ e 5Y-PSZ) (Harada *et al.*, 2020), para ter uma estética mais próxima da vitrocerâmica.

O ítrio (Y) é um elemento químico metálico, macio, maleável, prateado, sólido à temperatura ambiente e constituído por oxigênio de carga neutralizante. À medida que o teor de óxido de ítrio aumenta, a quantidade de fase cúbica isotrópica, opticamente homogênea, aumenta ao redor dos grãos, podendo transforma-lo em um material visualmente mais translucido (Harada *et al.*, 2020).

Segundo Zhang *et al.* (2019), o método mais estudado referente a estas características óticas é o de aumentar o teor de ítria, introduzindo uma fase cúbica mais isotrópica e uma fase tetragonal menos birrefringente, reduzindo fases secundárias, alumínio, partículas (Kim *et al.*, 2013) e porosidades (Sen; Isler, 2020). Com seus estudos, foi aumentado o teor de ítria a 5 mol%, demonstrando um melhor efeito no aumento da transparência e resistência ao envelhecimento frente a cerâmica 3Y-TZP (Zhang, 2014). A tenacidade e a resistência à fratura, no entanto, foram significativamente sacrificadas quando Zhang e Lawn (2018) discutiram utilizar teores mais elevados de ítrio para produzir zircônia parcialmente estabilizada, 4%(4Y-PSZ) e 5% em mol (5Y-PSZ).

Apesar disso, Pekkan *et al.* (2020) e Pekkan; Özcan; Subaşı (2020) relatam que ao aumentar o teor de Y_2O_3 , maior a quantidade de fase cúbica presente no ZrO_2 , concluindo que uma combinação na redução do tamanho do grão e a fase cúbica, com um índice de refração isotrópico, produziria um material mais translúcido. Assim, o mercado passou a oferecer dois tipos de materiais de zircônia monolítica: zircônia opaca e translúcida.

Porém a zircônia opaca aparenta continuar apresentando uma resistência à flexão significativamente maior e a zircônia translúcida com suas propriedades estéticas mais naturais (Pekkan *et al.*, 2020).

A translucidez é uma das propriedades que confere à restauração um efeito natural mais próximo da estrutura dentária, sendo uma propriedade óptica muito importante na escolha de um material cerâmico e sua aplicação clínica. Um dos maiores problemas na reabilitação oral é a capacidade de mascarar diferentes tipos de substratos, como dentes descoloridos e escuros, núcleos metálicos fundidos e pilares de implantes (Kim, 2020; Wang *et al.*, 2021).

Em um estudo realizado por Kim (2020), a zircônia ultra transparente foi considerada mais translúcida do que a 3Y-TZP, mas mais opaca que o dissilicato de lítio. Esses resultados foram confirmados pelos resultados de outros estudos realizados e sustentam a ideia de que este material pode ser capaz de mascarar substratos escurecidos (Park *et al.*, 2022; Sen; Isler, 2020; Wang *et al.*, 2021).

Apesar das suas aparentes vantagens, a adesão da zircônia ao substrato dentário pode ser desafiadora. Problemas na adesão podem ocorrer devido a

incompatibilidade superfície/cimento/substrato ou durante sua preparação podendo levar a sua descimentação (Sulaiman *et al.*, 2024).

Outros pontos em questão são: Sua exposição contínua a umidade e a variações de temperatura, como no meio intraoral, podem levar à degradação da zircônia induzida por estresse, resultando em sua transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica? E sua temperatura de sinterização, também é um fator crítico em que conseqüentemente pode alterar suas propriedades finais (Chevalier; Cales; Drouin, 1999; Cardoso *et al.*, 2020)?

Com menor quantidade de fase tetragonal (~20%) e aumento significativo de fase cúbica, mesmo que parcialmente estáveis (PSZ), a transformação fase nas zircônias translúcidas não parece conter a propagação da trinca como nas 3Y-TZPs (Pekkan; Özcan; Subaşı, 2020; Pekkan *et al.*, 2020).

Um material é nomeado “parcialmente estabilizado”, quando seus cristais são predominantemente tetragonais, mas, frente a um estímulo, podem transformar sua fase para monoclinica. As zircônias são conhecidas pelas altas temperaturas e tempo extremamente necessários durante sua sinterização, devido ao impacto exercido sobre suas características microestruturais. Assim, a zircônia monolítica é classificada em três gerações com base nas suas propriedades e melhorias tecnológicas (Pekkan; Özcan; Subaşı, 2020):

- **Primeira Geração:** Composta por zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por 3 mol% de ítria (3Y-TZP), esta apresenta os átomos dispostos em um arranjo regular cristalino e mais volumosos (por serem monoclinicos) com seus grãos sendo o centro de dispersão da luz, impedida de se propagar dentro do material. O óxido de ítrio (~3% em mol) estabiliza o material na fase tetragonal, conferindo-lhe alta resistência e baixa translucidez. A temperatura de sinterização para zircônia de primeira geração geralmente varia entre 1450°C e 1550°C.

- **Segunda Geração:** São zircônias com adições de ítrio e outros elementos que melhoram sua translucidez e resistência, sendo parcialmente estáveis (PSZ) ou estabilizadas (TZP). Nessa geração, sua temperatura de sinterização é ajustada para otimizar tanto a estética quanto a resistência mecânica, tipicamente variando entre 1400°C e 1500°C.

- **Terceira Geração:** Apresenta zircônia com modificações adicionais para aumentar sua translucidez, sucedendo à possível redução em sua resistência, quando comparada a 3Y-TZP (primeira e segunda gerações). A terceira geração também dispõe de zircônias parcialmente estáveis (PSZ) e estabilizadas (TZP), além de temperatura de sinterização reduzidas, variando entre 1350°C e 1450°C, visando preservar suas propriedades ópticas.

A temperatura de sinterização pode ser um fator determinante na microestrutura e, por conseguinte, nas propriedades da zircônia monolítica (Vichi et al., 2011). Cada geração de zircônia possui características específicas que podem responder de maneira diferente à estas variações (Vichi et al., 2011). A escolha da temperatura ideal deve considerar o equilíbrio entre densidade, tamanho dos grãos, estabilidade da fase tetragonal e translucidez, de acordo com a aplicação clínica pretendida. A compreensão desses efeitos é crucial para a otimização dos materiais cerâmicos e para garantir a longevidade e a eficácia das próteses dentárias (Vichi et al., 2011).



PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo analisar a influência das cerâmicas de óxido de zircônio sobre:

- Propriedades mecânicas: Resistência flexural*; módulo de elasticidade*; microdureza de superfície
- Propriedades físicas: Alteração de cor; energia livre de superfície; dimensão
- Características de superfície: Rugosidade superficial; microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Frente ao seu polimento, envelhecimento, ciclo de sinterização e alteração dimensional (*). Com a hipótese nula de que independentemente da espessura, polimento, tempo de envelhecimento e da temperatura de sinterização, não ocorrerá alterações superficiais mecânicas e ópticas nos tipos de zircônia utilizados.



MATERIAIS E MÉTODOS

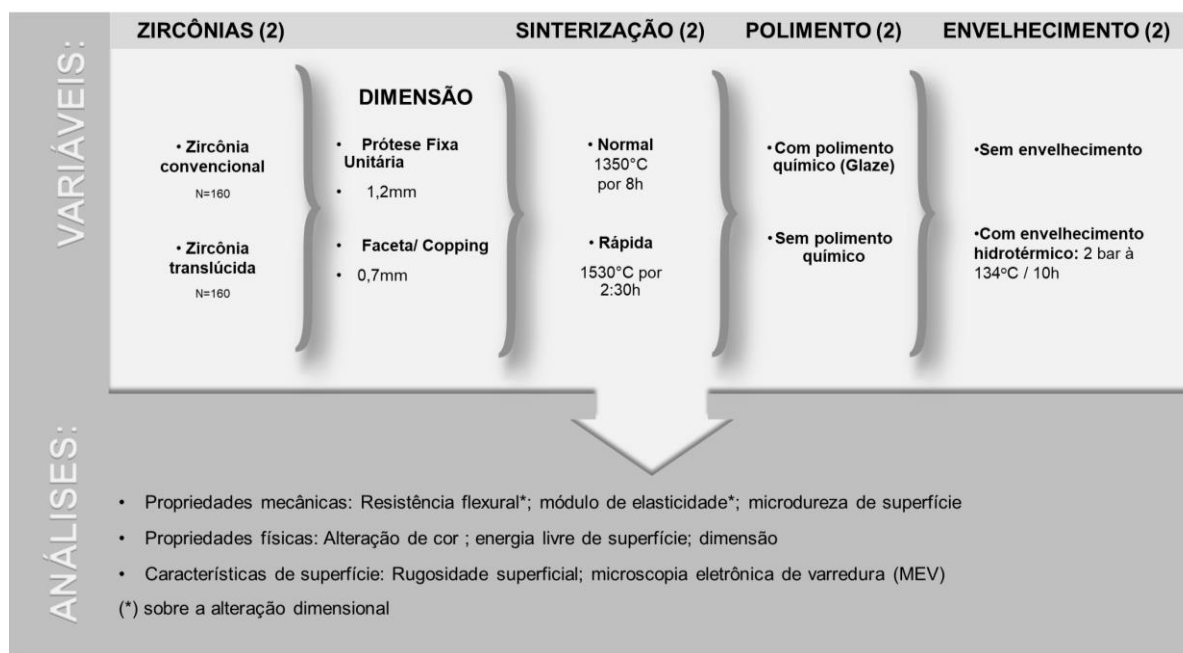
4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Design experimental

O estudo trouxe como fatores em análise (1) tipo de zircônia* (convencional e translúcida); (2) polimento* (com e sem polimento químico – Glaze); (3) ciclo de sinterização; (4) tempo de análise (antes e após envelhecimento hidrotérmico):

- Sobre propriedades mecânicas: resistência flexural; módulo de elasticidade; dureza de superfície
 - Sobre propriedades físicas: alteração de cor; energia livre de superfície; dimensão
 - Sobre características de superfície: rugosidade
- (*) Sobre a alteração dimensional

Figura 1– Esquema de delineamento experimental



Fonte: Elaborado pela Autora (2024)

4.2 Formação dos grupos

Para a leitura das propriedades mecânicas, físicas e rugosidade superficial foram 320 espécimes (n=10) de 13x5 (± 0.005) mm (Elsaka, 2019; Ottoni *et al.*, 2018;

Cardini; Seetah; Barker, 2015) e 8 (n=1) para a microscopia eletrônica de varredura (MEV), seguindo os grupos abaixo:

Tabela 1 – Formação de grupos e variáveis

Variável Grupo	Zircônia	Sinterização	Envelhecimento
ZCSC-CE	Convencional	Convencional (1350°C / 8 h)	Com
ZCSC-SE	Convencional	Convencional (1350°C / 8 h)	Sem
ZCSR-CE	Convencional	Rápida (1530°C / 2:30 h)	Com
ZCSR-SE	Convencional	Rápida (1530°C / 2:30 h)	Sem
ZTSC-CE	Translúcida	Convencional (1350°C / 8 h)	Com
ZTSC-SE	Translúcida	Convencional (1350°C / 8 h)	Sem
ZTSR-CE	Translúcida	Rápida (1530°C / 2:30 h)	Com
ZTSR-SE	Translúcida	Rápida (1530°C / 2:30 h)	Sem

Fonte: Elaborado pela Autora (2024)

4.3 Fabricação dos espécimes

4.3.1 Materiais utilizados

Tabela 2 - Material, composição e fabricante dos materiais utilizados no estudo

Materiais	Composição	Fabricante
IPS e.max ZirCAD MT Multi	ZrO ₂ 86,0-93,5; Y ₂ O ₃ 6,5-8,0; HfO ₂ ≤ 5,0; Al ₂ O ₃ ≤ 1,0	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein

IPS e.max ZirCAD MO	ZrO ₂ 86,0-93,5; Y ₂ O ₃ 6,5-8,0; HfO ₂ ≤ 5,0; Al ₂ O ₃ ≤ 1,0	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein
Glaze	Metano, argônio e HMDSO	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein

Fonte: Ivoclar Vivadent (2011)

4.3.2 Confeção dos espécimes

Foram confeccionados 160 espécimes de cada zircônia (Tabela 2) com dimensões de 13x5x0,7 (± 0.02) mm e de 13x5x1,2(± 0.005) mm (Elsaka, 2019; Ottoni *et al.*, 2018) como indicado pela ISO 6872:2015 (ISO, 2015a). Para isto, todos os blocos pré-fabricados (IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent) Foram fixados em uma plataforma de resina acrílica com cera pegajosa e acoplados a um dispositivo da cortadeira metalográfica (Isomet® 1000, Buehler, Illinois, USA) de maneira perpendicular ao disco de corte diamantado em média rotação (600 rpm), sob irrigação abundante e carga de 300g (Madruga *et al.*, 2022).

Após a confecção de todos os espécimes, 25% maiores que o tamanho final (Khaledi *et al.*, 2019), foram realizadas três mensurações da altura, largura e espessura dos espécimes com um paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil), os dados foram digitalizados e os espécimes identificados. Em seguida, foram polidas de ambos os lados em politriz automática (AutoMet 250, Buehler, Illinois, EUA) por 30s nas lixas metalográficas de granulação #240, #400, #800 e #1200 (Buehler, Illinois, EUA), sob irrigação constante em água, na velocidade de 300 rpm. Para a remoção das impurezas presentes na superfície dos espécimes, os mesmos foram submetidos a banhos alternados de ultrassom em água destilada por 1 minuto, álcool etílico a 78% durante 5 minutos e, novamente, banho em água destilada por 1 minuto e secos à ar (Madruga *et al.*, 2022).

4.3.2.1 Sinterização

Os espécimes em zircônia foram aleatoriamente distribuídos para a sinterização em um forno cerâmico da Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein), onde a queima foi realizada, de acordo com as normas do fabricante, produzindo uma alteração na microestrutura dividida em dois grupos:

Tabela 2- Temperatura de sinterização e tempo de queima de cada grupo

Grupo	Temperatura de sinterização (°C)	°C/min	Tempo total de sinterização e resfriamento (h)
Sinterização convencional	1350	5	8
Sinterização rápida	1530	10	2:30

Fonte: Ivoclar Vivadent (2011)

Após a sinterização (Tabela 2), estes foram levados novamente para banho ultrassônico por 1 minuto em água destilada, álcool por 5 minutos e em água destilada por 1 minuto e então secos à ar.

4.3.2.2 Polimento químico com glaze

Foi utilizado o glaze (Glaze IPS E.Max Ceram Paste - Ivoclar Vivadent) em todos os espécimes do grupo “polimento químico”, seguindo as recomendações do fabricante (725°C, Programat CS2; Ivoclar Vivadent AG). A camada de glaze foi aplicada (Tabela 3), e a queima realizada a uma temperatura de pré-secagem de 6 minutos à 403°C com uma taxa de calor de 60°C/min. As temperaturas de início e parada do vácuo foram de 450°C e 724°C, respectivamente, com um tempo de espera de 1 minuto (Khaledi *et al.*, 2019).

Tabela 3- Temperatura e tempo total de queima para a aplicação do glaze

Temperatura de queima (°C)	°C/min	Tempo total de sinterização e resfriamento (h)
725	60	1

Fonte: Ivoclar Vivadent (2011)

4.3.2.3 Polimento dos espécimes

No grupo “sem o polimento químico” foi utilizado somente o polimento mecânico com o Kit de polimento OptraFine (Ivoclar Vivadent AG), composto por 3 pontas e uma pasta diamantada: OptraFine F para acabamento; OptraFine P para polimento; OptraFine HP polimento com escova de nylon e pasta diamantada (2-4 μm), o polimento foi padronizado sendo 15 segundos em uma direção e 15 segundos à 90 graus da primeira direção utilizada. Foi utilizado um contra ângulo de baixa rotação de 800 rpm, e conduzido, na face desgastada dos espécimes, respeitando a sequência de polimento de acordo com as instruções do fabricante. Todos os espécimes foram polidos pelo mesmo operador para a padronização do procedimento. Então, após o polimento os espécimes foram levados novamente à banho ultrassônico, igual ao grupo de polimento químico / glaze, para remoção dos resíduos do polimento.

4.4 Análises

4.4.1 Caracterização de superfície

4.4.1.1 Rugosidade superficial

Dez espécimes de cada grupo foram utilizados para os ensaios de rugosidade superficial. A leitura de rugosidade de superfície foi determinada por meio de um rugosímetro (Surftest SJ310s, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil) com *cut-off* de 0,8 mm e velocidade de 0,8mm/s, seguindo a ISO 4287:2002 (ABNT, 2002). As 3 leituras foram realizadas por um mesmo operador e cada espécime foi individualmente posicionado no centro do equipamento e a ponta medidora do rugosímetro na superfície do mesmo. Aleatoriamente foi realizada a leitura no centro do espécime, e duas leituras paralelas, à direita e à esquerda desse centro sendo a média calculada após essas três leituras. Os valores de R_a (média aritmética da rugosidade de superfície), R_z (altura média pico-vale) e R_q ou RMS (desvio aritmético quadrado de R_a), foram mensurados com varredura de 300 μm , no tempo constante de 12 segundos. Os valores originais foram em Angström ($\text{\AA}$), e então transformados para a escala micrométrica (μm), seguindo a ISO 4287:2002 (ABNT, 2002).

4.4.1.2 Microdureza Vickers

O espécime foi alinhado e estabilizado em uma matriz de silicone de condensação laboratorial (Zetalabor, Indianópolis, SP, Brasil) para então serem realizadas três endentações na região central do espécime, com distância de 100 µm entre cada endentação. Todos os espécimes foram submetidos a leituras em microdurômetro (HMV 2000 Shimadzu, Tokyo, Japão), após sinterização, com carga estática de 1kgf ou 9.8N por 10 segundos, de acordo com a norma ASTM C1327 -08 e um microscópio de 20x acoplado (ASTM, 2019).

Com base no valor médio das três mensurações, os valores de dureza Vickers foram calculados pela seguinte equação (Araújo-Júnior *et al.*, 2022):

$$HV = 0,1891.L/d^2$$

Onde “L” é a carga (N) e “d” é a média aritmética do comprimento das duas diagonais (mm).

4.4.1.3 Ângulo de contato (CAm) e energia livre de superfície (SFE)

O ensaio de molhabilidade pelo ângulo de contato, forneceu as informações necessárias para que se determine a energia livre de superfície do material testado. Os valores de ângulo de contato (CAm) foram obtidos por meio de um goniômetro (Drop Shape Analyzer DSA100, Kruss Scientific, Hamburgo, Alemanha), utilizando a técnica da gota séssil (Ramé-Hart 100-00; Ramé-Hart Instrument Co, Succasunna, NJ, USA). Nessa técnica, posiciona-se uma gota (15 µL) de dois líquidos (água deionizada ou diiodometano) com diferentes tensões superficiais e em temperatura ambiente, na superfície do material, a partir do Ponto de tangência de acordo com a equação de Young.

Tabela 4- Componentes dispersivo (γ_{Sd}) e polar (γ_{Sp}) e energia de superfície (γ_T), em mN/m, dos líquidos utilizados para a medida do ângulo de contato

Líquido	γ _{Sd} (mN/m)	γ _{Sp} (mN/m)	γ _T (mN/m)
Água deionizada	21,8	51,0	72,8
Diiodometano	50,8	0	50,8

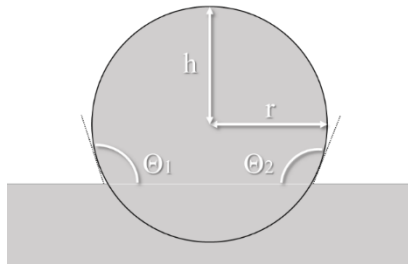
Legenda: mN/m=mj/m² (unidade de energia por área)

Fonte: Kwok e Neumann (1999)

Após 5 segundos, as 60 imagens/segundo obtidas das gotas na superfície das amostras foram gravadas e analisadas por um software que calcula o CAM formado entre a gota de água deionizada (utilizada como componente polar) e a gota de diiodometano (componente dispersivo). Assim o programa Ramé-Hart 100-00 permitirá ainda que se determine o trabalho de adesão e a energia de superfície do material pelos métodos harmônico e geométrico.

Os parâmetros geométricos da amostra foram mostrados como na figura 2:

Figura 2- Determinação dos parâmetros na medida do ângulo de contato



$$\gamma_{1A}(1 + \cos\theta_A) = \frac{4\gamma_{1A}^d \gamma_2^d}{\gamma_{1A}^d + \gamma_2^d} + \frac{4\gamma_{1A}^P \gamma_2^P}{\gamma_{1A}^P + \gamma_2^P} \quad (1)$$

$$\gamma_{1B}(1 + \cos\theta_B) = \frac{4\gamma_{1B}^d \gamma_2^d}{\gamma_{1B}^d + \gamma_2^d} + \frac{4\gamma_{1B}^P \gamma_2^P}{\gamma_{1B}^P + \gamma_2^P} \quad (2)$$

Fonte: Śmielak *et al.* (2019) e Combe, Owen e Hodges (2004)

Onde “r” foi considerado o raio máximo, “h” a altura de queda sobre o plano equatorial e Θ_1 e Θ_2 os ângulos de contato de molhamento esquerdo e direito (Śmielak *et al.*, 2019).

O CAM foi obtido por meio da equação de Young: $\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \Theta$; sendo que Θ é o valor do ângulo de contato e γ é a energia de superfície da interface sólido-vapor (sv), sólido-líquido (sl) e líquido vapor (lv).

As leituras foram realizadas na superfície de cada amostra, por um mesmo operador em ambiente com temperatura controlada (23°C – de acordo com a norma ISO N° 6872:2015) (ISO, 2015a). A relação entre o ângulo de contato e a energia superficial foi avaliada pelo método de Owens e Wendt (1969), usando a fórmula média harmônica (equações 1 e 2, Figura 2) e informações relativas às líquidas. O CAM foi substituído para isolar as constantes dispersivas e polares de cada sólido. A soma dessas constantes corresponderá ao SFE (W ou γ) (Combe, Owen; Hodges, 2004).

4.4.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para caracterização da microestrutura da superfície, foram confeccionados dois espécimes adicionais de cada grupo para a análise no MEV. Estes foram limpos em ultrassom com acetona (5 min), água destilada (5 min) e álcool isopropílico (5 min), receberam recobrimento com carbono e foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (Inspect F50, FEI, Achtseweg Noord 5, Eindhoven, Holanda) com aumento de 1000x, em corrente de 10-15 mA, vácuo de 130 mTorr e taxa de revestimento: 3,5 nm/min. As imagens obtidas foram comparadas qualitativamente entre os grupos.

4.4.2 Dimensionamento

O dimensionamento de todas as amostras se deu antes e após a sinterização, após o polimento e envelhecimento, por meio de um paquímetro digital (Paquímetro Digital Digimatic, Mitutoyo Sul Americana Ltda, Santo Amaro, SP, Brasil) e as medidas verificadas por imagens padronizadas em câmera fotográfica DSLR (Canon EOS Rebel T6i, Canon, Tóquio, Japão) e software Sigma Scan Pro 5.0 (Sigma-Aldrich, Jandel Scientific; SPSS Inc.), visando analisar a alteração de contração e desgaste em cada etapa.

4.4.3 Leitura das propriedades ópticas: Espectrofotometria (ΔE)

Para realizar as leituras de análise das propriedades ópticas as amostras foram posicionadas em um espectrofotômetro de reflexão ultravioleta visível modelo UV-2450 (Shimadzu, Kyoto, Japão) em dois fundos (preto e branco) e em quatro momentos: inicial (T0), após sinterização (T1), após polimento (T2) e envelhecimento (T3). As alterações de cor foram calculadas por meio do Sistema CIEDE 2000 (ΔE_{00}) conforme estabelecido pela Commission Internationale de L'Eclairage – CIE (Comissão Internacional sobre Iluminação). Onde $\Delta L'$, $\Delta C'$ e $\Delta H'$ são as diferenças de luminosidade, croma e matiz:

$$\Delta E_{00} = \left[\left(\frac{\Delta L'}{K_L S_L} \right)^2 + \left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C} \right)^2 + \left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H} \right)^2 + R_T \left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C} \right) \left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H} \right) \right]^{1/2}$$

A translucidez de um material pode ser quantitativamente descrita por meio de do cálculo do grau de contraste (CR) e do parâmetro de translucidez (TP), cada um envolvendo uma medida óptica realizada em uma densidade específica. As amostras foram posicionadas em fundos (backgrounds) preto e branco, sendo que os valores registrados por meio das coordenadas do CIELAB foram utilizados para o cálculo de TP obtidos por meio da equação: $TP = [(LB-LW)^2 + (aB-aW)^2 + (bB-bW)^2]^{1/2}$, sendo "B", fundo *black* e "W", fundo *white*. Em seguida, para o cálculo de CR foi necessário definir os valores de refletância espectral (Y). O cálculo foi realizado por meio da equação: $CR = YB/YW$.

Para o cálculo do valor médio (CE) das diferenças mínimas de cor (ΔE_{min}) entre as amostras foi utilizada a fórmula, onde ΔE_{min} pode ser expressado por ΔE^*_{ab} ou ΔE_{00} dependendo da fórmula empregada:

$$CE = \sum \frac{\Delta E_{min}}{n}$$

Para futuramente serem analisados seguindo seu limite de percepção em 50:50% ($\Delta E^*_{ab}=1.2$ e $\Delta E_{00}=0.8$) e limite de aceitação em 50:50% ($\Delta E^*_{ab}=2.7$ e $\Delta E_{00}=1.8$) (Paravina *et al.*, 2015; Pop-Ciutrla *et al.*, 2021).

4.4.4 Resistência à flexão

Os valores de resistência à flexão foram obtidos através da realização do teste de flexão de três pontos, de acordo com ISO 6872:2015 (ISO, 2015a), com uma célula de carga de 200 kgF. Os espécimes foram posicionados em uma Máquina Universal de Ensaio (Emic DL 2000®, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil), em um suporte contendo duas hastes paralelas entre si de um suporte metálico (correspondendo aos dois pontos com distância entre eles de 10 mm), sendo o terceiro ponto composto pela carga axial, aplicada perpendicularmente ao longo eixo do espécime, em uma

velocidade de 0,5mm/min (Kim *et al.*, 2022; Porto *et al.*, 2018). Esta força foi aplicada até a ruptura do espécime, sendo registrado o valor necessário para a quebra e a resistência à flexão foi registrada em Newtons (N) e calculada em Mega pascal (Mpa), por meio da seguinte fórmula:

$$\sigma = 3fl/2bh^2$$

Em que:

- σ = Resistência flexural em Mega pascal
- f = carga de fratura, em Newtons, aplicada sobre o espécime
- l = distância entre os suportes; em milímetros
- b = largura do espécime; em milímetros
- h = espessura do espécime, em milímetros

As medidas de cada espécime foram aferidas previamente ao ensaio de flexão por meio de um paquímetro, já citado.

As análises de resistência à flexão pelo método dos 3 pontos foram realizadas após todas as análises de caracterização superficial e após sinterização (antes do envelhecimento) e após o envelhecimento.

4.4.4.1 Módulo de elasticidade

Os valores do módulo de elasticidade ou módulo de Young foram obtidos juntamente com o ensaio de resistência à flexão, registrados em MPa e posteriormente convertidos em Giga pascal (GPa).

$$ME = [(fl^3)/(4bh^3d)]$$

Onde:

- f = carga aplicada em N

- d = deflexão causada pela carga f em mm
- l, b, h = variáveis definidas na fórmula 1.

4.4.5 Análise fractográfica

Todos os espécimes fraturados foram limpos em banho de ultrassom com água e sabonete líquido por 15 minutos e após mais 15 minutos em acetona pura. Posteriormente foram analisados, qualitativamente (Mecholsky, 1995), em estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) para observação da origem da fratura, com lentes de aumento de 40x e 60x (ASTM C1322-15, 2019). A identificação da origem da fratura foi confirmada analisando a superfície de fratura da outra extremidade do espécime.

4.5 Teste de envelhecimento

4.5.1 Sem envelhecimento (Controle)

Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas (T1).

4.5.2 Envelhecimento hidrotérmico

As amostras foram submetidas a um ciclo de envelhecimento em autoclave (Cristofoli Vitale 12, Cristofoli Biosafety equipment LTDA, Campo Mourão, PR, Brasil) a 134°C sob pressão de 2 bar.

Estimasse que 1h sob estas condições equivalham clinicamente de 3 a 4 anos. Assim, foi analisado o ciclo de 10h correspondentes a 30 anos *in vivo* (Chevalier; Cales; Drouin, 1999; Choi; Kang; Att, 2020; Papageorgiou-Kyrana; Fasoula; Kontonasaki, 2020), como o preconizado na ISO 13356:2015 (ISO, 2015b) (Tabela 6).

Tabela 5- Tempo de envelhecimento e equivalência clínica

Tempo de envelhecimento hidrotérmico	Equivalência <i>in vivo</i>
5h	15 anos
10h	30 anos

Fonte: Baseado em Papageorgiou-Kyrana; Fasoula; Kontonasaki (2020)

4.6 Planejamento estatístico

4.6.1 Dados quantitativos

Os dados obtidos para cada variável foram comparados entre os diferentes períodos, tempos de sinterização, polimentos e tempo de envelhecimento. O teste da análise de variância (ANOVA de medidas repetidas) sob três fatores (cerâmica, sinterização e polimento) e teste de Bonferroni ($\alpha = 0,05$), para verificar as diferenças estatisticamente significantes entre as condições experimentais em software IBM SPSS Statistics (IBM SPSS Statistics Versão 22.0; SPSS Inc.).

4.6.2 Dados qualitativos

Este estudo utilizou apenas um espécime de cada grupo para análise fractográfica e MEV, visto que esse ensaio teve como objetivo apenas a análise qualitativa da superfície dos espécimes e comparação visual entre os diferentes grupos e períodos propostos. Assim os dados da fractografia foram tabulados em Microsoft Excel® (Microsoft Office Professional Plus 2016, Microsoft Corporation, Redmond, D.C., EUA) e convertidos em porcentagem.



RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 Caracterização de superfície

5.1.1 Rugosidade superficial

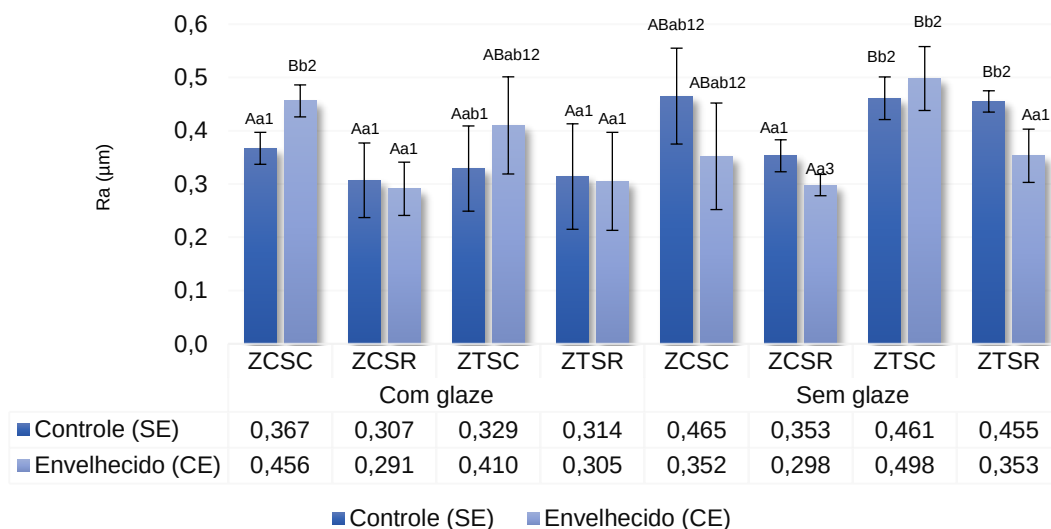
Assim como exibido abaixo (Figura 3), as amostras sem glaze antes do envelhecimento, apresentaram menores valores frente ao grupo sem glaze envelhecido.

Além disso, as amostras do grupo Zirconia Convencional com Sinterização Convencional (ZCSC) sem glaze, apresentaram os maiores valores, mas sem diferenças estatísticas do grupo de Zircônia Translúcida com Sinterização Convencional (ZTSC) também sem glaze. Enquanto que os grupos Zirconia Convencional com Sinterização Rápida (ZCSR) e Zirconia Translúcida com Sinterização Rápida (ZTSR) com glaze, são os menores valores de rugosidade superficial.

Quando comparado os materiais dentro do grupo “com glaze”, observa-se valores médios reduzidos frente ao grupo “sem glaze”. No mesmo, ainda é possível notar diferença estatística, frente ao tempo de comparação (controle e envelhecido), em ZCSC, com valores menores na análise controle que em relação a envelhecida. Mantendo o mesmo ponto de comparação, não houve diferença estatística de rugosidade superficial entre ZCSR, ZTSC e ZTSR.

Já o grupo “sem glaze”, foi marcado pelos maiores valores médios em ZTSC apresentando diferença estatística a ZTSR (envelhecido) e ZCSR, marcado pelo menor valor médio do tipo de polimento.

Na comparação entre tipos de material, independente do polimento químico e tempo de análise, a zircônia translúcida apresentou valores ligeiramente mais elevados que os da zircônia convencional. E frente a sinterização, independente do polimento químico, a média dos grupos “controle” se apresentam mais baixas quando utilizada a sinterização convencional, mas não apresentando diferença constante para a sinterização rápida.

Figura 3– Gráfico de rugosidade superficial (µm)

Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

5.1.2 Microdureza Vickers

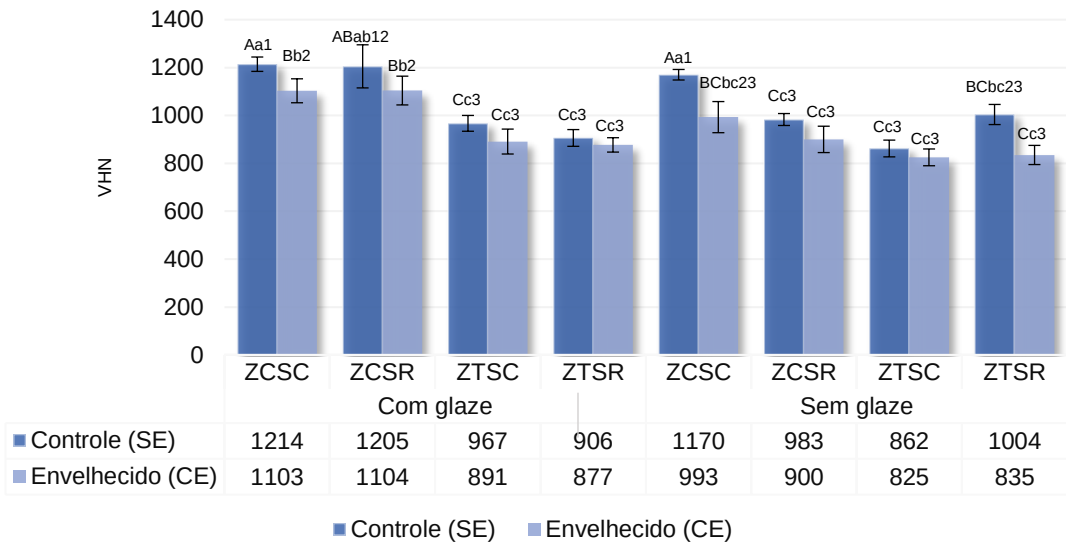
Quando comparada a microdureza Vickers, os maiores valores foram apresentados pelos grupos ZCSC e ZCSR, ambos no grupo controle. Já ZTSC, apresentou os menores valores, porém sem diferença estatística frente a presença de polimento.

Na comparação entre o grupo com e o sem glaze, diferenças estatísticas foram encontradas em ZCSR e ZTSR. Dentro da mesma comparação, ZTSC foi o único grupo a se manter sem diferença estatística frente ao tempo de análise e uso ou não de polimento químico.

Ao comparar as cerâmicas, a zircônia convencional se demonstrou com maiores valores em relação a zircônia translúcida, mas não afirmando diferença estatística no grupo “sem glaze”.

ZCSC (com e sem glaze) e ZTSR (sem glaze), expressaram diferença estatística quando comparado o mesmo material, com mesmo polimento, mas em diferentes tempos de análise.

Figura 4– Gráfico de microdureza Vickers (VHN)



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

5.1.3 Ângulo de contato (CAm) e energia livre de superfície (SFE)

Nesta análise, ZCSR e ZCSC em “sem glaze” e “sem envelhecimento hidrotérmico”, apresentaram maior energia livre de superfície. Já as maiores variações dentre com e sem envelhecimento, também foram apresentadas pelos grupos ZCSR e ZCSC.

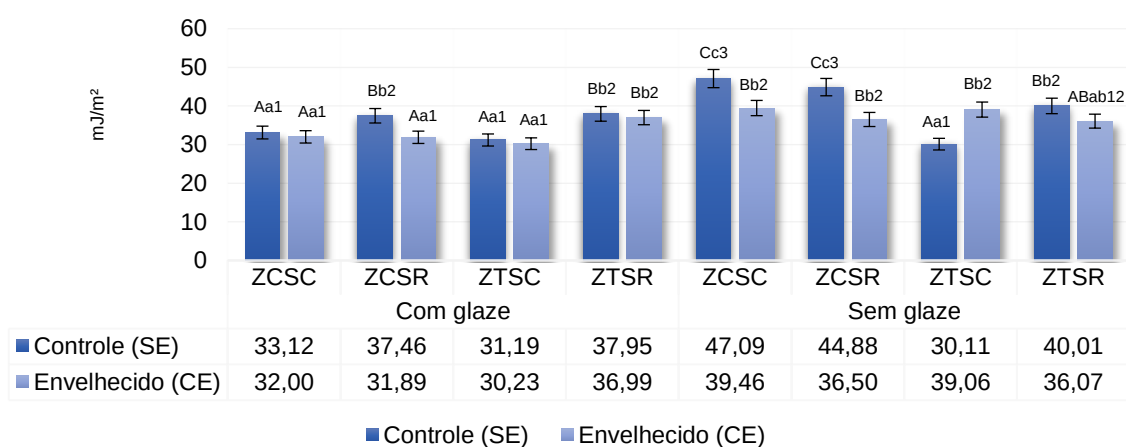
O ZTSC, foi o único grupo em que o envelhecimento aumentou o ângulo de contato quando comparado ao mesmo grupo sem envelhecimento hidrotérmico.

Não houve diferença estatística sobre a energia livre de superfície quando comparado os grupos “com” e “sem envelhecimento hidrotérmico” ZCSC (com glaze), ZTSC (com glaze) e ZTSR (com e sem glaze). Contrário do que ocorreu em ZCSR (com glaze), ZCSC (sem glaze), ZCSR (sem glaze) e ZTSC (sem glaze).

Os maiores valores relatados foram em ZCSC e ZCSR, ambos sem glaze e “sem envelhecimento”. Não apresentando diferenças estatísticas dentre eles. Já os menores valores expostos foram em ZCSC (com glaze) e ZTSC (com glaze), independente da presença do envelhecimento.

Ao confrontar os tipos de cerâmica, independente do tempo de análise, a ZC (sem glaze) confere valores superiores a ZT. Já com a aplicação do polimento químico, apenas ZTSR se destaca com valores maiores que os grupos em ZC, mas sem apresentar diferença estatística em ZCSR (sem envelhecimento).

Figura 5– Gráfico de Ângulo de contato (°) com média (DP) da energia livre de superfície (mJ/m²)



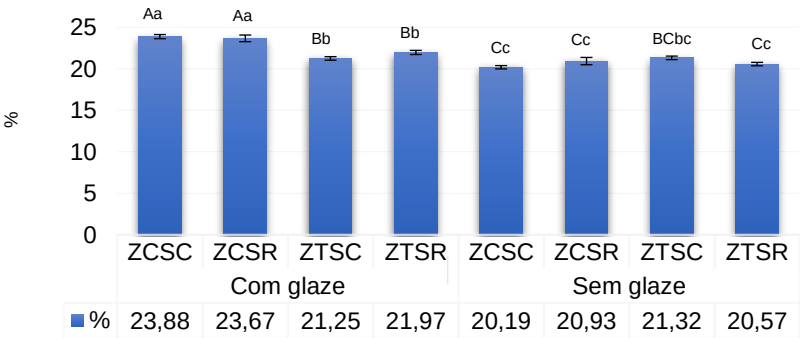
Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

5.1.4 Dimensionamento

Quando comparado a porcentagem total de contração do material após cada um dos modos de sinterização, o grupo ZCSC e o ZCSR, ambos com glaze, foram os que apresentaram maior redução. Entretanto, nos grupos sem glaze, não houve diferença estatística.

Na comparação do grupo com e sem glaze, maiores alterações de tamanho foram encontradas nos grupos com glaze. E ao comparar os tipos de sinterização, independente da presença de polimento químico, a sinterização rápida apresentou valores superiores, mas sem apresentar diferença estatística em alguns casos.

Figura 6– Porcentagem de redução pós sinterização

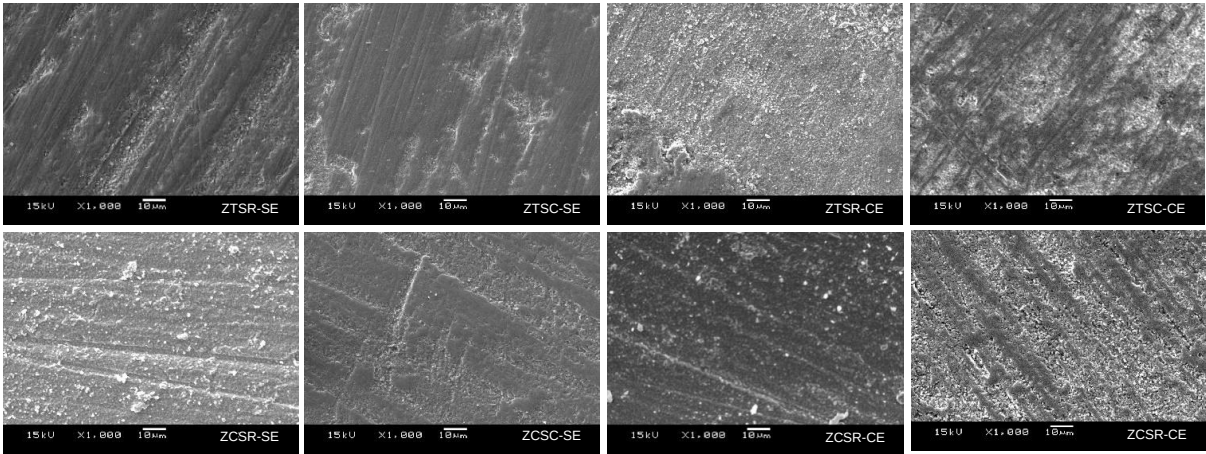


Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

5.1.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As micrografias dos espécimes para caracterização superficial estão apresentadas abaixo na Figura 7.

Figura 7– Caracterização superficial por microscopia eletrônica de varredura



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

Pequenas alterações podem ser notadas. Nos grupos com envelhecimento (CE) as superfícies aparentam irregularidades de superfície maiores. Enquanto que em ZTSC-SE e ZCSC-SE é visualizado uma uniformidade superficial.

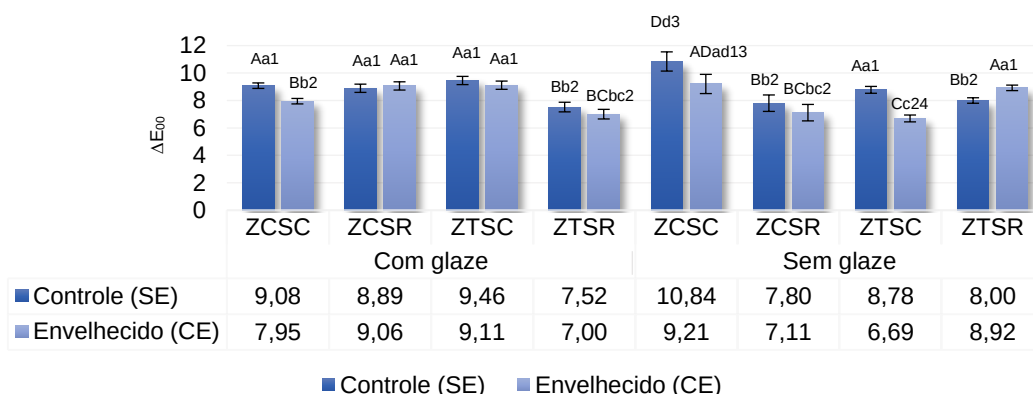
Neste teste, nenhum dos espécimes recebeu a aplicação de polimento químico / glaze, exibindo pequenas ranhuras ao longo de toda a superfície dos grupos. E ao comparar os tipos de cerâmicas, de sinterização e a presença ou não do envelhecimento, não foram encontradas alterações qualitativas visíveis.

5.2 Leitura das propriedades ópticas: espectrofotometria (ΔE)

Frente a análise das propriedades ópticas (Figura 8), nenhuma diferença estatística foi encontrada nos grupos com glaze ZCSR e ZTSC em CIEDE2000. Sendo que o grupo ZTSR apresentou os menores valores no grupo com glaze e ZCSR nos grupos sem glaze. O maior valor exposto foi no grupo ZCSC (sem glaze), mas não foi relatado diferença estatística no mesmo grupo frente a presença ou não do “envelhecimento”.

Quando comparado a presença ou não de polimento, o grupo “sem glaze” apresentou maiores variações ópticas antes e após o envelhecimento hidrotérmico.

Figura 8– Diferença óptica em ΔE através do cálculo CIEDE2000



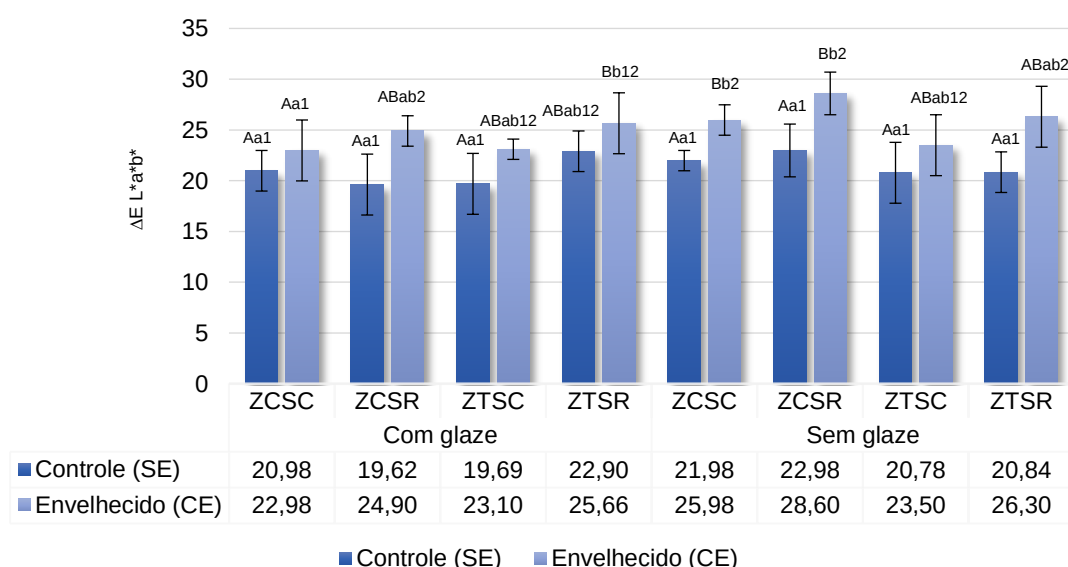
Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

Já através do cálculo de CIELAB, diferenças estatísticas foram encontradas em ZCSR (com e sem glaze), ZCSC (sem glaze) e ZTSR (sem glaze), quando comparado antes e após o seu envelhecimento. Diferenças estatísticas não foram encontradas entre os tipos de zircônia antes do envelhecimento.

ZTSR (com glaze) e ZCSR (sem glaze) apresentaram os maiores valores após seu envelhecimento, não apresentando diferença estatística entre estes. Enquanto ZCSR (com glaze) e ZTSC (com glaze) antes do envelhecimento, apresentaram os menores valores.

Quando comparado os grupos com e sem glaze, independente da cerâmica utilizada, o grupo sem glaze apresentou maiores alterações do início a leitura após o envelhecimento.

Figura 9– Diferença óptica em ΔE através do cálculo CIELAB



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

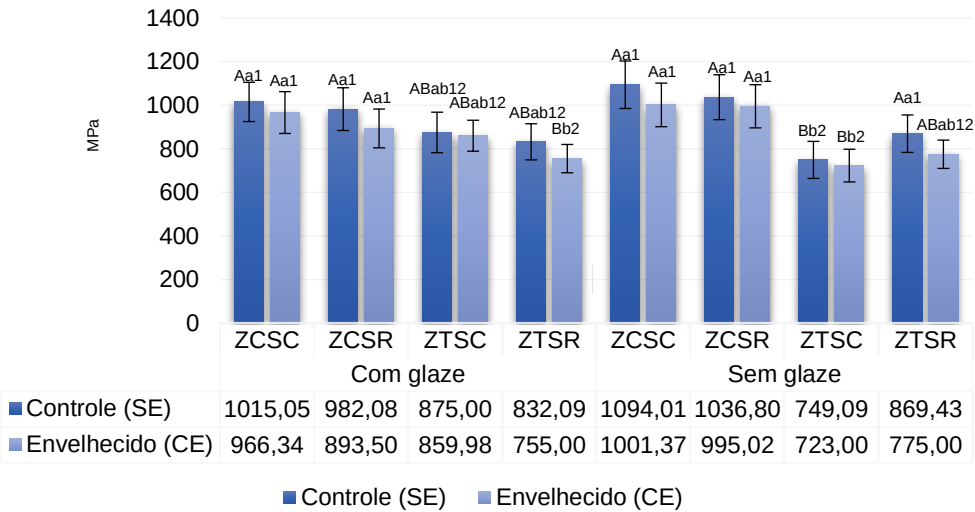
5.2.1 Resistência à flexão

Diferente dos outros testes que, não apresentaram ou apresentaram poucas variações estatísticas, na resistência flexural a aplicação de glaze no grupo ZTSC, alterou positivamente seus valores. Além de que, neste mesmo grupo, sem a aplicação do glaze, foram relatados os menores valores.

Ao comparar os grupos com e sem envelhecimento, todos os materiais apresentaram uma redução de seus valores médios ao sofrer envelhecimento hidrotérmico, porém sem diferenças estatísticas.

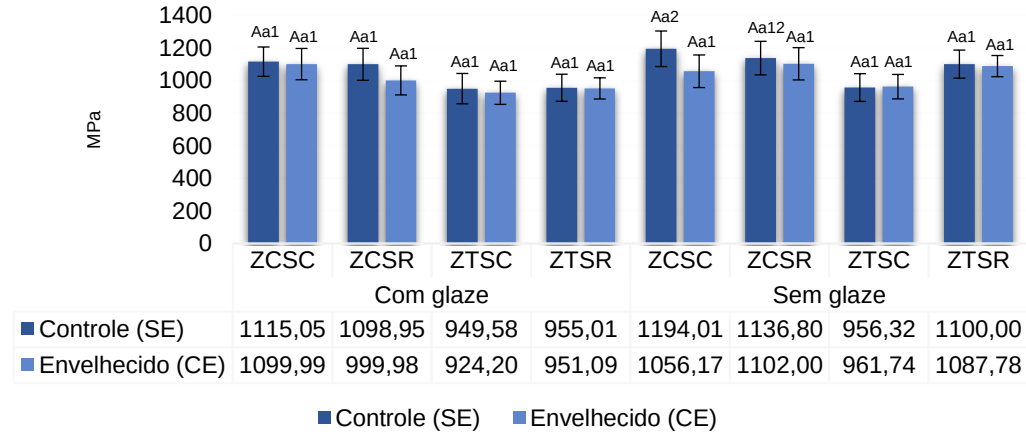
Na figura 10, podemos verificar também que, independentemente da aplicação do glaze, o material ZC apresentou maiores valores frente ao ZT.

Figura 10– Gráfico de resistência flexural (MPa) de 0,7mm de espessura



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional); ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

Figura 11– Gráfico de resistência flexural (MPa) de 1,2mm de espessura



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Letras maiúsculas diferentes significam diferença estatística entre zircônias. Letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre polimentos. Números significam diferença estatística entre tempos de envelhecimento. Legenda: ZC (Zircônia Convencional);

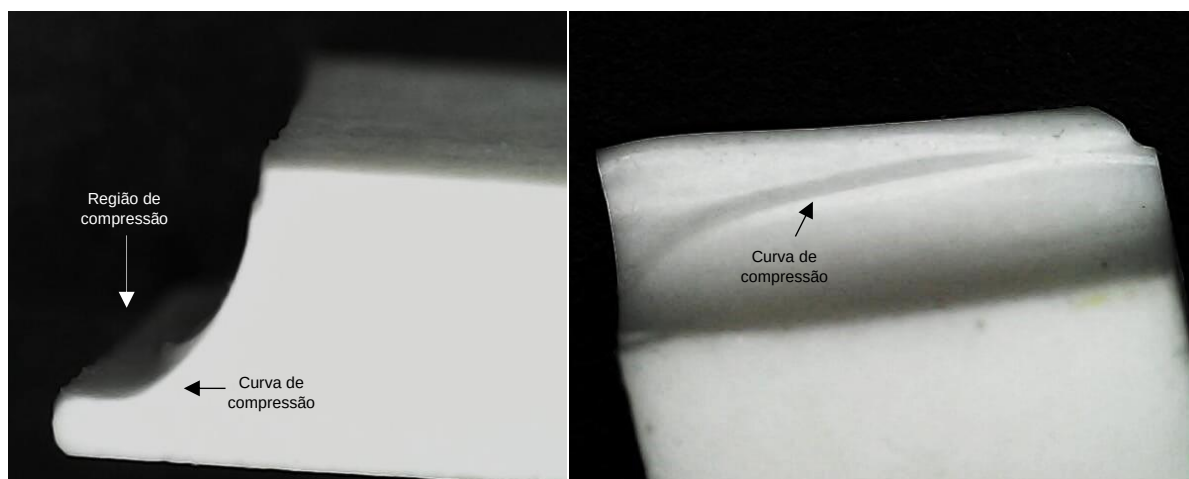
ZT (Zircônia Translúcida); SR (Sinterização Rápida); SC (Sinterização Convencional); CE (Com Envelhecimento hidrotérmico); SE (Sem Envelhecimento hidrotérmico).

5.2.2 Análise fractográfica

Os espécimes apresentaram um padrão de fratura semelhante entre os grupos, resultado à tensão causada pelo teste de resistência flexural de 3 pontos. Esta tensão foi propagada através da zircônia formando uma curva (*compression curl*) no lado de compressão (Figura 11).

Também foi possível observar as *hackle lines*, que apontam para a origem da fratura. Nenhum espécime apresentou origem da fratura nos cantos ou em seu interior.

Figura 12– Macro geometria na análise fractográfica



Fonte: Elaborado pela Autora (2024). Mesmo espécime visto de diferentes ângulos.

5.3 Resumo dos resultados

5.3.1 Interferência no tipo de cerâmica

Tabela 6- Interferência do tipo de cerâmica na resistência flexural

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZCSR-SE x ZTSR -SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZCSC-CE x ZTSC-CE	Com glaze	Não

ZCSR-CE x ZTSR-CE	Sem glaze	Sim
	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 7-Interferência do tipo de cerâmica na dureza de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Sim
ZCSR-SE x ZTSR -SE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Sim
ZCSC-CE x ZTSC-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não
ZCSR-CE x ZTSR-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 8-Interferência do tipo de cerâmica na alteração de cor

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência no CIEDE 2000?	Houve interferência no CIELAB?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Não	Não
	Sem glaze	Sim	Não
ZCSR-SE x ZTSR-SE	Com glaze	Sim	Não
	Sem glaze	Não	Não
ZCSC-CE x ZTSC-CE	Com glaze	Sim	Sim
	Sem glaze	Sim	Não
ZCSR-CE x ZTSR-CE	Com glaze	Sim	Não
	Sem glaze	Sim	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 9-Interferência do tipo de cerâmica na energia livre de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZCSR-SE x ZTSR -SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZCSC-CE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZCSR-CE x ZTSR-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 10-Interferência do tipo de cerâmica na rugosidade de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZCSR-SE x ZTSR-SE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZCSC-CE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZCSR-CE x ZTSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 11-Interferência do tipo de cerâmica na alteração dimensional

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZTSC-SE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não
ZCSR-SE x ZTSR -SE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

5.3.2 Interferência na presença de glaze

Tabela 12-Interferência do glaze na resistência flexural

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 13-Interferência do glaze na dureza de superfície

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
	Com envelhecimento	Sim
	Sem envelhecimento	Não

ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Com envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
	Com envelhecimento	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 14-Interferência do glaze na alteração de cor

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência no CIEDE 2000?	Houve interferência no CIELAB?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim	Não
	Com envelhecimento	Sim	Sim
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim	Não
	Com envelhecimento	Sim	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não	Não
	Com envelhecimento	Sim	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não	Não
	Com envelhecimento	Sim	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 15-Interferência do glaze na energia de superfície

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
	Com envelhecimento	Sim
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
	Com envelhecimento	Sim
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Sim
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 16-Interferência do glaze na rugosidade de superfície

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
	Com envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
	Com envelhecimento	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 17-Interferência do glaze na alteração dimensional

Grupos de comparação	Envelhecimento	Houve interferência?
ZCSC - com glaze x ZCSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
ZCSR - com glaze x ZCSR – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Não
ZTSC - com glaze x ZTSC – sem glaze	Sem envelhecimento	Sim

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

5.3.3 Interferência após o envelhecimento

Tabela 18-Interferência do envelhecimento na resistência flexural

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZCSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZCSR-SE x ZCSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZTSC-SE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZTSR-SE x ZTSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 19-Interferência do envelhecimento na dureza de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZCSC-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Sim
ZCSR-SE x ZCSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZTSC-SE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZTSR-SE x ZTSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 20-Interferência do envelhecimento na alteração de cor

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência no CIEDE 2000?	Houve interferência no CIELAB?
ZCSC-SE x ZCSC-CE	Com glaze	Sim	Não
	Sem glaze	Não	Sim
ZCSR-SE x ZCSR-CE	Com glaze	Não	Sim
	Sem glaze	Não	Sim
ZTSC-SE x ZTSC-CE	Com glaze	Não	Não
	Sem glaze	Sim	Não
ZTSR-SE x ZTSR-CE	Com glaze	Não	Não
	Sem glaze	Sim	Sim

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 21-Interferência do envelhecimento na energia de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZCSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZCSR-SE x ZCSR-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Sim
ZTSC-SE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZTSR-SE x ZTSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).

Tabela 22-Interferência do envelhecimento na rugosidade de superfície

Grupos de comparação	Polimento	Houve interferência?
ZCSC-SE x ZCSC-CE	Com glaze	Sim
	Sem glaze	Não
ZCSR-SE x ZCSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim
ZTSC-SE x ZTSC-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Não
ZTSR-SE x ZTSR-CE	Com glaze	Não
	Sem glaze	Sim

Fonte: Elaborado pela Autora (2024).



DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

A zircônia é amplamente utilizada em aplicações biomédicas e odontológicas. Sua eficácia, no entanto, está intimamente relacionada ao processo de sinterização, que pode influenciar significativamente suas propriedades microestruturais e mecânicas.

Basicamente, a sinterização é um processo térmico que visa a transformação da zircônia em uma estrutura sólida e densificada. E sua temperatura é um parâmetro crítico que influencia a densidade, a dureza e a microestrutura do material. Para a zircônia monolítica convencional, temperaturas de sinterização mais elevadas geralmente resultam em uma maior densidade e, conseqüentemente, em uma melhora na resistência mecânica e na estabilidade da fase tetragonal.

Para a zircônia translúcida, que é formulada para oferecer uma estética melhor, a sinterização também pode afetar sua translucidez. Temperaturas de sinterização mais altas podem provocar uma diminuição na translucidez devido ao aumento da cristalização e à formação de fases opacas. Portanto, encontrar um equilíbrio entre a sinterização para propriedades mecânicas e para a translucidez é crucial.

Na figura 8, podemos visualizar que maiores diferenças óticas foram observadas no grupo sem glaze, independentemente do tipo de zirconia. Entretanto, diversos artigos relatam não haver alteração em suas propriedades óticas (Lawson e Maharishi, 2020; Ozdogan e Ozdemir, 2020). O mesmo ocorreu quando utilizado o sistema CIELAB para o cálculo dos dados adquiridos (Figura 9).

O espaço de cor CIELAB cita que valores superiores a 3.0, podem ser perceptíveis a olho nú (Schabbach, Bondioli e Fredel, 2011), como os apresentados em alguns grupos antes e após o envelhecimento. Esta fórmula pode ser atualizada pela atual CIEDE2000, visando a comparação de diferença de cor e não sobre um espaço de cor (Pecho *et al.*, 2016).

Assim como estes, Liu *et al.* (2023) corrobora com nossos resultados de propriedades óticas quando utilizado o CIEDE2000, apontando parâmetros determinados com base em dados de transmitância e refletância espectral, conforme adquirido usando um espectrofotômetro, bem como coordenadas de cor.

Geralmente, a translucidez da zircônia aumenta com o aumento da temperatura e tempo de sinterização (Sanal e Kilinc, 2020), porque microestruturas de grãos maiores e uma fração de volume maior são formadas. O efeito de birrefringência, que ocorre em materiais estruturados em cristal não simétricos, resulta então em uma reflexão e refração de orientações cristalográficas diferentes (Liu *et al.*, 2023; Sanal e Kilinc, 2020).

Assim, a microestrutura da zircônia é fortemente influenciada pela temperatura de sinterização. E a análise microestrutural, revela a formação e a distribuição de grãos, porosidade e fases cristalinas. Com o aumento da temperatura de sinterização, observa-se uma coalescência dos grãos e uma diminuição na porosidade, resultando em uma estrutura mais densa e uniforme (Mavriqi e Traini, 2023). No entanto, temperaturas muito altas podem provocar crescimento excessivo dos grãos, o que pode comprometer as propriedades mecânicas e sua translucidez (Abdulaziz *et al.*, 2024).

A degradação hidrotérmica é um fenômeno que afeta principalmente a zircônia monolítica convencional e translúcida durante a exposição a ambientes úmidos e quentes (Abdulaziz *et al.*, 2024). Essa deterioração resulta na transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica, o que pode levar a uma expansão volumétrica e, conseqüentemente, a uma deterioração das propriedades mecânicas e estéticas.

Na figura 6, pode ser observado uma menor porcentagem de alteração do seu tamanho inicial frente ao tamanho final das amostras de zircônia translúcidas quando comparadas as de zircônia convencional. Este dado, pode acarretar em menores distorções e uma melhor adaptação clínica das reabilitações (Aregawi *et al.*, 2023).

Porém zircônias que passam por processos de sinterização a altas temperaturas, a estabilidade da fase tetragonal pode ser comprometida, o que torna o material mais suscetível à degradação hidrotérmica (Abdulaziz *et al.*, 2024). Para a zircônia translúcida, que geralmente possui uma composição otimizada para melhorar a estética, a degradação hidrotérmica pode ser ainda mais pronunciada devido à menor estabilidade da fase tetragonal.

Na análise da microscopia eletrônica de varredura, podemos verificar que embora as rugosidades dos espécimes sem glaze não sejam visualizadas, elas estão presente na superfície das zircônias convencionais e também nas zircônias

translúcidas, mesmo após o polimento mecânico. Todos os espécimes utilizados para este teste, foram levados ao forno, mas não receberam a aplicação do polimento químico/glaze, a fim de não alterar a visualização dos reais efeitos da sinterização convencional da rápida e seu envelhecimento.

Uma das principais propriedades frequentemente alteradas durante seu envelhecimento, é a energia livre de superfície concomitantemente com a rugosidade superficial. Enquanto a molhabilidade é reduzida, a rugosidade dos materiais é inversamente proporcional (Hafezeqoran *et al.*, 2023). Visando a permanência intraoral da zircônia, quanto maior sua rugosidade, maior a facilidade de adesão de placa bacteriana (Hafezeqoran *et al.*, 2023; Choi *et al.*, 2023). Sendo assim, a aplicação do glaze é de suma importância.

Apesar disso, a presença ou ausência de um polimento químico (glaze) nas amostras, não acarretou em uma discrepância de valores estatísticos do teste de resistência flexural. Embora a zircônia convencional tenha exibido maiores valores frente a zircônia translúcida, este dado já era esperado e corrobora com Reys *et al.* (2023) e Ban (2023). O mesmo também ocorreu na análise superficial fractográfica, pois todos os espécimes após o teste de resistência flexural foram analisados afim de verificar possíveis falhas causadas nos grupos de comparação em tempo de sinterização, presença de polimento e envelhecimento. Assim, os dados deste estudo após a análise fractográfica corroboram com Liu *et al.* (2022) e Araujo-Junior *et al.* (2020).

A zircônia, visa garantir maior mimetismo intraoral e seu controle preciso da temperatura de sinterização é essencial para otimizar suas propriedades. Para garantir a eficiência e a durabilidade do material em aplicações práticas, é necessário um balanceamento entre a densidade, a resistência mecânica, a translucidez e a resistência à degradação hidrotérmica. Estudos adicionais e desenvolvimentos de novas formulações e processos de sinterização podem contribuir para melhorias significativas na performance da zircônia em diversas aplicações.

Infelizmente, o uso do mesmo forno de sinterização de outras cerâmicas não pode ser utilizado devido a necessidade de altas temperaturas da zircônia para sua transformação de fase. Mas o seu tempo de sinterização, possivelmente poderá ser reduzido. As limitações deste estudo envolvem: o uso de apenas uma marca de

zircônia e a não realização de experimentos *in vivo*. Sabe-se que a realização de estudos clínicos envolve variações incalculáveis e de suma importância.

Além disso, a fadiga dos espécimes sinterizados rapidamente, ainda precisa ser investigada. Estudos futuros deveriam se concentrar na otimização dos parâmetros de sinterização para cada composição a fim de obter suas melhores propriedades ópticas e mecânicas. O controle desses fatores são fundamentais para a evolução contínua dos materiais cerâmicos, assegurando que a zircônia continue a oferecer soluções eficazes e estéticas em campos como a odontologia.



CONCLUSÃO

7 CONCLUSÃO

Sendo assim, conclui-se que:

- O tipo de zircônia interferiu: na resistência flexural, na dureza superficial, na alteração de cor, na energia livre de superfície, na rugosidade de superfície e na alteração dimensional;
- O glaze interferiu: na dureza de superfície, na alteração de cor, na energia livre de superfície, na rugosidade de superfície e na alteração dimensional, mas não interferiu na resistência flexural;
- O envelhecimento interferiu na dureza de superfície, na alteração de cor, na energia livre de superfície e na rugosidade de superfície, mas não interferiu na resistência flexural.



REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

- ALSHAHRANI, A. M. *et al.* Current speed sintering and high-speed sintering protocols compromise the translucency but not strength of yttria-stabilized zirconia. **Dental Materials**, v. 40, n. 4, p. 664-673, 2024.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM C1327-15(2019)**. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. 2019
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. COMMITTEE C28 ON ADVANCED CERAMICS. **Standard practice for fractography and characterization of fracture origins in advanced ceramics**. ASTM International, 2005.
- ARAÚJO-JÚNIOR, E. N. S. *et al.* Ultra-translucent zirconia processing and aging effect on microstructural, optical, and mechanical properties. **Dental Materials**, v. 38, n. 4, p. 587-600, 2022.
- AREGAWI, A. W. *et al.* Designing for Distortion of Zirconia Dental Bridges Induced by Sintering. **Dental Materials**, v. 39, p. e29-e30, 2023.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **ABNT NBR ISO 4287:2002**. Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: método do perfil - Termos, definições e parâmetros de rugosidade. 2002 [citado 2024 Ago 29]. Disponível em: <https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/22323/abnt-nbriso4287-especificacoes-geometricas-do-produto-gps-rugosidade-metodo-do-perfil-termos-definicoes-e-parametros-da-rugosidade>
- BAN, S. Development and characterization of ultra-high translucent zirconia using new manufacturing technology. **Dental Materials Journal**, v. 42, n. 1, p. 1-10, 2023.
- CARDINI, A.; SEETAH, K.; BARKER, G. How many specimens do I need? Sampling error in geometric morphometrics: testing the sensitivity of means and variances in simple randomized selection experiments. *Zoomorphology*, v. 134, p. 149-163, 2015.
- CARDOSO, K. V. *et al.* Effect of sintering temperature on microstructure, flexural strength, and optical properties of a fully stabilized monolithic zirconia. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 124, n. 5, p. 594-598, 2020.

CHEVALIER, J.; CALES, B.; DROUIN, J. M. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, n. 8, p. 2150-2154, 1999.

CHOI, Y. S.; KANG, K. H.; ATT, W. Effect of aging process on some properties of conventional and multilayered translucent zirconia for monolithic restorations. **Ceramics International**, v. 46, n. 2, p. 1854-1868, 2020.

CHOI, S. *et al.* The effect of surface material, roughness and wettability on the adhesion and proliferation of *Streptococcus gordonii*, *Fusobacterium nucleatum* and *Porphyromonas gingivalis*. **Journal of Dental Sciences**, v. 18, n. 2, p. 517-525, 2023.

COMBE, E. C.; OWEN, B. A.; HODGES, J. S. A protocol for determining the surface free energy of dental materials. **Dental Materials**, v. 20, n. 3, p. 262-268, 2004.

DE ARAUJO-JUNIOR, Everardo NS *et al.* Hydrothermal degradation methods affect the properties and phase transformation depth of translucent zirconia. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 112, p. 104021, 2020.

ELSAKA, S. E. Optical and mechanical properties of newly developed monolithic multilayer zirconia. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 1, p. e279-e284, 2019.

GHODSI, S.; JAFARIAN, Z. A review on translucent zirconia. **The European Journal of Prosthodontics and Restorative Dentistry**, v. 26, n. 3, p. 62-74, 2018.

HAFEZEQORAN, A. *et al.* Effect of sintering speed, aging processes, and different surface treatments on the optical and surface properties of monolithic zirconia restorations. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 130, n. 6, p. 917-926, 2023.

HAJHAMID, B.; ALFRISANY, N.; SOMOGYI-GANSS, E. The effect of accelerated aging on crystalline structures and optical properties of different monolithic zirconia: a qualitative systematic review. **Dental Materials**, v. 38, n. 4, p. 569-586, 2022.

HARADA, Akio *et al.* Mechanical and microstructural properties of ultra-translucent dental zirconia ceramic stabilized with 5 mol% yttria. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 111, p. 103974, 2020.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **ISO 6872:2015**. Dentistry: ceramic materials. 2015a [citado 2024 Ago 20]. Disponível em: <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/59936/62af270629204ca9bd5bb4c47e404180/ISO-6872-2015.pdf>

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **ISO 13356:2015**. Implants for surgery: ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP). 2015b [citado 2024 Ago 20]. Disponível em: <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/62373/90fc6201ca564600b1be63462a71aab5/ISO-13356-2015.pdf>

IVOCLAR VIVADENT. **Scientific documentation IPS e.max® CAD-on**. 2011 [citado 2024 Ago 20]. Disponível em: https://ivodent.hu/___docs/769_0b0bfa527ac0e5b766299f6c1a4ab53b.pdf

IVOCLAR VIVADENT. **Scientific documentation IPS e.max® ZirCAD**. 2017 [citado 2024 Ago 20]. Disponível em: https://ivodent.hu/___docs/773_3ccc1cd4617529132bcb6c084253162e.pdf

JIANG, L. *et al.* Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 22, n. 11, p. 2429-2435, 2011.

KHALEDI, A. A. R. *et al.* The effect of sintering time on the marginal fit of zirconia copings. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, n. 1, p. e285-e289, 2019.

KIM, H. K. Optical and mechanical properties of highly translucent dental zirconia. **Materials**, v. 13, n. 15, p. 3395, 2020.

KIM, M. J. *et al.* Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 5, n. 2, p. 161-166, 2013.

KIM, S. H. *et al.* Effects of thermal and mechanical cycling on the mechanical strength and surface properties of dental CAD-CAM restorative materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 128, n. 1, p. 79-88, 2022.

KWON, W. C.; PARK, M. G. Evaluation of mechanical properties of dental zirconia in different milling conditions and sintering temperatures. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 130, n. 6, p. 909-916, 2023.

LAWSON, N. C.; MAHARISHI, A. Strength and translucency of zirconia after high-speed sintering. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 32, n. 2, p. 219-225, 2020.

LIU, H. *et al.* Does speed-sintering affect the optical and mechanical properties of yttria-stabilized zirconia? A systematic review and meta-analysis of in-vitro studies. **Japanese Dental Science Review**, v. 59, p. 312-328, 2023.

LIU, Hengyi *et al.* Influence of high-speed sintering protocols on translucency, mechanical properties, microstructure, crystallography, and low-temperature degradation of highly translucent zirconia. **Dental Materials**, v. 38, n. 2, p. 451-468, 2022.

MADRUGA, C. F. L. *et al.* Sintering mode of a translucent Y-TZP: Effects on its biaxial flexure fatigue strength, surface morphology and translucency. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 34, n. 8, p. 1197-1205, 2022.

MAVRIQI, L.; TRAINI, T. Mechanical properties of Translucent Zirconia: an in Vitro Study. **Prosthesis**, v. 5, n. 1, p. 48-59, 2023.

MECHOLSKY JR, John J. Fractography: determining the sites of fracture initiation. **Dental Materials**, v. 11, n. 2, p. 113-116, 1995.

MEKLED, S. *et al.* Ultra-translucent zirconia laminate veneers: the influence of restoration thickness and stump tooth-shade. **Materials**, v. 16, n. 8, p. 3030, 2023.

MICHAILOVA, M. *et al.* Comparison between novel strength-gradient and color-gradient multilayered zirconia using conventional and high-speed sintering. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 111, p. 103977, 2020.

OTTONI, R. *et al.* Precision of different fatigue methods for predicting glass-ceramic failure. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v. 88, p. 497-503, 2018.

OWENS, D. K.; WENDT, R. C. Estimation of the surface free energy of polymers. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 13, n. 8, p. 1741-1747, 1969.

OZDOGAN, A.; OZDEMIR, H. The effects of repetitive firing processes on the optical, thermal, and phase formation changes of zirconia. **The journal of advanced prosthodontics**, v. 12, n. 1, p. 9-14, 2020.

PAPAGEORGIOU-KYRANA, K.; FASOULA, M.; KONTONASAKI, E. Translucency of monolithic zirconia after hydrothermal aging: a review of in vitro studies. **Journal of Prosthodontics**, v. 29, n. 6, p. 489-500, 2020.

PARAVINA, R. D. *et al.* Color difference thresholds in dentistry. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 27, p. S1-S9, 2015.

PARK, J. H. *et al.* Translucency and masking ability of translucent zirconia; comparison with conventional zirconia and lithium disilicate. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 14, n. 5, p. 324-333, 2022.

PECHO, Oscar E. *et al.* Visual and instrumental shade matching using CIELAB and CIEDE2000 color difference formulas. **Dental materials**, v. 32, n. 1, p. 82-92, 2016.

PEKKAN, G.; ÖZCAN, M.; SUBAŞI, M. G. Clinical factors affecting the translucency of monolithic Y-TZP ceramics. **Odontology**, v. 108, n. 4, p. 526-531, 2020.

PEKKAN, G. *et al.* Factors affecting the translucency of monolithic zirconia ceramics: a review from materials science perspective. **Dental Materials Journal**, v. 39, n. 1, p. 1-8, 2020.

PEREIRA, G. K. R. *et al.* Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 85, p. 57-65, 2018.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1-25, 1999.

POP-CIUTRILA, I. S. *et al.* Color compatibility between dental structures and three different types of ceramic systems. **BMC Oral Health**, v. 21, n. 1, p. 75, 2021.

PORTO, T. S. *et al.* Effect of thermal cycling on fracture toughness of CAD/CAM materials. **American Journal of Dentistry**, v. 31, n. 4, p. 205-210, 2018.

REYES, A R *et al.* Translucency and flexural strength of translucent zirconia ceramics. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 129, n. 4, p. 644-649, 2023.

SANAL, F. A.; KILINC, H. Effect of shade and sintering temperature on the translucency parameter of a novel multi-layered monolithic zirconia in different thicknesses. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 32, n. 6, p. 607-614, 2020.

SCHABBACH, L. M.; BONDIOLI, Federica; FREDEL, M. C. Colouring of opaque ceramic glaze with zircon pigments: Formulation with simplified Kubelka–Munk model. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 31, n. 5, p. 659-664, 2011.

SEN, N.; ISLER, S. Microstructural, physical, and optical characterization of high-translucency zirconia ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 123, n. 5, p. 761-768, 2020.

ŚMIELAK, B. *et al.* Effect of zirconia surface treatment on its wettability by liquid ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 122, n. 4, p. 410.e1-410.e6, 2019.

SOUZA, R. H. *et al.* Flexural strength and crystalline stability of a monolithic translucent zirconia subjected to grinding, polishing and thermal challenges. **Ceramics International**, v. 46, n. 16, p. 26168-26175, 2020.

SULAIMAN, T. A. *et al.* Zirconia restoration types, properties, tooth preparation design, and bonding: a narrative review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 36, n. 1, p. 78-84, 2024.

VICHI, A. *et al.* Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 97-108, 2011.

WANG, C. C. *et al.* Comparison of optical and crystal properties of three translucent yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals with those of lithium disilicate glass-ceramic material. **Journal of Dental Sciences**, v. 16, n. 4, p. 1247-1254, 2021.

YANG, H. *et al.* Effects of low-temperature degradation on the surface roughness of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramics: a systematic review and meta-analysis. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 125, n. 2, p. 222-230, 2021.

ZHANG, F. *et al.* High-translucent yttria-stabilized zirconia ceramics are wear-resistant and antagonist-friendly. **Dental Materials**, v. 35, n. 12, p. 1776-1790, 2019.

ZHANG, Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. **Dental Materials**, v. 30, n. 10, p. 1195-1203, 2014.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R. Novel zirconia materials in dentistry. **Journal of Dental Research**, v. 97, n. 2, p. 140-147, 2018.