



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

MANASSÉS TERCIO VIEIRA GRANGEIRO

**TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE PRÉVIOS À CAMADA DE
CARACTERIZAÇÃO: efeitos na resistência adesiva e
comportamento mecânico de cerâmicas de óxido de zircônio**

2023

MANASSÉS TERCIO VIEIRA GRANGEIRO

**TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE PRÉVIOS À CAMADA DE CARACTERIZAÇÃO:
efeitos na resistência adesiva e comportamento mecânico de cerâmicas de
óxido de zircônio**

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

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Bottino
Coorientadora: Dra. Camila da Silva Rodrigues

São José dos Campos

2023

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2023]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Grangeiro, Manassés Tercio Vieira

Tratamentos de superfície prévios à camada de caracterização: efeitos na resistência adesiva e comportamento mecânico de cerâmicas de óxido de zircônio / Manassés Tercio Vieira Grangeiro. - São José dos Campos : [s.n.], 2023.
72 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2023.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Camila da Silva Rodrigues

1. Adesão. 2. Cerâmicas odontológicas. 3. Propriedades mecânicas. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Rodrigues, Camila da Silva, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marco Antonio Bottino (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Tarcísio José Arruda Paes Júnior

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Profa. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Profa. Dra. Viviane Maria Gonçalves de Figueiredo

Universidade Federal do Pernambuco – UFPE

Campus Recife

Profa. Dra. Amanda Maria de Oliveira Dal Piva

Centro Acadêmico de Odontologia de Amsterdã – ACTA

Campus Amsterdã

São José dos Campos, 02 de junho de 2023.

DEDICATÓRIA

A minha mãe, Raimunda Vieira Grangeiro por todo apoio, dedicação e amor durante a minha jornada.

A minha amada filha, Alice Sophia.

Aos meus irmãos, Ramsés Vieira Grangeiro, Radamés Vieira Grangeiro e minha querida irmã Rayssa Nyagara Vieira Grangeiro pelo amor, carinho, esforço, palavras de conforto e toda alegria diante desses anos de pós-graduação.

Dedico também a minha tia Francileda Vieira por toda alegria, carinho e palavras de conforto.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ser tão bondoso comigo, pela vida e por me trilhar durante todos os anos com saúde e alegria, em todos os momentos que enfrentei.

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Instituto de Ciência e Tecnologia** (ICT-UNESP – Campus São José dos Campos), em nome da excelentíssima Diretora **Profa. Dra. Rebeca Di Nicoló** e ao vice-diretor **Prof. Dr. Cláudio Antonio Talge Carvalho**. Também agradeço imensamente ao programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora e a todos seus professores e colaboradores que foram fundamentais na minha formação.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior** (CAPES) pela bolsa de demanda social durante todo o curso (Número do processo: 88887.475505/2020-00).

Ao meu orientador **Prof. Dr. Marco Antonio Bottino**, o meu maior exemplo de dedicação e maestria, que durante décadas soube gerir e liderar a Pós-Graduação para que nada faltasse para os alunos, sempre honesto e justo. Sempre com sábias palavras e uma experiência imensurável, profissionalmente e principalmente sobre a vida. Aprendi com o senhor a melhor forma de tratar os pacientes, sempre oferecendo conforto, respeito e dedicação. Aprendi que não há barreiras quando nos dedicamos e enfrentamos os desafios da vida. “O NÃO já temos, vamos em busca do SIM”. Obrigado por todo carinho e empenho que contribuiu para a minha formação. Querido orientador, saiba que a Odontologia tem uma dívida eterna a ti.

A minha coorientadora **Profa. Dra. Camila da Silva Rodrigues**, pesquisadora exímia. Sempre serena, dedicada, honesta e carinhosa. Essa tese não seria realizada sem as tuas ideias e todo o seu apoio. Sou imensamente grato a ti, que me proporcionou um amadurecimento científico, profissional como também pessoal. Me ensinou a valorizar as pessoas que estão ao meu lado.

À Profa. **Dra. Renata Marques de Melo Marinho**, a maior pesquisadora e polímata quando se trata de cerâmicas odontológicas do país. Sempre serena, pacífica e dedicada aos alunos e ao programa de Pós-Graduação. Muito obrigado por todo conhecimento transmitido durante esses anos de Pós-Graduação.

Ao **Prof. Dr. Tarcísio José Arruda Paes Júnior**, palmeirense verde e branco, exemplo de dedicação e profissionalismo. O senhor me ensinou como devemos

atender os pacientes sempre com calma e gentileza. Muito obrigado por todos ensinamentos nas clínicas de prótese, sou eternamente grato a ti.

Ao **Prof. Dr. Lafayette Nogueira** por todos os ensinamentos nas clínicas de implantodontia e prótese, e pelas conversas que muitas vezes nos faz sentir melhor, muito obrigado.

A minha orientadora da graduação **Profa. Dra. Viviane Maria Gonçalves de Figueiredo**, que me despertou e trilhou ao caminho da Pós-Graduação, muito obrigado pela amizade e parceria em diversos trabalhos ao longo desses anos! Sou eternamente grato a ti, Vivi!

Ao **Prof. Dr. João Paulo Mendes Tribst** e a **Profa. Dra. Amanda Maria de Oliveira Dal Piva** que me ajudaram desde a minha chegada a São José dos Campos, no amadurecimento científico e na minha formação, muito obrigado.

Agradeço a todos os professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese (DMOP) e da Odontologia Restauradora, com os quais tive a honra de conviver e aprender muito durante o meu mestrado e doutorado. Em especial aos professores: **Prof. Dr. João Mauricio**, **Prof. Dr. Rodrigo Máximo**, **Prof. Dr. Rubens Tango**, **Prof. Dr. Alexandre Borges**, **Profa. Dra. Paula Komori** e **Prof. Dr. Eduardo Bresciani**.

Ao **Dr. Tiago Campos** do Instituto Tecnológico da Aeronáutica (ITA). Obrigado pela parceria em todos os trabalhos!

Ao **Dr. João Machado** e à **Dra. Gislene** do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) por toda ajuda nas análises realizadas e conversas. Sou muito grato a vocês.

Aos queridos do DMOP, **Juliane Damasceno**, **Thais Paradella**, **Marcio Eduardo**, **Fernandinho Pontes** e **Marcão Alfredo**, pela alegria, conversas e serviços prestados. Sou eternamente grato a vocês.

Aos meus amigos e colegas da pós-graduação, **Jonas Rodrigues**, **Cristiane Inagati**, **Jefferson David**, **Poliana Nogueira**, **Jean Soares**, **Poliana Nogueira**, **Vandeberg Diniz**, **Larissa Alves**, **Jaiane Monteiro**, **Natalia Rossi**, **Guilherme Andrade**, **Guilherme Scalzer**, **Aline Lins**, **Michelle de Sá**, **Christiane Nagasso**, **Genesis Alfonso**, **Renata Samico**, **Leonardo Jiro**, **Leonardo Gomes**, **Pedro Prado**, **Pedro Diamantino**, **Murilo Rodrigues**, **Beatriz Gomes**, **Beatriz Serralheiro**, **Elisa Kukulka**, **Lais Landim**, **Rossana Gaudio**, **Nathalia Ramos**, **Natalia Gonçalves**,

Amir Demachkia, Jadson Domingues.

Aos meus queridos orientandos(as) de iniciação científica, **Nathália Maria, Vanessa Nogueira, Thamires Ribeiro, Yan Aparecido, Gabriel Cirone, Luana dos Santos, Giovanna Saroli**, aprendi bastante com vocês a difícil tarefa de ser professor e orientar. Muito obrigado por tudo e desejo muito sucesso a todos(as) vocês.

À **UFSM** em nome do **Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro, Helder Callegaro Velho** e **Kiara Serafini Dapieve** pela parceria na realização do teste de fadiga.

Aos funcionários da biblioteca e da seção da Pós-Graduação que sempre disponíveis e prestativos, **Carol, Bruno e Sandra**.

Aos funcionários da vigilância que sempre foram muito solícitos e gentis, **José Renato, Marco Aurélio, Gilson Santos, Fernando Filho, Edmilson e Cléber**.

Obrigado aos Professores membros da banca, **Profa. Dra. Renata, Prof. Dr. Tarcisio, Profa. Dra. Viviane e Profa. Dra. Amanda** por disponibilizarem seu tempo para ler esse trabalho, fazer as considerações como também a participação de forma direta ou indireta para a minha formação.

SUMÁRIO

RESUMO	11
ABSTRACT	12
1 INTRODUÇÃO.....	12
2 REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1 Cerâmicas a base de óxido de zircônio	14
2.1.1 Zircônias de segunda geração.....	15
2.1.2 Zircônias de terceira geração	16
2.1.3 Tratamentos de superfície e zircônias odontológicas	17
2.1.4 Efeitos no comportamento mecânico.....	18
3 PROPOSIÇÃO.....	20
3.1 As hipóteses testadas foram:	20
4 MATERIAL E MÉTODOS	22
4.1 Parte A – Estudo de resistência à flexão	22
4.1.1 Preparação dos espécimes	22
4.1.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial	26
4.1.3 Análise fractográfica.....	27
4.1.4 Análise dos dados	27
4.2 Parte B – Estudo de resistência à fadiga	28
4.2.1 Preparação dos espécimes	28
4.2.2 Ensaio de fadiga Stepwise	30
4.2.3 Análise dos dados	31
4.3 Parte C – Estudo de resistência de união	31
4.3.1 Preparação dos espécimes	31
4.3.2 Teste de resistência de união ao cisalhamento	35
4.3.3 Análise de falhas.....	36
4.3.4 Análise de dados.....	37
4.4 Caracterização Topográfica	38
4.4.1 Rugosidade	38
4.4.2 Perfilometria	38
4.4.3 Ângulo de contato.....	39

5 RESULTADOS	41
5.1 Parte A – Estudo de resistência à flexão	41
5.1.1 Análise Fractográfica.....	43
5.2 Parte B – Estudo de resistência à fadiga	47
5.3 Parte C – Estudo de resistência de união.....	49
5.4 Caracterização topográfica	50
5.4.1 Rugosidade	50
5.4.3 Perfilometria óptica.....	51
5.4.4 Ângulo de contato.....	55
5.4.5 Microscopia eletrônica de varredura.....	56
6 DISCUSSÃO.....	60
7 CONCLUSÃO.....	65
REFERÊNCIAS	66

Grangeiro MTV. Tratamentos de superfície prévios à camada de caracterização: efeitos na resistência adesiva e comportamento mecânico de cerâmicas de óxido de zircônio [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2023.

RESUMO

Este estudo avaliou o efeito do jateamento com óxido de alumínio prévio à camada de caracterização no comportamento adesivo e mecânico de zircônias de segunda e terceira gerações. Na parte A, foi realizado um estudo de resistência flexural. Para isso, discos de cada zircônia (3Y-TZP, 4Y-PSZ ou 5Y-PSZ) foram confeccionados. Após polimento e sinterização, os discos foram divididos de acordo com os tratamentos de superfície: Polimento, Jateamento com Al_2O_3 50 μm e Jateamento com Al_2O_3 110 μm ($n = 30$). A superfície tratada de todos os discos recebeu uma fina camada de pigmentação e uma fina camada de *glaze*. O ensaio de flexão biaxial foi realizado na configuração *piston-on-three-balls* e as superfícies fraturadas foram observadas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os dados foram submetidos à Análise de Weibull. Na parte B, avaliou-se o efeito dos diferentes tratamentos de superfície prévio à camada de caracterização no comportamento à fadiga das diferentes zircônias. Discos de 3Y-TZP, 4Y-PSZ e 5Y-PSZ foram confeccionados e distribuídos entre os tratamentos de superfície: Polimento ou Jateamento Al_2O_3 50 μm ($n = 15$), que foram realizados conforme a parte A deste estudo. Os discos foram cimentados adesivamente a um análogo de dentina (NEMA G10). Os testes de fadiga foram realizados pelo método *stepwise*, com aplicação de carga axial por um pistão hemisférico (carga inicial: 400 N, step: 100 N, ciclos/step: 10.000, frequência: 20 Hz). Na parte C, avaliou-se a resistência de união entre as diferentes zircônias e a camada de caracterização. Foram preparados os mesmos grupos descritos na “parte A” ($n = 15$). Cilindros de *stain* seguido por *glaze* foram construídos nas superfícies das zircônias. A resistência de união foi avaliada pelo teste de cisalhamento. Os tipos de falha (adesiva, predominantemente adesiva ou coesiva) foram analisados em estereomicroscópio e MEV. Análises complementares em perfilômetro e goniômetro foram realizadas. Para a parte A, o jateamento com Al_2O_3 110 μm aos menores valores de resistência à flexão, seguido do jateamento com as partículas de Al_2O_3 50 μm . Os maiores valores foram observados no grupo que não recebeu jateamento prévio à camada de caracterização. Esses resultados foram observados em todos os materiais. Na parte B, o jateamento com Al_2O_3 reduziu significativamente a carga e o número de ciclos para falha em fadiga de todos os materiais. Na parte C, os melhores valores de resistência de união foram atribuídos para o tratamento de superfície com Al_2O_3 110 μm , seguido de jateamento com Al_2O_3 50 μm e polimento. Dessa forma, o jateamento prévio à camada de caracterização reduz a resistência mecânica de zircônias de segunda geração e melhora a resistência de união entre os dois materiais.

Palavras-chave: Adesão; Cerâmicas odontológicas; Propriedades mecânicas.

Grangeiro MTV. Surface treatments prior to the characterization layer: effects on bond strength and mechanical behavior of zirconium oxide ceramics [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2023.

ABSTRACT

This study evaluated the effect of aluminum oxide sandblasting prior to the characterization layer on the adhesive and mechanical behavior of second- and third-generation zirconia. Part A consisted of a flexural strength study. Discs of each zirconia (3Y-TZP, 4Y-PSZ, or 5Y-PSZ) were prepared. After polishing and sintering, the discs were divided according to the surface treatments: Polishing, Sandblasting with Al_2O_3 50 μm and Sandblasting with Al_2O_3 110 μm ($n = 30$). The treated surface of all discs received a thin layer of stain and a thin layer of glaze. The biaxial bending test was performed in a piston-on-three-balls set-up. The fractured surfaces were observed by Scanning Electron Microscopy (SEM). Data were subjected to Weibull Analysis. In part B, the effect of different surface treatments prior to the characterization layer on the fatigue behavior of different zirconia was evaluated. Discs of 3Y-TZP, 4Y-PSZ and 5Y-PSZ were prepared and divided among the surface treatments: Polishing or Sandblasting Al_2O_3 50 μm ($n = 15$), which were performed according to part A of this study. The discs were adhesively cemented to a dentin-analogue (NEMA G10). Fatigue tests were performed using the stepwise method, with an axial load application by a hemispherical piston (initial load: 400 N, step: 100 N, cycles/step: 10,000, frequency: 20 Hz). Part C evaluated the bond strength between the different zirconia and the characterization layer. The same groups described in part A ($n = 15$) were prepared. Stain cylinders followed by glaze were built on the zirconia surfaces. The bond strength was evaluated by the shear test. The types of failure (adhesive, predominantly adhesive or cohesive) were analyzed using a stereomicroscope and SEM. Complementary analyzes in profilometer and goniometer were carried out. In part A, sandblasting with Al_2O_3 110 μm led to the lowest flexural strength results, followed by sandblasting with Al_2O_3 50 μm . Polishing group achieved the highest values. These results were observed in all tested ceramics. In part B, sandblasting with Al_2O_3 50 μm significantly reduced the fatigue failure load and the number of cycles for fatigue failure. In part C, the highest bond strength results were reached by sandblasting with Al_2O_3 110 μm , followed by sandblasting with Al_2O_3 50 μm , and polishing. Therefore, aluminum oxide particles sandblasting diminishes the mechanical behavior of second- and third-generation zirconias and improves the bond strength between the two materials.

Keywords: Adhesion; Dental ceramics; Mechanical properties.

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são indicadas em reabilitação oral devido às suas propriedades biomecânicas e estética (Zhang, Kelly, 2017). Dentre a ampla variedade de materiais cerâmicos para restaurações dentárias, a cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada por ítria (3Y-TZP) destaca-se como a mais resistente mecanicamente.

Por ser policristalina, as cerâmicas a base de zircônia são denominadas ácido-resistentes, pois não possuem a capacidade de criar retenções na superfície quando em contato com o ácido fluorídrico (Valandro et al., 2005). Assim, o protocolo mais utilizado para cimentação adesiva baseia-se no tratamento da superfície com o jateamento de partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) aliado à aplicação do agente de união silano (Banyindir, Koseoglu, 2020).

A primeira e segunda gerações de zircônia odontológica (3Y-TZP) são conhecidas por suas elevadas propriedades mecânicas (Malkondu et al., 2016). O material apresenta um mecanismo de tenacificação por transformação de fase (tetragonal para monoclínica). Ao sofrer estímulos externos (ex.: jateamento, impacto, envelhecimento térmico), a fase tetragonal transforma-se em monoclínica, o que acarreta um aumento de volume de aproximadamente 3%. Esse mecanismo confere alta tenacidade à fratura (3,5 - 4,5 $Mpa.m^{0.5}$) e módulo de elasticidade elevado (200 – 210 GPa) ao material (Zhang, Lawn, 2018; Belli et al., 2014). No entanto, como desvantagem, destaca-se a opacidade, o que limita o uso clínico da 3Y-TZP e levou ao desenvolvimento de uma nova classe de zircônias com maior translucidez (Ghosdi, Jafarian, 2018).

Recentemente, foram desenvolvidas novas zircônias com diferentes níveis de translucidez, denominadas 4Y-PSZ e 5Y-PSZ (zircônias parcialmente estabilizadas com 4 mol% ou 5 mol% de ítria, respectivamente). Esses materiais apresentam maior quantidade de grãos cúbicos (~70% para 4Y- e ~75% para 5Y-PSZ) (Kolakarprasert et al., 2019). No entanto, esses materiais não apresentam o mecanismo de tenacificação observado nas gerações anteriores, o que os torna menos resistentes quando comparados às 3Y-TZP (Kolakarprasert et al., 2019). Sendo assim, dependendo da microestrutura, o uso das zircônias foi ampliado desde infraestruturas a laminados cerâmicos ultrafinos (Sousa et al., 2018).

Para alcançar uma aparência final estética e natural, as restaurações de cerâmicas odontológicas frequentemente recebem a aplicação de uma camada de caracterização (pigmentos ou *stain* e *glaze*). Com essa caracterização, é possível mimetizar a estrutura dental natural, o que permite uma maior estabilidade de cor e redução da rugosidade superficial (Kanat-Ertürk, 2020). Esse processo de caracterização possui grande importância devido ao desgaste da cerâmica ao longo do tempo, o que pode causar perda da estética e desconforto ao paciente (Anil, Bolav, 2002).

A fixação do *stain* e *glaze* na superfície da zircônia ocorre após o processo de queima em forno específico (Dal Piva et al., 2020). Estudos prévios relataram possíveis problemas em relação à camada de *glaze* sobre zircônias de segunda geração, como desgaste do dente antagonista (Janyavula et al., 2013; Passos et al., 2014) e delaminação da camada vítrea (Yener et al., 2011). Dessa forma, o jateamento com partículas de Al_2O_3 , já usado na superfície de cimentação, poderia ser uma alternativa para fornecer melhor embricamento mecânico entre zircônia e camada de caracterização. No entanto, não há relatos na literatura sobre a resistência de união entre a superfície das zircônias de terceira geração e a camada de caracterização (*stain* e *glaze*), bem como o efeito de tratamentos para melhorar a união entre esses materiais.

Por outro lado, o jateamento com óxido de alumínio pode afetar a resistência das restaurações em zircônias com elevado teor de fase cúbica devido à ausência do mecanismo de tenacificação pela transformação de fase (Cadore et al., 2021). No estudo de Inokoshi et al. (2020), pode-se observar essa diminuição da resistência à flexão das zircônias 5Y-PSZ após o jateamento de partículas com óxido de alumínio de tamanho 50 μm .

Diante do contexto apresentado, o objetivo da presente tese foi avaliar o efeito do jateamento com óxido de alumínio previamente à aplicação da camada de caracterização na resistência de união e comportamento mecânico de zircônias de segunda e terceira gerações.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Essa revisão de literatura é constituída de acordo com o tema deste estudo, sendo subdividida nos seguintes tópicos: Cerâmicas a Base de Óxido de Zircônio; Tratamentos de Superfície e Zircônias Odontológicas e Efeitos no Comportamento Mecânico.

2.1 Cerâmicas a base de óxido de zircônio

A zircônia pode ser encontrada em 3 fases de acordo com seu arranjo molecular: monoclinica, tetragonal e cúbica (Zhang, Lawn, 2018). A fase monoclinica é encontrada em temperatura ambiente até 1170 °C, a fase tetragonal à aproximadamente 1170 – 2370 °C e a fase cúbica à 2370 – 2680 °C.

A transformação da fase tetragonal para monoclinica está relacionada à expansão de volume em cerca de 3%, o que é chamado de mecanismo de tenacificação (Mosquim et al., 2020). Esse fenômeno ocorre após estímulo externo, que desencadeia a transformação de fase. Assim, tensões compressivas são formadas na ponta da trinca, o que evita sua propagação pelo material. Para estabilizar a fase tetragonal em temperatura ambiente, é necessário adicionar estabilizadores, como óxido de ítrio (Y_2O_3), na composição, resultando em uma zircônia parcialmente estabilizada com ítria (Ramos et al., 2015). Desde sua concepção, esse material tem sido aplicado em diversas áreas, incluindo-se próteses ortopédicas e dentárias.

A primeira geração de zircônia tetragonal estabilizada por ítria (3Y-TZP) para uso odontológico continha ~0,25 wt% de alumina em sua composição para auxiliar na sinterização (Zhang, Lawn, 2018). No entanto, a alta opacidade limitava como material de infraestrutura, havendo a necessidade de aplicação de uma cerâmica vítrea para recobrimento estético. Assim, com o objetivo de expandir o uso do material para restaurações monolíticas, alterações foram sendo desenvolvidas nas últimas décadas.

2.1.1 Zircônias de segunda geração

A zircônia 3Y-TZP foi introduzida há décadas na odontologia devido às elevadas propriedades mecânicas e biocompatibilidade (Chevalier, 2006). No entanto, o material apresentava um alto teor de opacidade (Piconi, Maccauro, 1999). A segunda geração de 3Y-TZP foi desenvolvida com diminuição do conteúdo de alumina e sinterização a temperaturas mais elevadas (~1450 - 1500 °C) para diminuir porosidades internas (Zhang, Lawn, 2018). Esses ajustes levaram a um aumento na translucidez em relação à primeira geração (Tong et al., 2016), o que permitiu o uso em restaurações monolíticas na região posterior.

Apesar da melhora, a baixa translucidez das 3Y-TZP não é indicada para restaurações monolíticas na região anterior. A aparência opaca está relacionada com o tamanho do grão (aproximadamente 0,4 µm) e o comprimento de onda da luz (entre 0,1 e 0,7 µm). Partículas com tamanho semelhante ao comprimento de onda da luz incidida levam a maior efeito de espalhamento da luz, o que resulta em maior opacidade (Hefferman et al., 2002; McLaren et al., 2002). Ainda, os grãos tetragonais da 3Y-TZP são anisotrópicos, isto é, a refração da luz ocorre em diferentes direções. Esses fatores fazem com que a luz seja dispersada e não transmitida através do material, causando a aparência opaca (Sulaiman et al., 2015).

A 3Y-TZP possui como indicação clínica desde pilares para implantes, coroas, como também próteses fixas e infraestruturas (Luthardt et al., 2002). No entanto, para a finalização das próteses múltiplas ou unitárias em que haja demanda estética, a aplicação de uma cerâmica de recobrimento é necessária para mimetizar a estrutura dental natural. Complicações como fraturas e lascamentos da cerâmica de recobrimento são relacionadas a tensões residuais desenvolvidas por motivos de diferença entre os coeficientes de expansão térmica dos materiais, protocolo de resfriamento rápido ou espessura inadequada (Tanaka et al., 2019; Sailer et al., 2015; Rodrigues et al., 2019). O estudo de Al-Amleh et al. (2010), que se trata de uma revisão sistemática sobre restaurações bilaminadas incluindo estudos publicados em intervalo de 50 anos, constatou que a falha da porcelana de recobrimento em infraestruturas de zircônia é comum.

Nesse contexto, para superar as limitações do uso de restaurações

bilaminadas, aumentou-se a demanda por restaurações cerâmicas monolíticas. É possível preparar coroas monolíticas posteriores de 3Y-TZP com espessura oclusal mínima de 0,5 mm devido a elevada resistência à fratura (Sorrentino et al., 2016). Em um estudo clínico, Kocjan et al. (2020) compararam o envelhecimento *in vitro* e *in vivo* de zircônias 3Y-TZP. Foi observado que, para a transformação de fase tetragonal para monoclinica, o envelhecimento *in vivo* foi quase 3 vezes mais rápido do que a *in vitro*, e a fração monoclinica nas superfícies aumentou consideravelmente após 6 meses do uso.

2.1.2 Zircônias de terceira geração

As propriedades de translucidez podem ser ajustadas pelo conteúdo da fase cúbica, o que exige aumento do conteúdo de ítria para estabilizar o material nesta microestrutura. Sendo assim, quanto maior o conteúdo da fase cúbica, maior a translucidez (Camposilvan et al., 2018). Porém, a maior adição de fase cúbica promove uma menor resistência mecânica e tenacidade do material final.

A quantidade de fase cúbica nas zircônias 4Y-PSZ e 5Y-PSZ, podem chegar a aproximadamente 75% (Kolakarnprasert et al., 2019), já nas 3Y-TZP podem chegar a 13% (Sen, Isler, 2019). O tamanho médio dos grãos é influenciado pela quantidade de fase cúbica e tetragonal presentes na microestrutura. Logo, as zircônias 3Y-TZP apresentam tamanho de grão menor (437 ± 40 nm), seguido pelas 4Y-PSZ (729 ± 62 nm) e as 5Y-PSZ apresentam grãos maiores, podendo chegar a aproximadamente 900 nm (Sen, Isler, 2019).

O ganho nas características estéticas cativou o uso clínico da nova classe de zircônias, que pode ser empregada desde laminados ultrafinos em dentes anteriores, como coroa total em dentes posteriores (Souza et al., 2018). A degradação hidrotérmica e transformação de fase não está presente nas zircônias de elevado teor de fase cúbica (Prado et al., 2022). Portanto, apesar da melhora na translucidez, a ausência do mecanismo de tenacificação resultou na queda nas propriedades mecânicas das zircônias de segunda geração (Camposilvan et al., 2018).

Atualmente, encontram-se no mercado zircônias que podem ser utilizadas de

forma monolítica: 3Y-TZP, 4Y- e 5Y-PSZ (Sen, Isler, 2020; Kolakarnprasert et al., 2019). Também estão disponíveis zircônias multicamadas, que são os materiais de escolha para esta tese. As zircônias multicamadas tem como objetivo mimetizar a estrutura dental natural através do gradiente de tonalidade, em que as camadas mais translúcidas se encontram na região incisal, seguido de um ganho em croma na região cervical (Kolakarnprasert et al., 2019). Mais recentemente, foram lançadas zircônias com gradação de grãos em um mesmo bloco (3Y-TZP, 4Y-PSZ e 5Y-PSZ), quem também tem por objetivo fornecer um material com gradação de translucidez (Schönhoff et al., 2021; Winter et al., 2022). No entanto, esses materiais não serão abordados em nosso estudo.

2.1.3 Tratamentos de superfície e zircônias odontológicas

O condicionamento da superfície de uma zircônia com ácido fluorídrico não é capaz de alterar a morfologia e torná-la quimicamente reativa para a cimentação, como acontece com as cerâmicas vítreas. Para isso, faz-se necessário o jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) com tamanho variando entre 30 e 110 μm . A colisão das partículas na superfície da zircônia provoca o aumento da rugosidade, o que aumenta a área da superfície que entrará em contato com o material cimentante. A ligação química entre a superfície da zircônia e o cimento resinoso é estabelecida com uso de um agente silano e favorecida quando, além do silano, os *primers* também contém a molécula 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (10-MDP) (Thammajarak et al., 2018; Tzanakakis et al., 2016).

Outros tratamentos de superfície como o uso do laser, vitrificação, deposição de plasma foram propostos na literatura a fim de melhorar a resistência de união das zircônias ao substrato. Essas abordagens visam modificar a superfície para favorecer o embricamento micromecânico. Contudo, muitas limitações são encontradas, o que as tornam inviáveis clinicamente (Mair, Padipatvuthikul, 2010). Sendo assim, o jateamento com óxido de alumínio seguido de silano e cimentos resinosos, preferencialmente com 10-MDP na composição, continua sendo o padrão-ouro para adesão das zircônias a um substrato (Lawson et al., 2019).

Quando uma restauração de zircônia monolítica é realizada, muitas vezes, faz-se necessário a aplicação de uma pigmentação (maquiagem) na superfície oclusal. Essa caracterização confere uma aparência natural e estética à restauração final. No entanto, problemas em relação à durabilidade do *glaze* sobre restaurações de zircônia vem sendo relatadas. Sendo assim, tratamentos de superfície que melhorem o embricamento mecânico entre zircônia e a camada de caracterização poderiam auxiliar na durabilidade do mesmo.

Os tratamentos citados anteriormente são, rotineiramente, utilizados na superfície de cimentação da zircônia. No entanto, a utilização de jateamento com óxido de alumínio ou outros tratamentos experimentais na superfície oclusal são pouco exploradas. Não há relatos na literatura sobre o efeito de diferentes tratamentos de superfície prévios à camada de caracterização na adesão ou propriedades mecânicas de diferentes zircônias.

2.1.4 Efeitos no comportamento mecânico

Tratamentos que modificam a superfície de um material cerâmico por abrasão mecânica ou química são capazes de produzir defeitos que, por sua vez, podem desencadear propagação de trincas. Essa propagação de trincas, conseqüentemente, acarreta prejuízo das propriedades mecânicas do material (Abdulmajeed et al., 2022; Kim, Ahn, 2021).

Ajustes com pontas diamantadas, borrachas abrasivas, jateamento com partículas de óxido de alumínio com diferentes tamanhos são realizadas tanto na superfície interna, como na externa de restaurações. Tais tratamentos são exemplos que interferem na resistência mecânica das zircônias, mesmo as que possuem mecanismo de tenacificação (Chun et al., 2017). O estudo de Chun et al. (2017) comparou diferentes procedimentos de ajustes oclusais através de um teste de resistência a fadiga. Os autores relataram que uma zircônia de segunda geração apenas sinterizada tem menores probabilidades de falha. Os melhores resultados foram obtidos pelos grupos em que a superfície oclusal foi finalizada com aplicação de *glaze* e após o polimento final com borracha diamantada.

Se por um lado o jateamento com óxido de alumínio promove melhor embricamento mecânico; por outro, as microtrincas geradas pela colisão das partículas tem potencial de diminuir as propriedades mecânicas das zircônias (Abdulmajeed et al., 2022; Khanlar et al., 2022; Kim, Ahn, 2021). O estudo de Zucuni et al. (2018) mostra que a transformação de fase tetragonal para monoclinica após o jateamento foi observada apenas nos grupos das zircônias de segunda geração (3Y-TZP). Ainda, na revisão sistemática de Aurélio et al. (2016), é relatado que a resistência à flexão das zircônias 3Y-TZP não foi influenciada negativamente após o jateamento, independentemente dos tamanhos das partículas.

Por não apresentarem mecanismo de tenacificação, as zircônias de terceira geração possuem uma menor resistência à flexão. Assim, a ação do jateamento de partículas de óxido de alumínio reduz significativamente a resistência quando submetidas à fadiga (Cadore-Rodrigues et al., 2021). O estudo de Cadore-Rodrigues et al. (2021) investigou o comportamento uma zircônia (5Y-PSZ) submetida a diferentes tratamentos de superfície através de um teste de resistência flexural à fadiga. Os autores observaram que a aplicação de *glaze* ou deposição de nanofilmes de sílica não prejudicaram a resistência a fadiga. Já o jateamento com partículas de alumina teve efeito danoso na superfície da cerâmica, reduzindo seu comportamento mecânico.

Os trabalhos supracitados avaliaram o efeito de tratamentos modificadores de superfície (indicados para oclusal ou de cimentação) no comportamento mecânico e diferentes zircônias. No entanto, nenhum estudo avaliou se o possível efeito deletério do jateamento nas propriedades mecânicas permanece após a aplicação da camada de caracterização. Além disso, o efeito do tamanho de partículas nas diferentes zircônias ainda não é claro.

3 PROPOSIÇÃO

A presente tese se propôs a explorar o efeito de jateamento com diferentes partículas de óxido de alumínio quando realizado como condicionamento prévio à aplicação da camada de caracterização (*stain* e *glaze*) em zircônias de segunda e terceira gerações. O estudo envolveu análise da resistência adesiva da interface entre os dois materiais, bem como o comportamento mecânico do conjunto.

Parte A

Testar a resistência à flexão de zircônias de 2^a e 3^a geração quando submetidas a diferentes tratamentos de superfície previamente à aplicação da camada de caracterização com *stain* e *glaze*.

Parte B

Testar o comportamento à fadiga de zircônias de 2^a e 3^a geração quando submetidas a diferentes tratamentos de superfície previamente à aplicação da camada de caracterização.

Parte C

Avaliar a resistência de união entre a camada de caracterização e zircônias de 2^a ou 3^a geração quando submetidas a diferentes tratamentos de superfície previamente à aplicação da camada de caracterização.

3.1 As hipóteses testadas foram:

Parte A

H₁: Os grupos com tratamento de superfície prévio à aplicação da camada de

caracterização teriam menores valores de resistência flexural, sendo o grupo apenas polido o mais resistente.

H₀: Não haveria diferença entre as zircônias e os tratamentos de superfície prévios à aplicação da camada de caracterização.

Parte B

H₁: O grupo com o previamente jateado com partículas de óxido de alumínio apresentaria pior comportamento em fadiga.

H₀: O tratamento de superfície prévio a camada de caracterização não apresentará comportamento superior ao grupo sem o tratamento de superfície “oclusal”.

Parte C

H₁: Os grupos com tratamento de superfície prévio à aplicação da camada de caracterização teriam maiores valores de resistência de união (MPa).

H₀: Os tratamentos de superfície prévio a camada de caracterização não apresentará comportamento superior ao grupo sem o tratamento de superfície “oclusal”.

4 MATERIAL E MÉTODOS

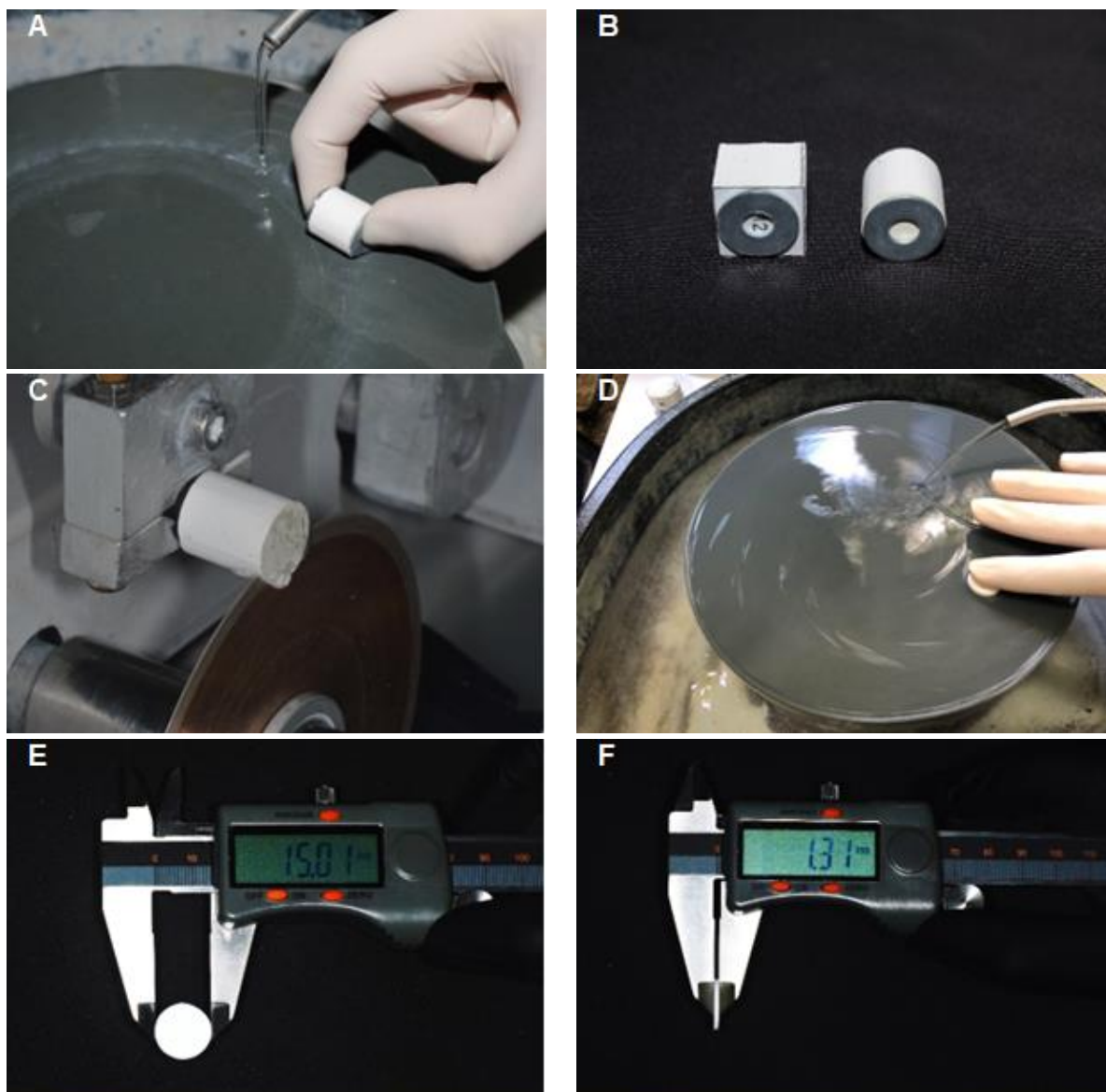
Para melhor compreensão, a tese foi dividida em 3 partes, de acordo com o desfecho analisado. A primeira parte se trata de um estudo de resistência à flexão biaxial das diferentes zircônias. A segunda parte consiste em um estudo de resistência à fadiga cíclica. A terceira parte avaliou a resistência de união entre a camada de caracterização e as diferentes zircônias através do teste de cisalhamento. Análises complementares de superfície pré e pós execução dos testes também foram realizadas.

4.1 Parte A – Estudo de resistência à flexão

4.1.1 Preparação dos espécimes

Blocos pré-sinterizados de uma zircônia 3Y-TZP (HTML, Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão), uma 4Y-PSZ (STML, Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão) e uma 5Y-PSZ (UTML, Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão) foram arredondados em uma máquina politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) com lixas de granulação #600. Os procedimentos foram realizados em água. Foram obtidos cilindros de 15 mm de diâmetro que, em seguida, foram fatiados em discos de 1,3 mm de espessura em uma máquina de corte com disco diamantado sob resfriamento em água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) (Figura 1). Uma superfície de cada disco recebeu polimento com lixas de carbetto de silício de granulação decrescente (#600, #800 e #1200) em uma politriz sob resfriamento em água durante 30 s em cada lixa. Em seguida, os discos foram limpos com álcool isopropílico em banho ultrassônico (5 min) e secos com spray de ar.

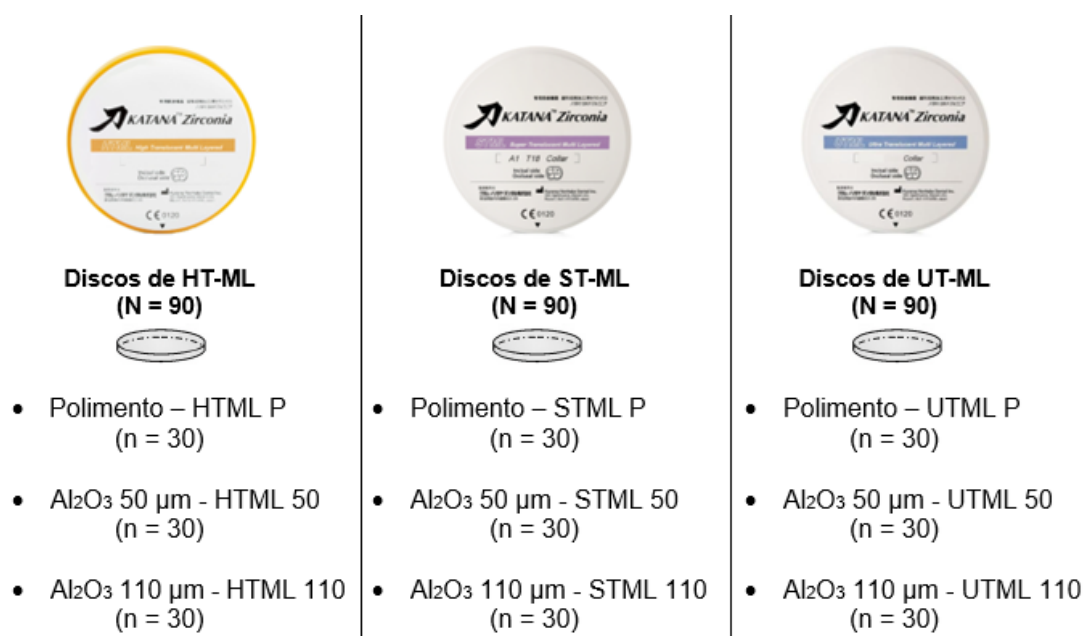
Figura 1 – Confeção dos discos de zircônia



Legenda: a) Preparo dos cilindros; b) Cilindro arredondado; c) Corte em discos; d) Polimento dos discos; e) Diâmetro dos discos; f) Espessura dos discos.
Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 2 mostra os grupos e os procedimentos experimentais envolvidos para o teste de resistência à flexão biaxial. No total, 270 discos foram confeccionados e divididos conforme o tipo de zircônia ($N = 90$) e o tratamento de superfície ($n = 30$).

Figura 2 – Distribuição dos grupos conforme o tipo de zircônia e o tratamento de superfície recebido



Fonte: Elaborada pelo autor.

Todos os espécimes receberam o polimento antes da sinterização. A sinterização foi realizada no forno Sirona inFire HTC speed (Sirona Dentsply, França) conforme os parâmetros indicados pela fabricante das zircônias (Quadro 1). As dimensões finais dos discos de zircônia foram (1 mm espessura x 12 mm de diâmetro).

Quadro 1 – Parâmetros para sinterização das zircônias

Sinterização convencional	UTML / STML	HTML
Alta temperatura	1550 °C	1500 °C
Tempo de espera	2 horas	2 horas
Taxa de aumento de temperatura	10 °C / minuto	10 °C / minuto
Taxa de diminuição de temperatura	10 °C / minuto	10 °C / minuto

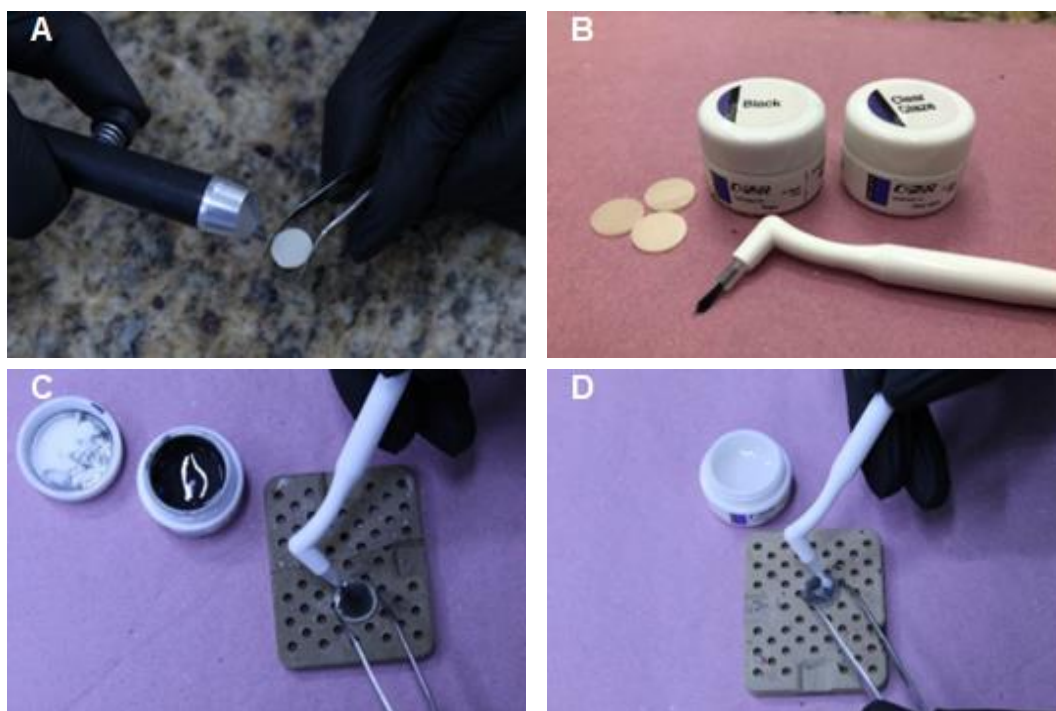
Fonte: Elaborada pelo autor.

Após a sinterização, os discos foram divididos aleatoriamente entre os grupos conforme o tratamento de superfície. Os procedimentos dos grupos jateados com as

partículas de óxido de alumínio foram realizados utilizando 2 bar de pressão a uma distância de 1 cm durante 10 s (Figura 3A). Em seguida, os discos foram limpos com álcool isopropílico em banho ultrassônico durante 5 min.

Após secagem com jato de ar, foi realizada a aplicação de uma fina camada de pigmentação apresentado em forma de pasta (FC Paste Stain black, Kuraray Noritake) distribuído de forma homogênea em toda a superfície de interesse dos discos (Figura 3). Em seguida, foi realizada a queima no forno (Vita Vacumat 40, VITA Zahnfabrik, Alemanha) utilizando os parâmetros da queima de acordo com a fabricante. Após a queima de pigmentação, foi aplicada uma fina camada de *glaze* (Clear Glaze, Kuraray Noritake) seguida da queima no forno utilizando os parâmetros da queima de acordo com a fabricante. A programação das queimas de *stain* e *glaze* são idênticas, sendo taxa de aquecimento de 45°C/min com temperatura final de 750°C, tempo de manutenção de 1 min e tempo de resfriamento de 4 min.

Figura 3 – Jateamento e aplicação da camada de caracterização



Legenda: a) Jateamento dos discos; b) Apresentação do pigmento e *glaze*; c) Aplicação da pigmentação cor preta; d) Aplicação do *glaze*.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.1.2 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Após a caracterização, os discos foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial. Os discos foram posicionados sob as três esferas do dispositivo de flexão biaxial de acordo com a configuração *piston-on-three-balls* (ISO 6872/2015). A ponta aplicadora cilíndrica com a base plana de diâmetro de 1,6 mm foi posicionada no centro do disco para a aplicação da carga. A superfície a ser testada (de tratamento) foi posicionada sob tração (para baixo). Para o teste, foi usada uma máquina de ensaios universal (Emic, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) com uma célula de carga de 1000 KgF. A carga foi aplicada com uma velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer a fratura (Figura 4).

A resistência à flexão (em MPa) foi obtida com as Equações 1, 2 e 3 (ISO 6872/2015).

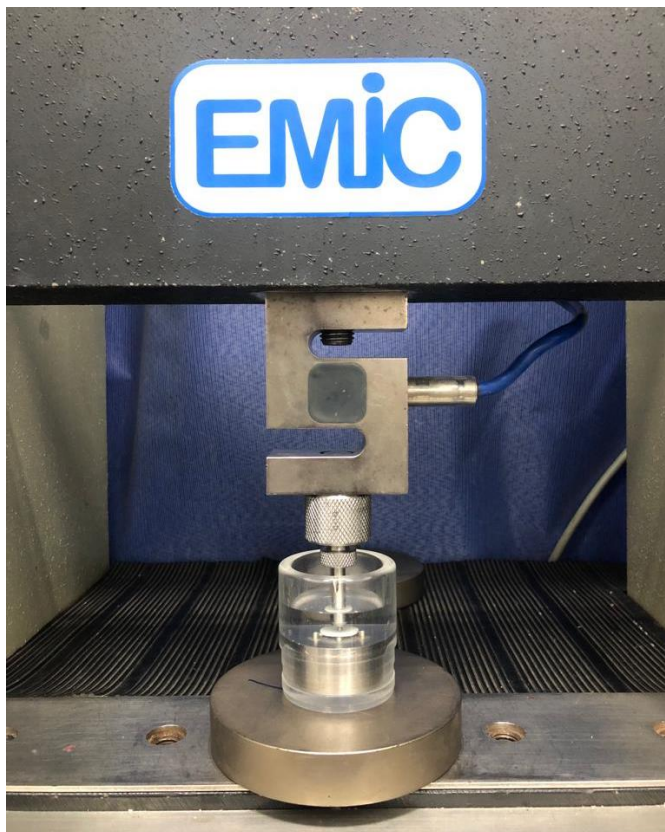
$$\sigma = \frac{-0.2387P(X-Y)}{b^2} \quad (1)$$

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{B}{C} \right)^2 + \left[\frac{(1-\nu)/2}{\left(\frac{B}{C} \right)^2} \right] \quad (2)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{A}{C} \right)^2 \right] + (1 + \nu) \left(\frac{A}{C} \right)^2 \quad (3)$$

sendo P, a carga para fratura; d, a espessura do disco; ν , o coeficiente de Poisson; A, o raio do círculo de suporte das esferas; B, o raio do pistão; C, o raio do disco.

Figura 4 – Ensaio de flexão biaxial



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.3 Análise fractográfica

Após a fratura dos discos, os fragmentos foram analisados em um estereomicroscópio (Discovery V20, CarlZeiss, Jena, Thuringia, Alemanha). Um espécime representativo de cada grupo foi levado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) para determinar as características das fraturas.

4.1.4 Análise dos dados

Os valores de resistência flexural foram submetidos à análise estatística descritiva e tiveram normalidade e homoscedasticidade avaliadas com testes de Shapiro-Wilk e de Levene, respectivamente. O efeito dos fatores material (3Y-TZP,

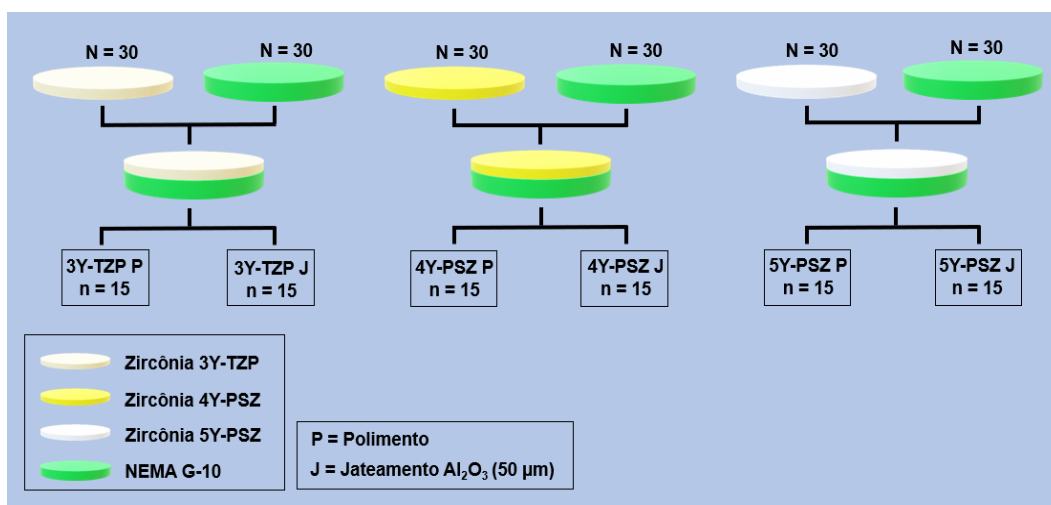
4Y-PSZ ou 5Y-PSZ) e tratamento de superfície (polimento, jateamento com 50 μm ou 110 μm) foi analisado com teste da análise de variância (ANOVA) de dois fatores seguido de teste de Tukey para comparações múltiplas. Os dados também foram submetidos a análise de Weibull para obter os parâmetros resistência característica (valor em que 63,2% dos espécimes falham) e o módulo de Weibull (confiabilidade) de cada grupo, bem como a comparação entre os mesmos. O nível de significância foi estabelecido em 5%.

4.2 Parte B – Estudo de resistência à fadiga

4.2.1 Preparação dos espécimes

Foram confeccionados 90 discos divididos de acordo com o tipo de zircônia, (3Y-TZP N = 30, 4Y-PSZ N = 30 e 5Y-PSZ N = 30) e divididos conforme o tratamento de superfície (Polimento ou Jateamento Al_2O_3 50 μm) (n = 15) (Figura 5). No quadro 2, encontram-se os materiais usados para o teste de fadiga.

Figura 5 – Desenho experimental usado no estudo de fadiga



Fonte: Elaborado pelo autor.

Quadro 2 – Dados dos materiais utilizados no estudo de fadiga

Material / Nome comercial	Fabricante	Lote
3Y-TZP - Katana HTML	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	DXPNH
4Y-PSZ - Katana STML	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	DZGVK
5Y-PSZ - Katana UTML	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	DXXAA
Pigmento - CRZ FC Paste Stain Black	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	ECWDB
Glaze - CRZ FC Clear Glaze	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	ECWEB
Análogo de dentina - NEMA G10	Protec, São Paulo, Brasil	
Cimento resinoso - Multilink Speed	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Z02THB
Silano - Monobond N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Z02M0Y
Ácido fluorídrico 5%	Condac Porcelana, FGM, Joinville, Brasil	100222
Óxido de alumínio (50 µm)	Bio-art, São Carlos, Brasil	2413522
Rocatec Plus (110 µm)	3M ESPE, Saint Paul, EUA	1036301855

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os discos de zircônia foram confeccionados conforme descrito na parte A deste estudo. Foram confeccionados discos de um análogo de dentina composto por resina epóxi e fibra de vidro (NEMA G10) com dimensões 2,5 mm de altura por 12 mm de diâmetro. Os discos foram polidos com lixas de carbetto de silício de granulação decrescente (#600, #800 e #1200) em uma politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento em água durante 30 s em cada lixa. Em seguida, os

discos foram limpos com álcool isopropílico em banho ultrassônico (5 min) e secos com spray de ar. Os discos de G10 foram condicionados com ácido fluorídrico 5% durante 60 s e limpos em água destilada. A superfície de cimentação dos discos de zircônia foram jateados com óxido de alumínio Al_2O_3 (50 μm) a uma distância de 1 cm com 2 bar de pressão durante 10 s. Em seguida, foram limpos em cuba ultrassônica por 5 minutos com álcool isopropílico e secos com jato de ar.

A superfície de cimentação dos discos de NEMA G10 e dos discos de zircônia foram submetidos a aplicação vigorosa do silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) por 10 s, deixando agir durante 1 min após aplicação. Todos os grupos receberam o mesmo tratamento na superfície de cimentação.

O cimento resinoso (Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi manipulado e aplicado sobre a superfície de cimentação dos discos cerâmicos, que foram posicionados sobre os discos de NEMA G10. Uma carga axial de 750 g foi posicionada sobre os espécimes com auxílio de um delineador visando a padronização da camada de cimento. O excesso de cimento foi removido com aplicador descartável (microbrush). A fotoativação foi realizada com o fotopolimerizador diodo emissor de luz (Valo LED, Ultradent; South Jordan, UT, EUA) com intensidade de 1400 mW/cm². Em cada uma das quatro faces do espécime, foi realizada uma fotoativação de 20 s. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37 °C de 3 a 7 dias previamente ao teste de fadiga.

4.2.2 Ensaio de fadiga Stepwise

Os espécimes foram submetidos ao teste de fadiga pelo método *stepwise* em uma máquina específica (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, Estados Unidos). Nesse método, incrementos de cargas cíclicas são aplicados nos espécimes até a detecção de trincas (falha) ou até atingir o número de ciclos pré-determinado.

A configuração do teste consistiu em aplicação de carga axial no centro do espécime com um pistão hemisférico com 40 mm de diâmetro (Kelly, 1999). Uma fita adesiva (110 μm) foi colocada entre o pistão e a superfície cerâmica do espécime para

distribuição de tensões. Os testes foram realizados submersos em água destilada.

O teste foi iniciado com uma carga inicial de 400 N por 10.000 ciclos a uma frequência de 20 Hz. Após o término de um *step* de 10.000 ciclos, os espécimes eram avaliados quanto a presença de trincas. Se uma trinca fosse detectada, o teste estava finalizado e classificada como falha. Caso não ocorresse a trinca, mais um *step* seria realizado com acréscimo de 10.000 ciclos com incremento de carga de 100 N. Os incrementos foram realizados até a falha.

4.2.3 Análise dos dados

Os dados para carga de falha em fadiga (FFL) e o número de ciclos para falha (CFF) obtidas para cada grupo foram submetidos a análise de sobrevivência pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (Log-Rank). O nível de significância foi estabelecido em 5%.

4.3 Parte C – Estudo de resistência de união

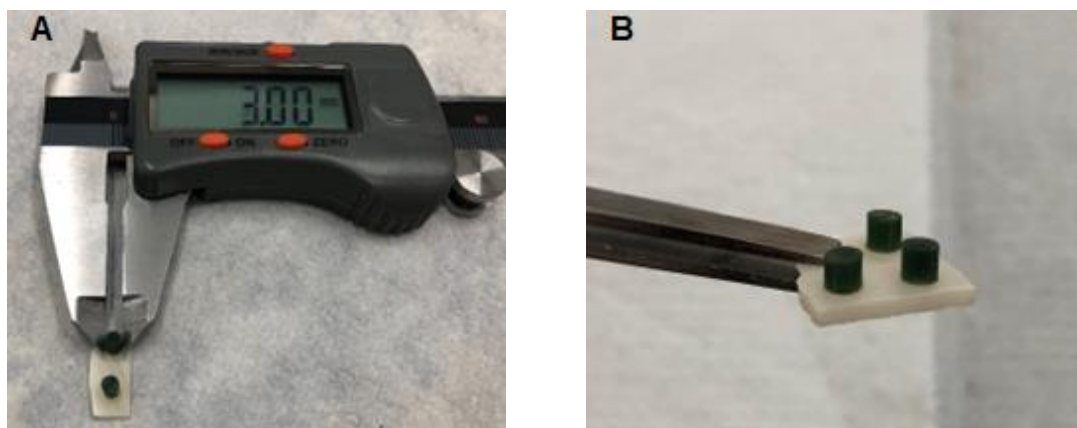
4.3.1 Preparação dos espécimes

Blocos pré-sinterizados das zircônias (3Y-TZP, 4Y-PSZ e 5Y-PSZ, Kuraray Noritake) foram fatiados em, aproximadamente, 2 mm de espessura em uma máquina de corte sob resfriamento em água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA). As superfícies “oclusais” de todas as fatias foram polidas com lixas de carbetto de silício de granulação decrescente (#600, #800 e #1200) em uma politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento em água durante 30 s cada lixa. Em seguida, os discos foram limpos com álcool isopropílico em banho ultrassônico (5 min).

As fatias foram sinterizadas conforme a recomendação do fabricante descrito no Quadro 1 (mesmo protocolo das partes A e B deste estudo). As fatias receberam os mesmos tratamentos de superfície descritos na “parte A” (polimento, jateamento

com 50 μm ou 110 μm). As fatias das zircônias receberam cilindros de cera (3 mm de diâmetro e 4 mm de altura) na superfície que foi realizada o tratamento de superfície, como demonstrado na Figura 6.

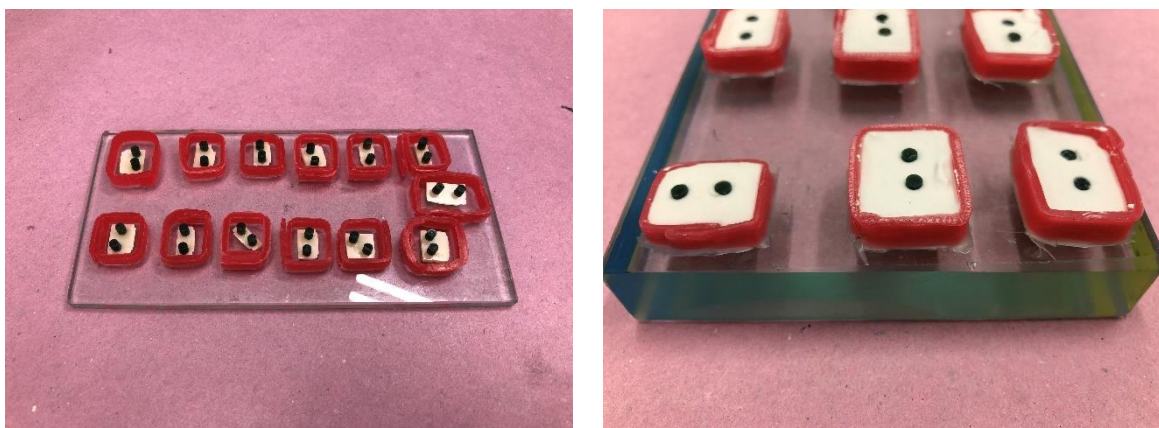
Figura 6 – Cilindros posicionados sobre a superfície das zircônias



Legenda: Legenda: a) Diâmetro do cilindro de cera; b) Cilindros sobre a superfície das zircônias.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Após a fixação dos cilindros de cera na superfície das zircônias, os conjuntos foram dispostos sobre uma placa de vidro e circundados por uma lâmina de cera 7 aderida à placa de vidro. Em seguida, o revestimento (Bellavest SH, Bego, Alemanha) foi manipulado com água destilada e vertido dentro dos limites da cera sem que se recobrisse totalmente os cilindros (Figura 7).

Figura 7 – Aplicação do revestimento com zircônias e cera no interior



Legenda: Legenda: a) Conjunto zircônias e cilindros de cera sob placa de vidro; b) Revestimento aplicado formando caixas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Após o tempo de presa recomendado pelo fabricante do revestimento (2 h), as caixas foram levadas ao forno para a remoção da cera por evaporação a uma temperatura de 700 °C durante 30 minutos, e o tempo de espera para resfriamento de 1 hora. Assim, foi-se obtido um espaço sobre a superfície das zircônias de um cilindro de 3 mm de diâmetro com 4 mm de altura (Figura 8).

Figura 8 – Espécimes após a remoção da cera em forno



Legenda: Legenda: Espécime após a remoção da cera em forno.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Então, foi aplicado uma fina camada de *stain* seguida de *glaze* dentro do espaço cilíndrico obtido. Foram realizadas queimas em forno específico conforme descrito na parte A desse estudo. Foram realizadas 3 queimas até a obtenção da altura de, aproximadamente, 4 mm (Figura 9).

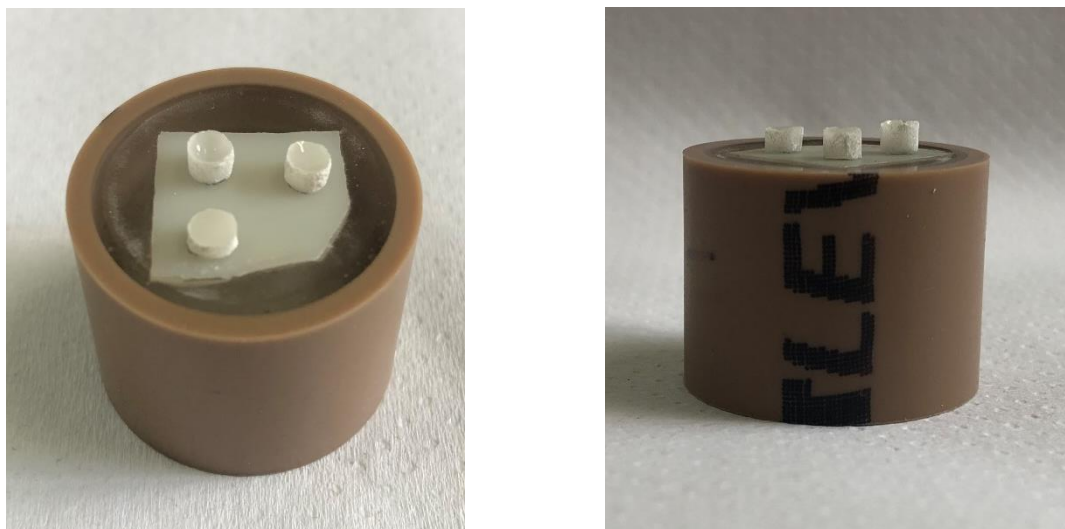
Figura 9 – Cilindros confeccionados de *stain* e *glaze*



Fonte: Elaborada pelo autor.

Após a confecção dos cilindros da camada de caracterização sobre a superfície das zircônias, o revestimento foi cuidadosamente com brocas diamantadas. Os espécimes foram incluídos em tubos de pvc com resina acrílica (Figura 10). Após a inclusão, os espécimes ficaram imersos em água destilada a 37 °C durante 24 h em uma estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) previamente à realização do teste de resistência de união ao cisalhamento.

Figura 10 - Espécimes foram incluídos em tubos de pvc com resina acrílica



Legenda: Legenda: a) Espécime incluído em cano de PVC com resina acrílica; b) Vista frontal do espécime incluído demonstrando o paralelismo para o teste de cisalhamento.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.2 Teste de resistência de união ao cisalhamento

Para o teste de cisalhamento (SBS), o espécime era posicionado justaposto a um aplicador de carga em “ponta de faca” (Figura 11). Esse tipo de aplicador foi escolhido após um teste piloto, em que o fio ortodôntico rompia antes da finalização do teste.

Para o ensaio, foi usada a máquina de ensaios universal DL 2000 (EMIC, São José dos Pinhais, Paraná Brasil), com uma célula de carga de 100 kgf. A carga foi aplicada perpendicularmente à interface zircônia/maquiagem com velocidade de 0,5 mm/min até a falha. A resistência de união (em MPa) foi obtida utilizando a Equação (4).

$$SBS = \frac{F}{\pi r^2} \quad (4)$$

Onde SBS é a resistência de união ao cisalhamento (MPa), F é a carga de falha (N), r é o raio do cilindro (mm) e $\pi = 3,14$.

Figura 11 – Realização do teste de cisalhamento na máquina EMIC

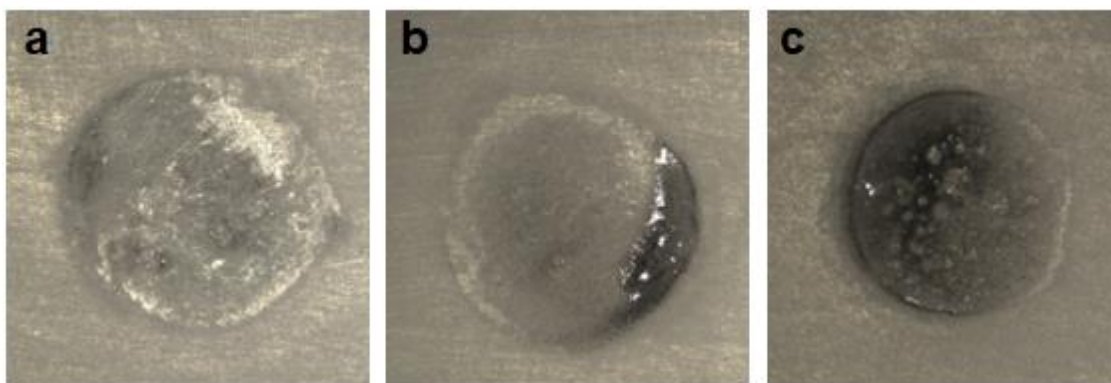


Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.3 Análise de falhas

Após o ensaio, os espécimes foram analisados em um estereomicroscópio (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Alemanha) com aumento de 50x para determinação dos tipos de falhas (Figura 12).

Figura 12 – Representação da classificação dos tipos de falhas



Legenda: a) falha adesiva, ausência de pigmento (preto) na superfície da zircônia; b) predominantemente adesiva (quantidade inferior a 40 % de *stain* na zircônia); c) coesiva da camada de caracterização (presença de *stain* em toda superfície da zircônia;

Fonte: Elaborada pelo autor

- a) Adesiva - ausência de *stain* (preto) na superfície da zircônia;
- b) Predominantemente adesiva - quantidade inferior a 40 % de *stain* na zircônia
- c) Coesiva da camada de caracterização - presença de *stain* em formato cilíndrico na superfície da zircônia;

4.3.4 Análise de dados

Os valores de resistência de união foram submetidos à análise estatística descritiva e tiveram normalidade e homoscedasticidade avaliadas com testes de Shapiro-Wilk e de Levene, respectivamente. Os dados foram submetidos ao teste de análise de variância (ANOVA) dois fatores (material*tratamento de superfície) e teste de Tukey para comparações múltiplas. O nível de significância foi estabelecido em 5%.

4.4 Caracterização Topográfica

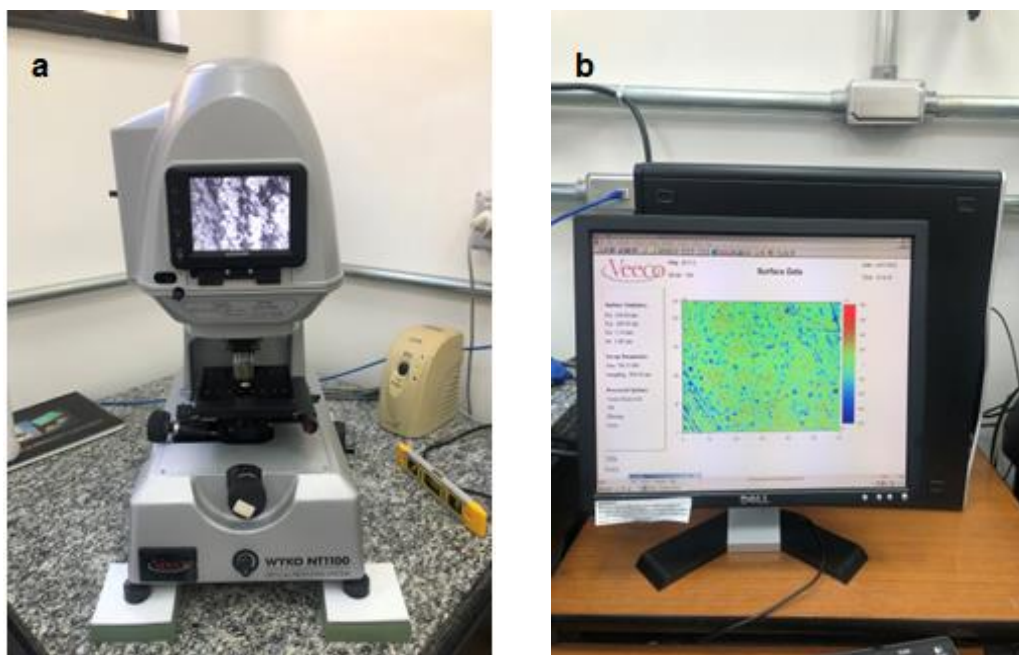
4.4.1 Rugosidade

Dez espécimes de cada grupo foram avaliados quanto ao padrão da superfície após os tratamentos de superfície com um rugosímetro de contato (Mitutoyo Corporation, Tóquio, Japão). Foram realizadas seis leituras por espécime, sendo duas paralelas em posições diferentes. O parâmetro usado foi amplitude Ra (média aritmética dos valores absolutos de picos e vales em relação a um plano médio). As leituras foram realizadas utilizando comprimento de amostragem (*cut-off*) de 0,8 mm (ISO 4287-1997). Após as leituras, foram obtidas médias de rugosidade para cada espécime. A análise estatística foi realizada no *software* MINITAB (version 16.1.0, Minitab, State College, Pensilvânia, EUA). A normalidade e homocedasticidade dos dados foram avaliadas com testes de Shapiro-Wilk e de Levene, respectivamente. Os dados foram submetidos ao teste de análise de variância (ANOVA) dois fatores (material*tratamento de superfície) e teste de Tukey para comparações múltiplas. O nível de significância foi estabelecido em 5%.

4.4.2 Perfilometria

Uma amostra representativa de cada grupo experimental foi avaliada em um perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, EUA) para obtenção da topografia da superfície das zircônias após os diferentes tratamentos de superfície. Os dados foram obtidos pelo perfilômetro e transferidos para um computador com um *software* Wyko Vision 32 (Veeco, Tucson, EUA). Imagens tridimensionais dos espécimes foram geradas pelo *software* (Figura 13).

Figura 13 – Perfilômetro óptico digital



Legenda: a) perfilômetro de contato; b) computador com *software* Wyco em execução
Fonte: Elaborada pelo autor

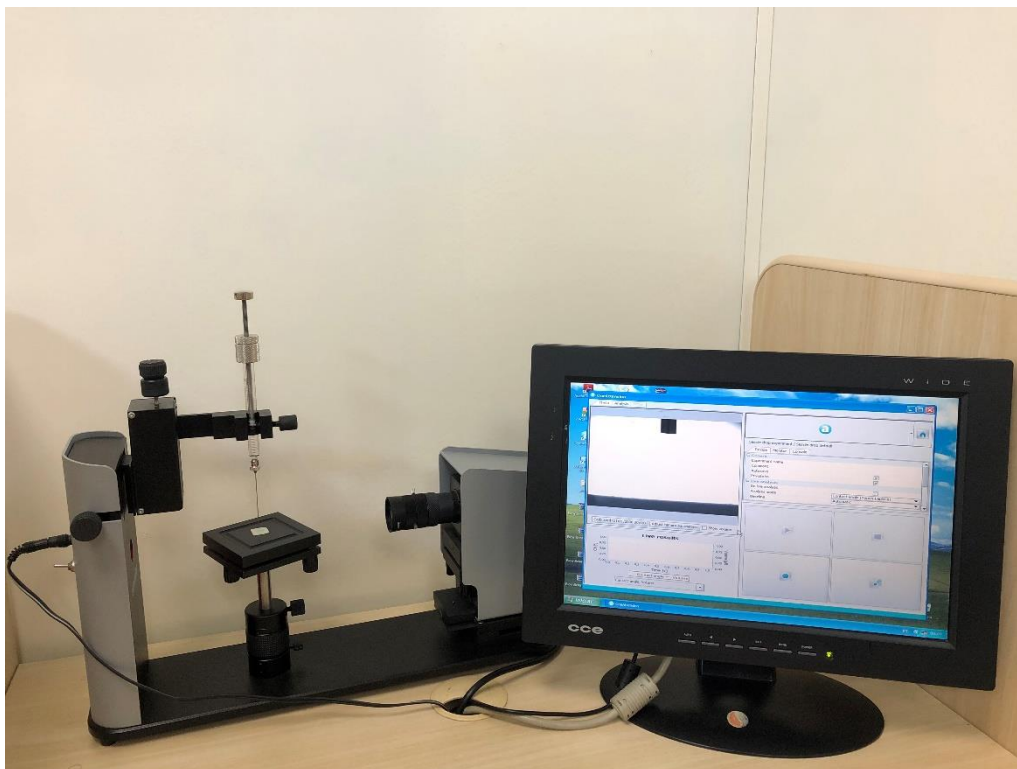
4.4.3 Ângulo de contato

Dez espécimes de cada grupo experimental foram selecionados aleatoriamente para análise de ângulo de contato. O ângulo de contato é formado pelo encontro formado pelo plano tangente a gota de um líquido e o plano que contém o líquido e substrato. As análises foram realizadas em um goniômetro (Attension, Biolin Scientific, Estocolmo, Suécia) utilizando a técnica da gota sésnil. Para isso, uma gota de 2 μ l de água deionizada foi aplicada perpendicularmente sobre a superfície dos espécimes (90°) com uma microseringa em velocidade constante. Uma lente de baixo aumento acoplada ao equipamento foi utilizada para captação das imagens (Figura 14). O processamento dos ângulos formados foi realizado através de um *software* específico (One Attension, Biolin Scientific, Estocolmo, Suécia).

Os dados obtidos com as análises de ângulo de contato foram submetidos à análise estatística no *software* MINITAB (version 16.1.0, Minitab, State College, Pensilvânia, EUA). A normalidade (teste de Shapiro-Wilk) e homoscedasticidade

(teste de Levene) dos dados foram avaliadas previamente ao teste de análise de variância (ANOVA) dois fatores (material*tratamento de superfície) e teste de Tukey (comparações múltiplas). O nível de significância foi estabelecido em 5%.

Figura 14 – Ensaio de ângulo de contato



Fonte: Elaborada pelo autor.

5 RESULTADOS

5.1 Parte A – Estudo de resistência à flexão

A tabela 1 apresenta os resultados obtidos após o ensaio de resistência a flexão biaxial. Os fatores material e tratamento de superfície tiveram efeito estatisticamente significativo no desfecho resistência flexural (ambos $p < 0,001$), bem como a interação entre os fatores ($p < 0,001$). Como esperado, a 3Y-TZP apresentou os maiores valores de resistência, seguido da 4Y-PSZ e 5Y-PSZ. Para a 3Y-TZP, o polimento levou aos maiores valores, enquanto 50 μm e 110 μm geraram resultados semelhantes entre si. Para 4Y- e 5Y-PSZ, o polimento levou aos maiores resultados de resistência flexural, seguido de jateamento com 50 μm e 110 μm .

Tendência semelhante foi encontrada nos resultados de resistência característica, em que o polimento levou aos resultados maiores em relação aos grupos que foram submetidos aos jateamentos. A Figura 13 apresenta as probabilidades de falha de cada grupo em função da carga aplicada, evidenciando o desempenho superior das zircônias 3Y-TZP. O módulo de Weibull do grupo 3Y-TZP polimento foi significativamente maior que o grupo 5Y-PSZ 110 μm . Os demais grupos apresentaram confiabilidade semelhante entre si e aos dois grupos recém mencionados.

Tabela 1 – Médias e medidas de dispersão de resistência flexural, resistência característica e módulo de Weibull obtidos para cada grupo experimental

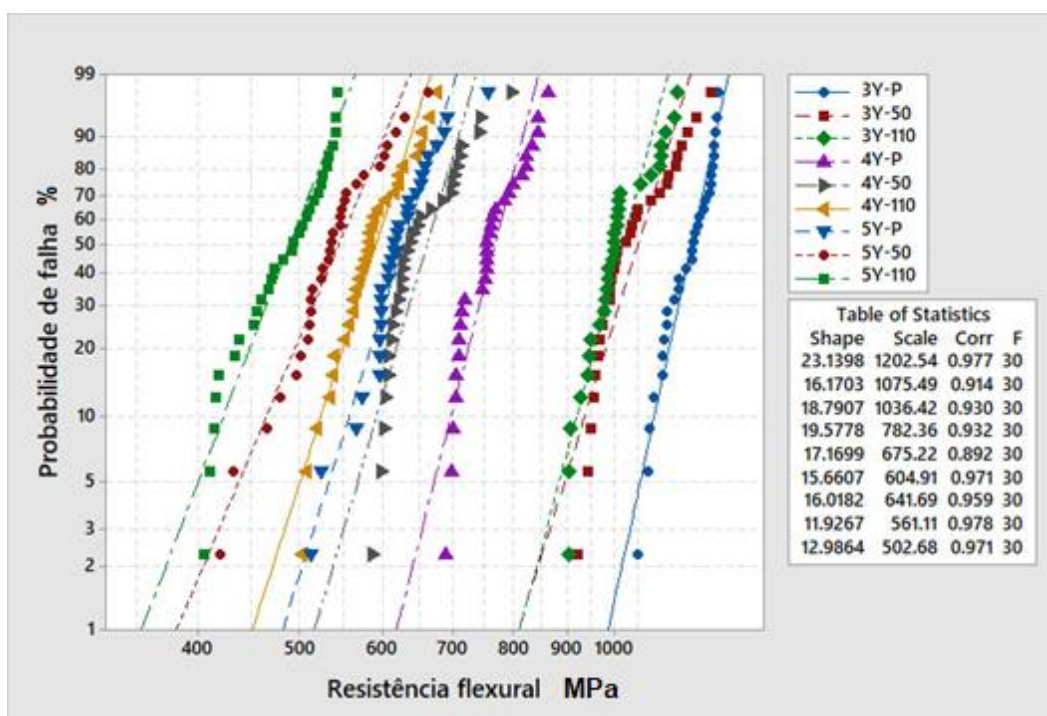
Grupos	Resistência flexural* (MPa)	Resistência característica** (MPa)	Módulo de Weibull**
3Y-TZP P	1175,71 (60,47) ^{Aa}	1202,54 (1183,11-1222,28) ^A	23,14 (17,04-31,42) ^A
3Y-TZP 50	1042,67 (84,78) ^{Ab}	1075,49 (1049,53-1102,10) ^B	16,17 (13,45-19,44) ^{AB}
3Y-TZP 110	1008,67 (68,86) ^{Ac}	1036,42 (1014,98-1058,32) ^B	18,79 (15,47-22,82) ^{AB}
4Y-PSZ P	762,16 (49,60) ^{Ba}	782,36 (766,94-798,09) ^C	19,58 (15,95-24,03) ^{AB}
4Y-PSZ 50	655,79 (51,83) ^{Bb}	675,22 (659,70-691,11) ^{DF}	17,17 (14,75-19,99) ^{AB}
4Y-PSZ 110	585,67 (45,37) ^{Bc}	604,91 (590,25-619,93) ^E	15,66 (12,52-19,59) ^{AB}
5Y-PSZ P	621,73 (47,61) ^{Ca}	641,69 (626,37-657,39) ^F	16,02 (13,53-18,96) ^{AB}
5Y-PSZ 50	538,39 (53,79) ^{Cb}	561,11 (543,39-579,40) ^G	11,93 (9,59-14,83) ^{AB}
5Y-PSZ 110	483,79 (44,22) ^{Cc}	502,68 (488,30-517,49) ^H	12,99 (9,62-17,54) ^{BC}

*Resistência flexural: Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as cerâmicas dentro de cada nível do fator tratamento de superfície e letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os tratamentos dentro de cada nível do fator material (ANOVA dois fatores e teste de Tukey, $p < 0,05$).

**Parâmetros de Weibull: Letras diferentes dentro de toda coluna indicam diferenças entre os grupos experimentais comparados com análise de Weibull.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 15 – Probabilidade de falha de cada grupo experimental em função da resistência aplicada obtidos pela análise de Weibull

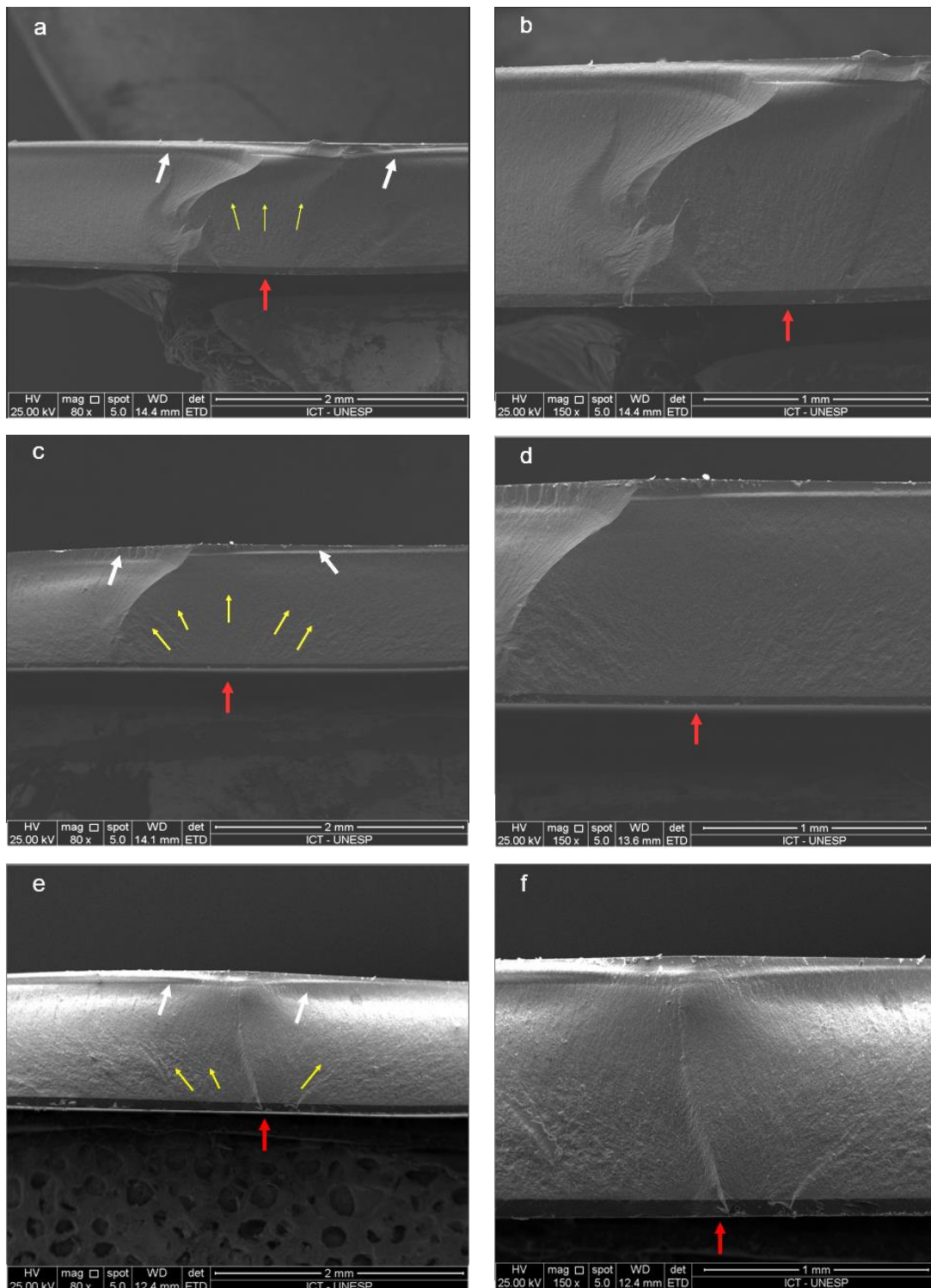


Fonte: Elaborada pelo autor.

5.1.1 Análise Fractográfica

A análise fractográfica apontou que as falhas foram desencadeadas da superfície de tração (setas vermelhas, Figura 16, 17 e 18). Os defeitos originadores das falhas foram devido ao tratamento de superfície ou defeitos causados durante a confecção dos espécimes.

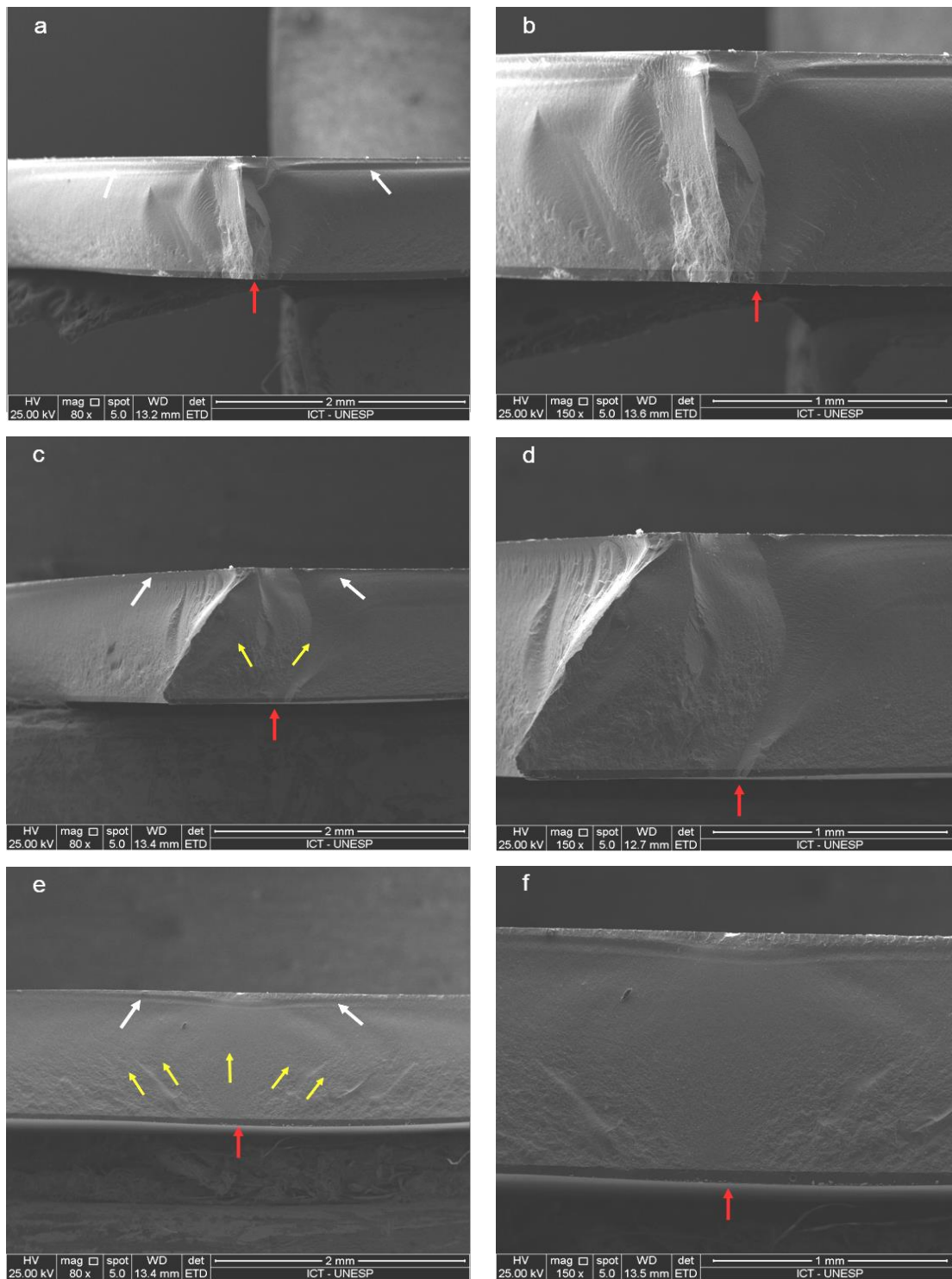
Figura 16 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados dos grupos 3Y-TZP



Legendas: Aumentos de 80 X (à esquerda) e 150 X (à direita). As setas amarelas indicam a direção de propagação da fratura e as setas vermelhas indicam o local de origem das fraturas e a seta branca indica uma curva de compressão (*compression curl*). a) e b) 3Y-TZP P; c) e d) 3Y-TZP 50µm; e) e f) 3Y-TZP 110 µm.

Fonte: Elaborado pelo autor.

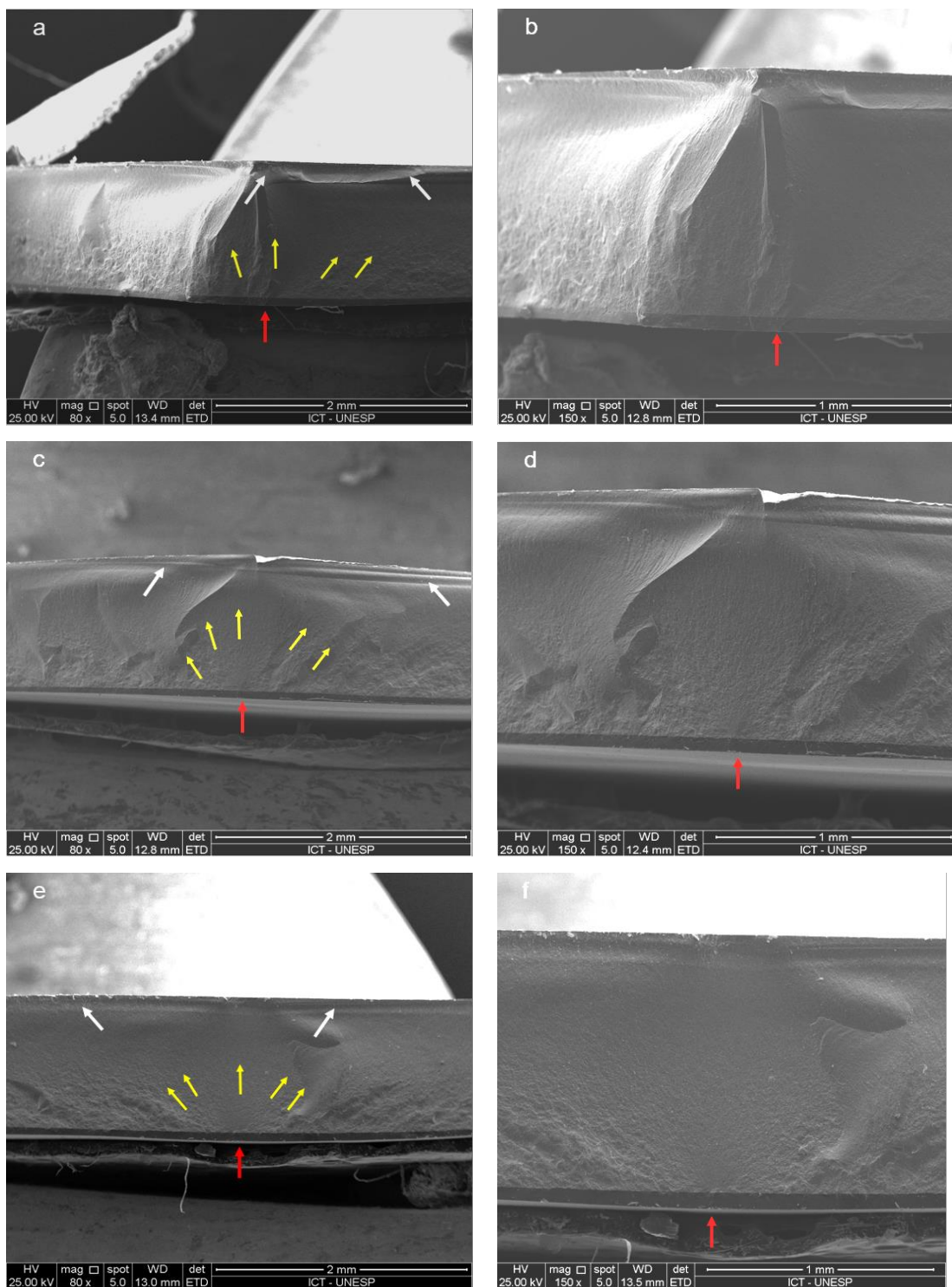
Figura 17 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados dos grupos 4Y-PSZ



Legendas: Aumentos de 80 X (à esquerda) e 150 X (à direita). As setas amarelas indicam a direção de propagação da fratura e as setas vermelhas indicam o local de origem das fraturas e a seta branca indica uma curva de compressão (*compression curl*). a) e b) 4Y-PSZ P; c) e d) 4Y-PSZ 50 μ m; e) e f) 4Y-PSZ 110 μ m.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 18 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados dos grupos 5Y-PSZ



Legendas: Aumentos de 80 X (à esquerda) e 150 X (à direita). As setas amarelas indicam a direção de propagação da fratura e as setas vermelhas indicam o local de origem das fraturas e a seta branca indica uma curva de compressão (*compression curl*). a) e b) 5Y-PSZ P; c) e d) 5Y-PSZ 50 μm ; e) e f) 5Y-PSZ 110 μm .

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Parte B – Estudo de resistência à fadiga

A tabela 2 apresenta os resultados de carga para falha em fadiga (FFL) e número de ciclos para falha em fadiga (CFF) obtidos pelo teste de fadiga cíclica. A 3Y-TZP atingiu os maiores valores de FFL. No entanto, o jateamento diminuiu FFL e CFF de todos os materiais quando comparados aos seus homólogos que receberam polimento. Dentre as zircônias de terceira geração, o grupo 4Y-P apresentou melhor comportamento em fadiga. Após jateamento, a 4Y-PSZ apresentou resultados comparáveis a uma 5Y-PSZ tratada com polimento ou jateamento. As mesmas diferenças estatísticas foram observadas para o desfecho ciclos para falha em fadiga. As figuras 19 e 20 apresentam a probabilidade de sobrevivência de cada grupo em relação à carga aplicada e ao número de ciclos, respectivamente. Os gráficos evidenciam o comportamento superior da 3Y-TZP e o efeito deletério do jateamento no comportamento a fadiga de todos os materiais.

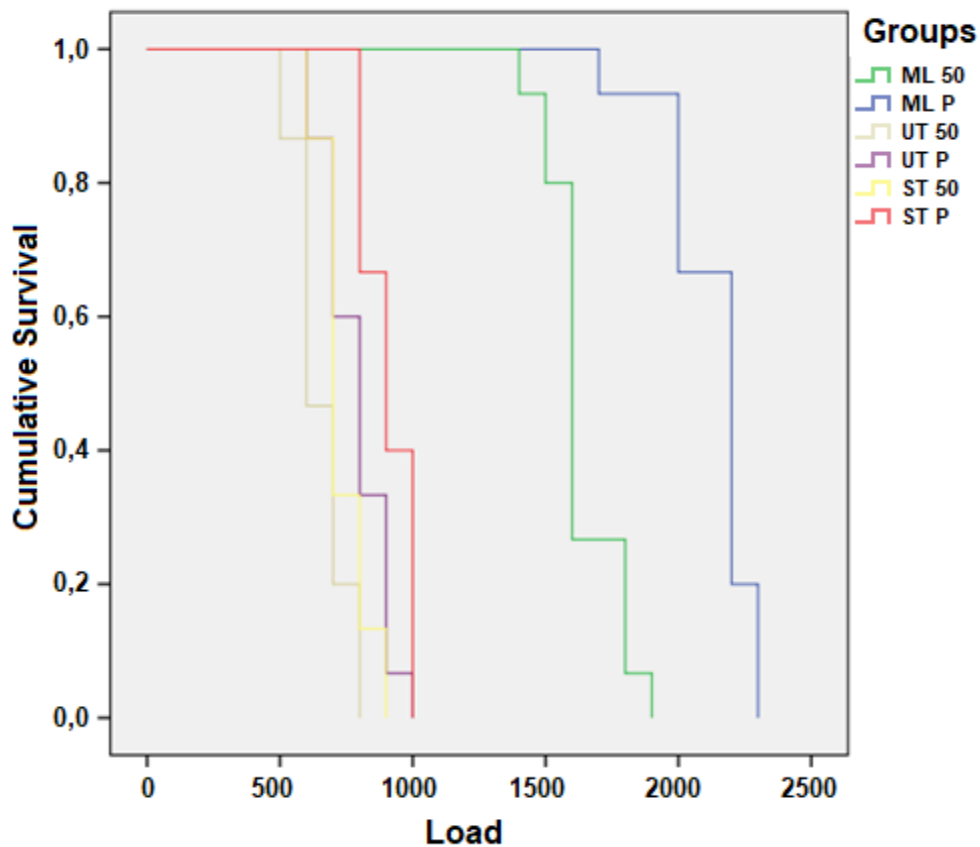
Tabela 2 – Resultados para o teste de fadiga *stepwise*

Grupos	Carga para falha em fadiga (N)	Ciclos para falha em fadiga
3Y P	2133.33 (42.16) ^A	183333.33 (4216.37) ^A
3Y 50	1633.33 (34.73) ^B	133333.33 (3473.25) ^B
4Y P	906.67 (22.82) ^C	60666.67 (2281.74) ^C
4Y 50	733.33 (23.23) ^{DE}	43333.33 (2323.11) ^{DE}
5Y P	786.67 (30.65) ^D	48666.67 (3065.42) ^D
5Y 50	653.33 (25.57) ^E	34666.67 (2737.16) ^E

Legenda: Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre os grupos experimentais (Log-Rank e Holm-Sidak, $p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

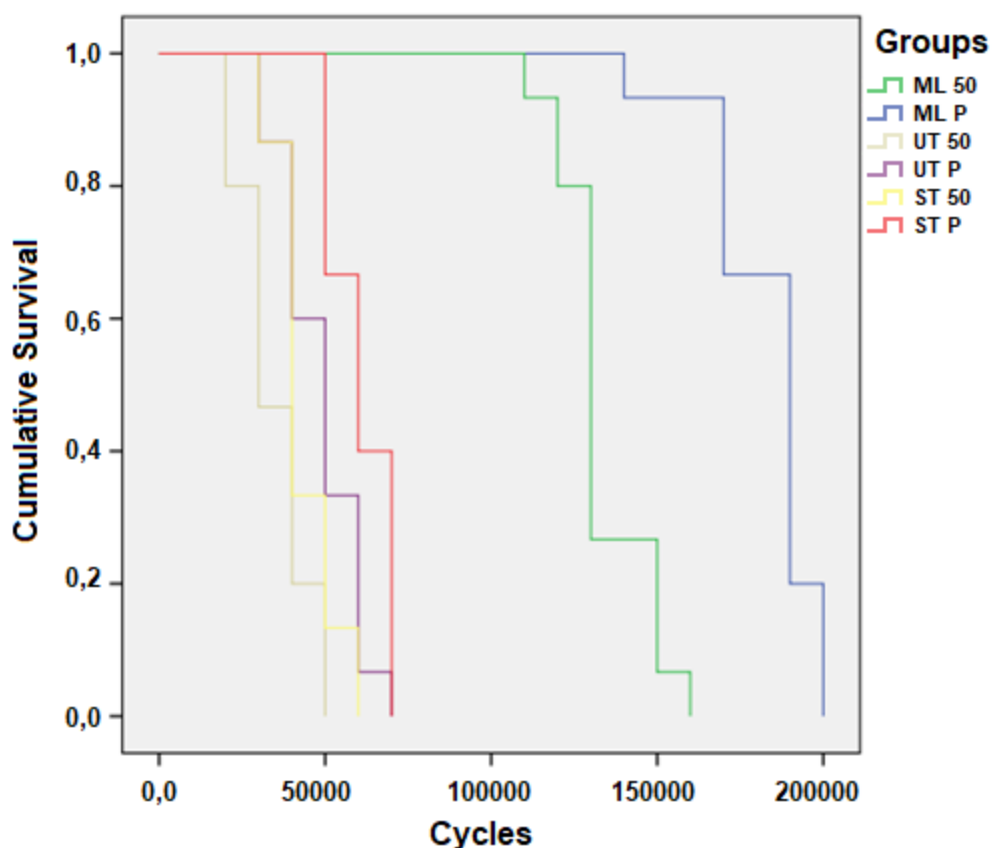
Figura 19 – Gráfico de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox para carga de falha por fadiga (em N)



Legenda: Cores distintas demonstram grupos diferentes.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 20 – Gráfico de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox para o número de ciclos para falha



Legenda: Cores distintas demonstram grupos diferentes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Parte C – Estudo de resistência de união

As médias e desvios-padrões de resistência de união entre a camada de caracterização e as zircônias obtidas para cada grupo experimental são apresentadas na Tabela 3. O fator material não afetou significativamente o desfecho ($p = 0,944$). Entretanto, foi observado efeito estatisticamente significativo do fator tratamento de superfície ($p = 0,001$). Não houve interação significativa entre os fatores ($p = 928$). Para todos os materiais, o jateamento com partículas de Al_2O_3 de $110 \mu m$ levou aos maiores valores de adesão, seguido do jateamento com partículas de $50 \mu m$ e do polimento, cujos grupos atingiram os menores resultados. A figura 21 apresenta a distribuição dos tipos de falhas entre os grupos. As falhas mais frequentes foram do tipo coesiva da camada de caracterização.

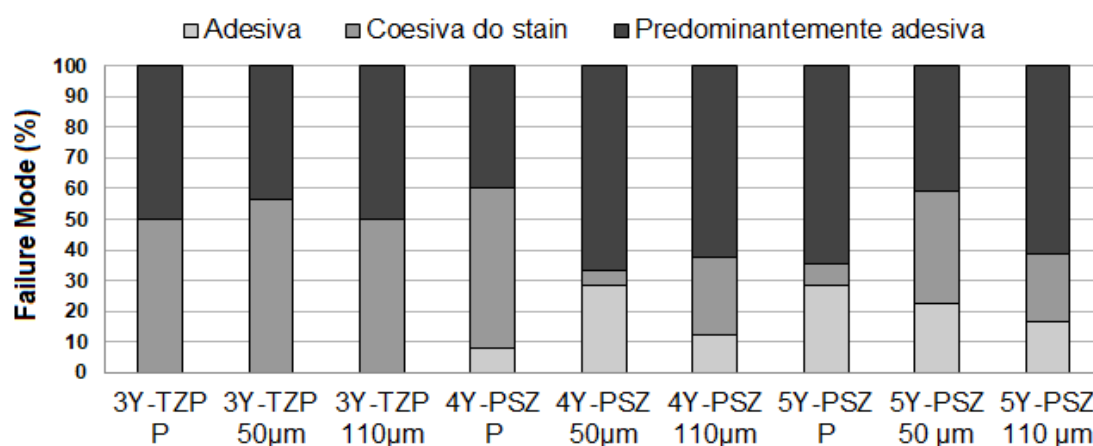
Tabela 3 – Médias e desvios-padrões de resistência de união ao cisalhamento (em MPa) obtidos para cada grupo experimental

	Polimento	50 μm	110 μm
3Y-TZP	17,90 (2,14) ^{Ca}	21,81 (2,74) ^{Ba}	26,36 (4,29) ^{Aa}
4Y-PSZ	18,48 (1,96) ^{Ca}	22,14 (2,63) ^{Ba}	25,90 (3,95) ^{Aa}
5Y-PSZ	18,74 (2,64) ^{Ca}	22,30 (2,73) ^{Ba}	25,73 (5,07) ^{Aa}

Letras maiúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre os níveis do fator tratamento para cada material. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os níveis do fator material dentro de cada tratamento (ANOVA dois fatores, teste de Tukey $p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 21 – Distribuição dos tipos de falhas para o teste de cisalhamento



Fonte: Elaborado pelo autor

5.4 Caracterização topográfica

5.4.1 Rugosidade

A tabela 4 apresenta os resultados de rugosidade média obtidos para cada grupo experimental. Os fatores material e tratamento de superfície tiveram efeito

estatisticamente significativo em Ra ($p = 0,000$ e $p = 0,000$, respetivamente). A interação entre os fatores também foi significativa ($p = 0,000$). Os grupos que foram polidos apresentaram os menores valores de Ra e foram semelhantes entre si quando comparados os grupos polidos dos três materiais testados. Para todas as zircônias, o jateamento com partículas de 110 μm gerou maiores valores de rugosidade, seguido de jateamento com partículas de 50 μm . Dentre os grupos jateados com partículas de 50 μm , a 3Y-TZP atingiu menores valores de rugosidade, enquanto os valores de 4Y- e 5Y-PSZ foram semelhantes. No entanto, dentre os grupos jateados com partículas de 110 μm , foi observada diferença estatística entre todos os materiais, sendo $5Y\text{-PSZ} > 4Y\text{-PSZ} > 3Y\text{-TZP}$.

Tabela 4 – Médias e desvios-padrões de rugosidade média (Ra) (μm) obtidos para cada grupo experimental

	Polimento	50 μm	110 μm
3Y-TZP	0,061 (0,01) ^{Ca}	0,373 (0,08) ^{Bb}	0,588 (0,05) ^{Ac}
4Y-PSZ	0,056 (0,006) ^{Ca}	0,449 (0,07) ^{Ba}	0,711 (0,02) ^{Ab}
5Y-PSZ	0,05 (0,007) ^{Ca}	0,461 (0,10) ^{Ba}	0,882 (0,09) ^{Aa}

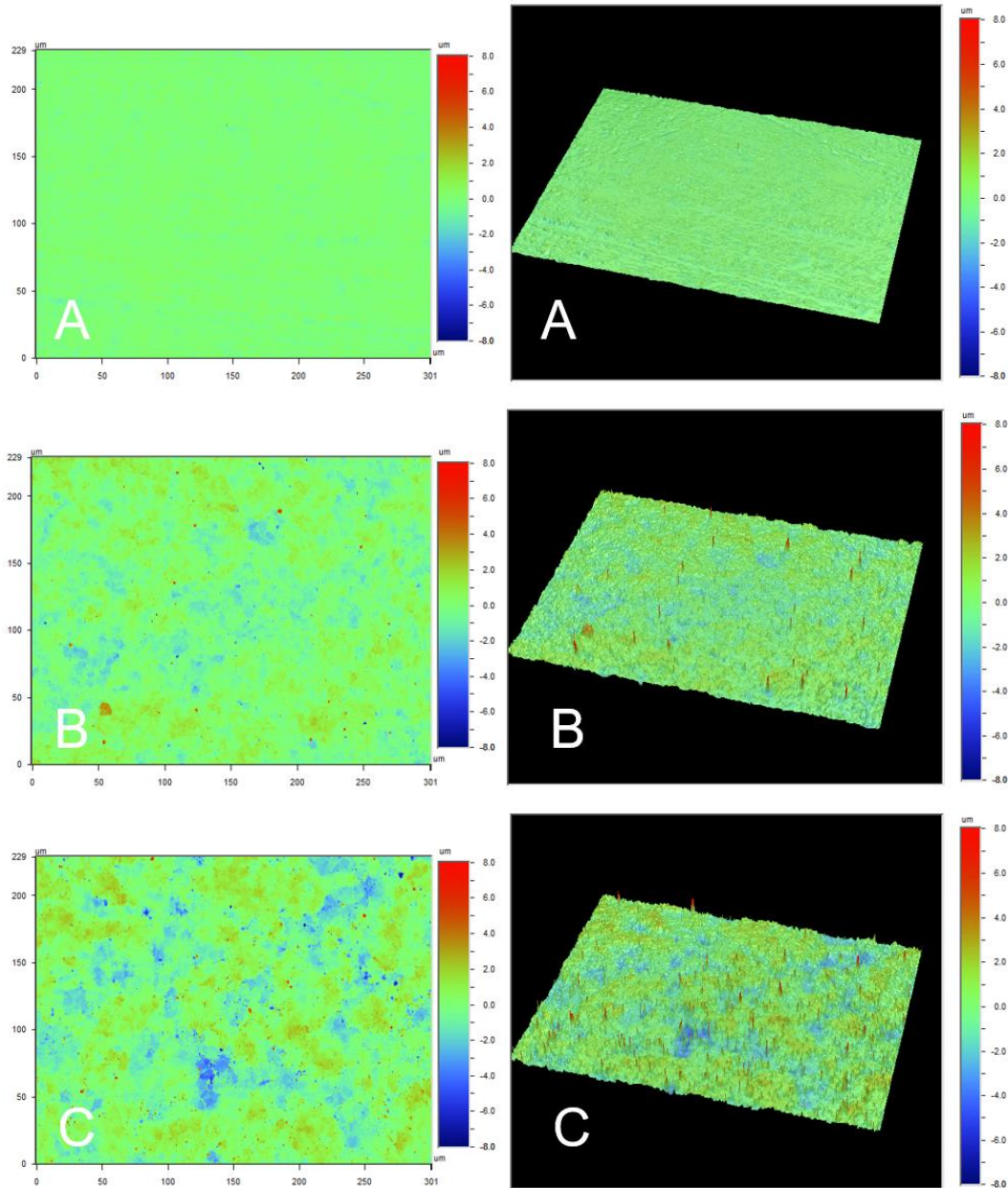
Letras maiúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre os níveis do fator tratamento para cada material. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os níveis do fator material dentro de cada tratamento (ANOVA dois fatores, teste de Tukey $p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4.3 Perfilometria óptica

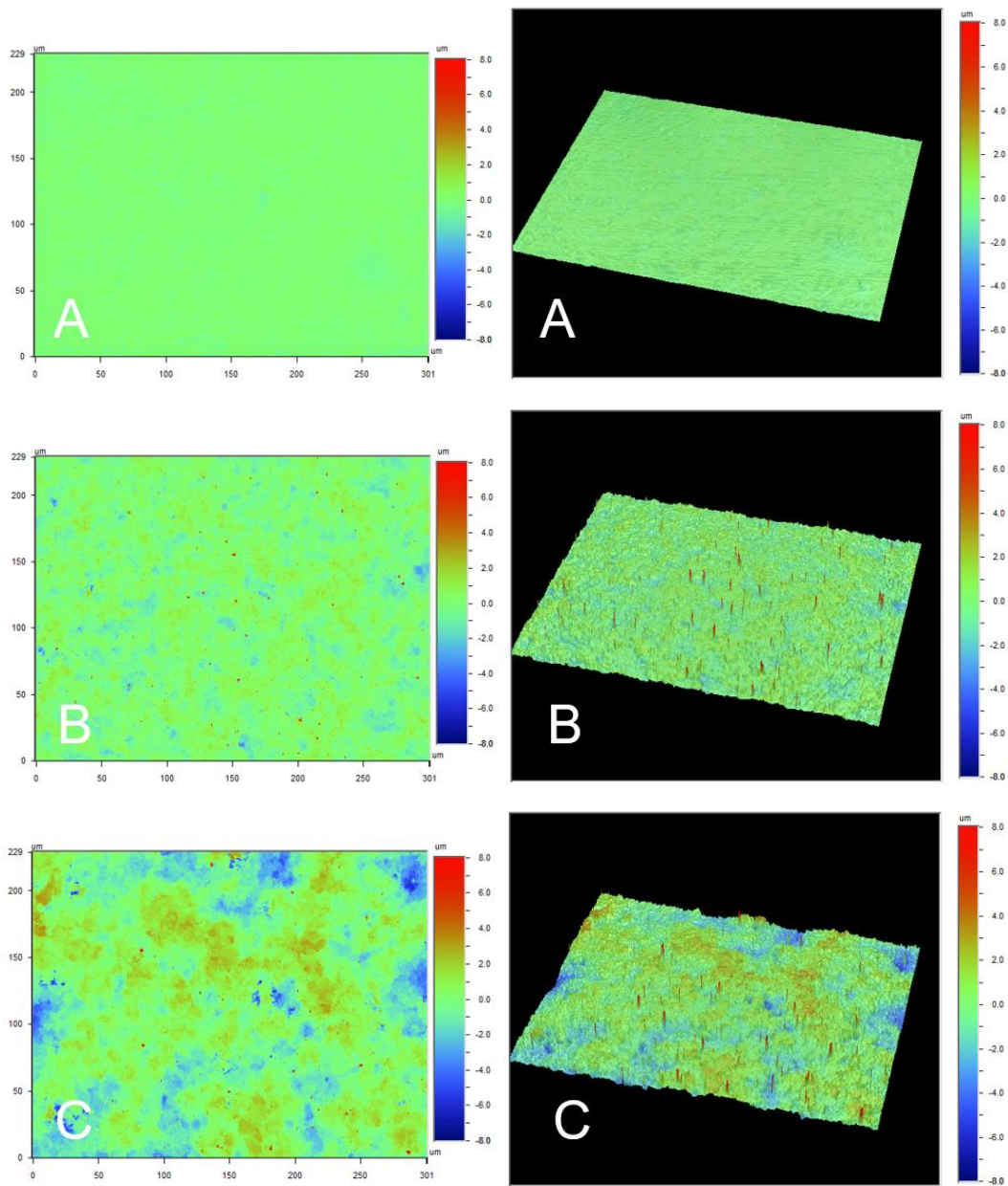
As figuras 22, 23 e 24 apresentam as imagens obtidas em perfilometria óptica digital em 2D (esquerda) e 3D (direita) para cada grupo. A superfície dos grupos jateados com Al_2O_3 apresentam vales e picos maiores. A superfície dos espécimes dos grupos 3Y-TZP P, 4Y-PSZ P e 5Y-PSZ P apresentam uma regularidade e menores picos e vales.

Figura 22 – Perfilometria 2D (esquerda) e 3D (direita) das superfícies das zircônias 3Y-TZP com os diferentes tratamentos de superfície



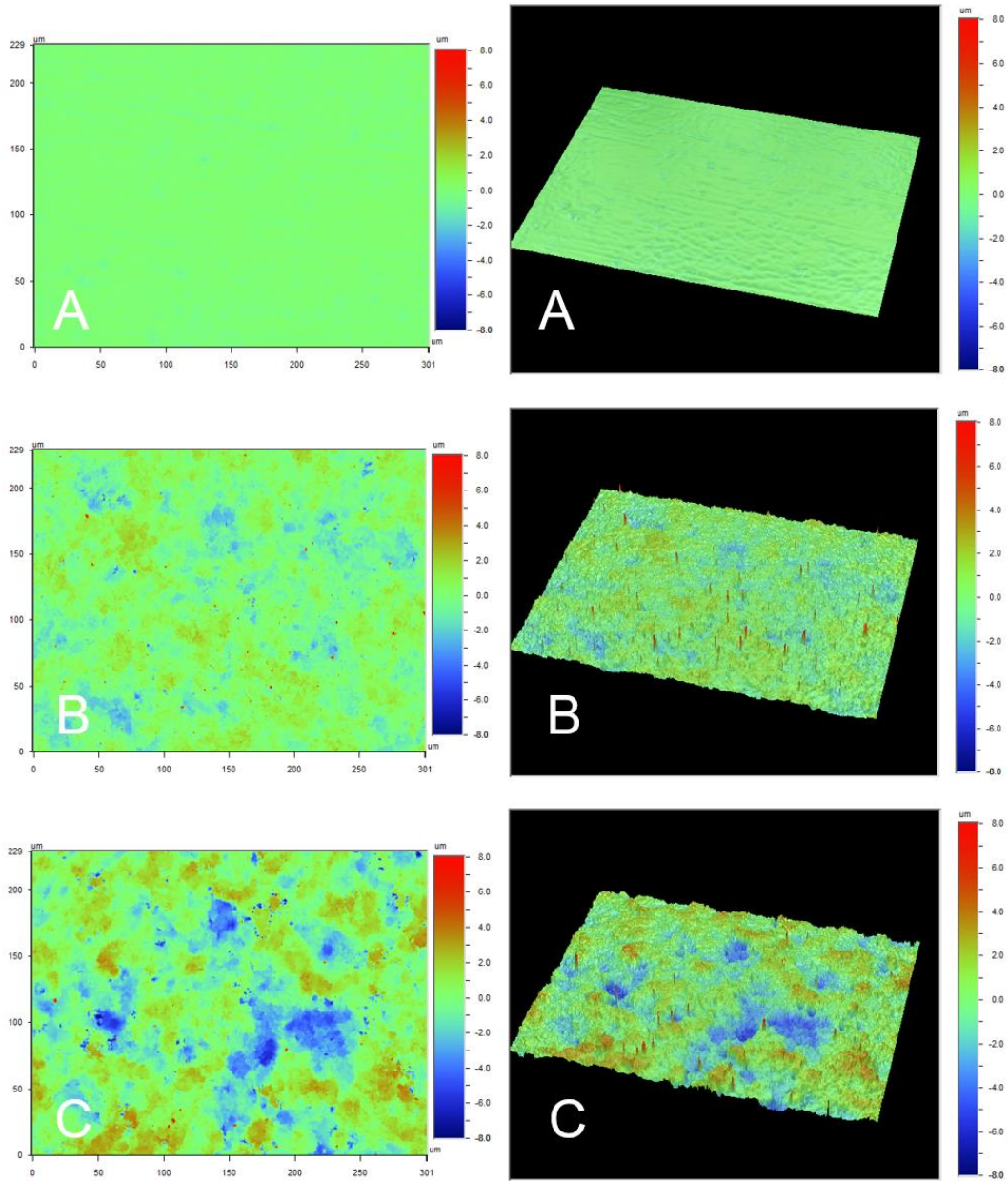
Legenda: Legenda: a) 3Y-TZP P; b) 3y-TZP 50 μm ; c) 3Y-TZP 110 μm .
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 23 – Perfilometria 2D (esquerda) e 3D (direita) das superfícies das zircônias 4Y-PSZ com os diferentes tratamentos de superfície



Legenda: Legenda: a) 4Y- PSZ; b) 4Y-PSZ 50 μ m; c) 4Y-PSZ 110 μ m.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 24 – Perfilometria 2D (esquerda) e 3D (direita) das superfícies das zircônias 5Y-PSZ com os diferentes tratamentos de superfície



Legenda: Legenda: a) 5Y- PSZ; b) 5Y-PSZ 50µm; c) 5Y-PSZ 110 µm.
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4.4 Ângulo de contato

As médias e desvios-padrões dos valores de ângulo de contato obtidos para cada grupo experimental estão apresentados na tabela 5. A figura 25 mostra as imagens representativas para os grupos testados durante o teste. O fator material não afetou significativamente o desfecho ângulo de contato ($p = 0,064$). Também não houve interação significativa entre os fatores material e tratamento de superfície ($p = 0,905$). No entanto, foi observada influência estatisticamente significativa do fator tratamento de superfície ($p < 0,001$). Os grupos não jateados (polimento) apresentaram os maiores valores de ângulo de contato, independente do material cerâmico. Para todos os materiais, o jateamento com partículas de 110 μm levaram aos menores ângulos de contato, que foram estatisticamente diferentes dos grupos jateados com 50 μm .

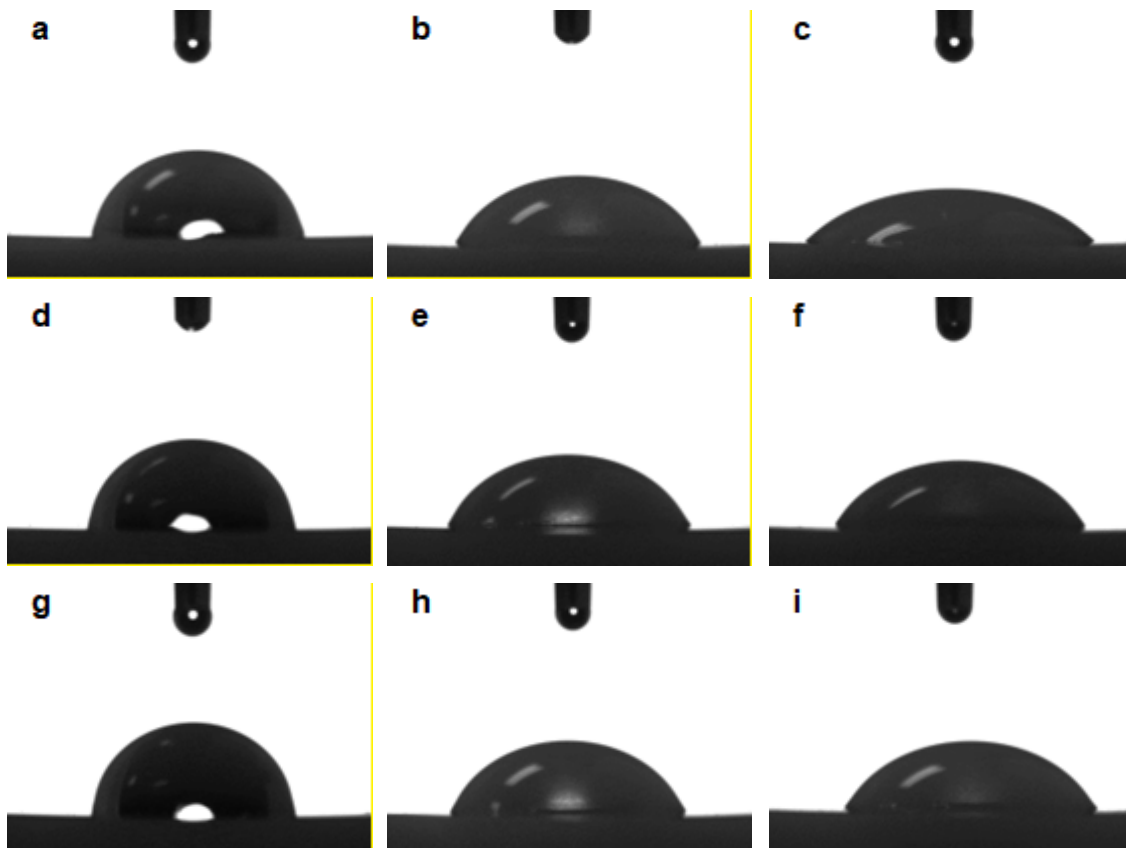
Tabela 5 – Médias e desvios-padrões de ângulo de contato (em graus) obtidos para cada grupo experimental

	Polimento	50 μm	110 μm
3Y-TZP	82,75 (3,14) ^{Aa}	59,61 (4,95) ^{Ba}	53,85 (5,29) ^{Ca}
4Y-PSZ	83,47 (3,00) ^{Aa}	61,73 (3,68) ^{Ba}	53,33 (3,10) ^{Ca}
5Y-PSZ	80,91 (2,60) ^{Aa}	58,60 (4,56) ^{Ba}	51,58 (4,64) ^{Ca}

Letras maiúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre os níveis do fator tratamento para cada material. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os níveis do fator material dentro de cada tratamento (ANOVA dois fatores, teste de Tukey $p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 25 – Imagens obtidas durante a execução do teste de goniometria



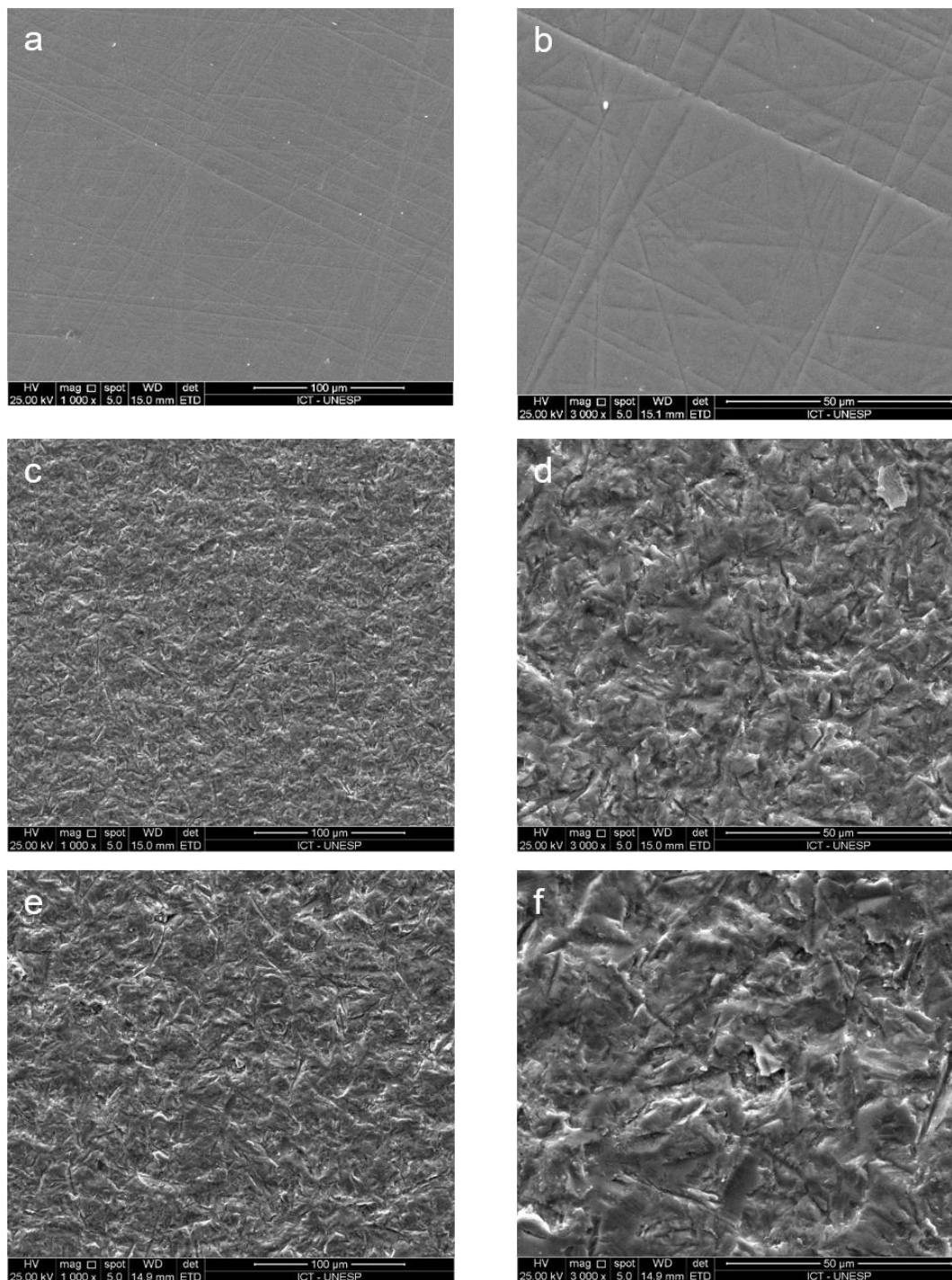
Legenda: a) Gota sob a superfície da 3Y-TZP polida; b) Gota sob a superfície da 3Y-TZP jateada com Al_2O_3 50 μm ; c) Gota sob a superfície da 3Y-TZP jateada com Al_2O_3 110 μm ; d) Gota sob a superfície da 4Y-PSZ polida; e) Gota sob a superfície da 4Y-PSZ jateada com Al_2O_3 50 μm ; f) Gota sob a superfície da 4Y-PSZ jateada com Al_2O_3 110 μm ; g) Gota sob a superfície da 5Y-PSZ polida; h) Gota sob a superfície da 5Y-PSZ jateada com Al_2O_3 50 μm ; i) Gota sob a superfície da 5Y-PSZ jateada com Al_2O_3 110 μm .

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4.5 Microscopia eletrônica de varredura

As micrografias das figuras (26, 27 e 28) das superfícies polidas (a e b) apresentaram ranhuras do polimento durante a confecção dos espécimes. As superfícies dos grupos jateados com Al_2O_3 110 μm mostram maiores defeitos e irregularidades quando comparado com os grupos jateados com o Al_2O_3 50 μm . Através das imagens de MEV, não é possível visualizar diferenças nos defeitos causados pelo mesmo tratamento em diferentes materiais.

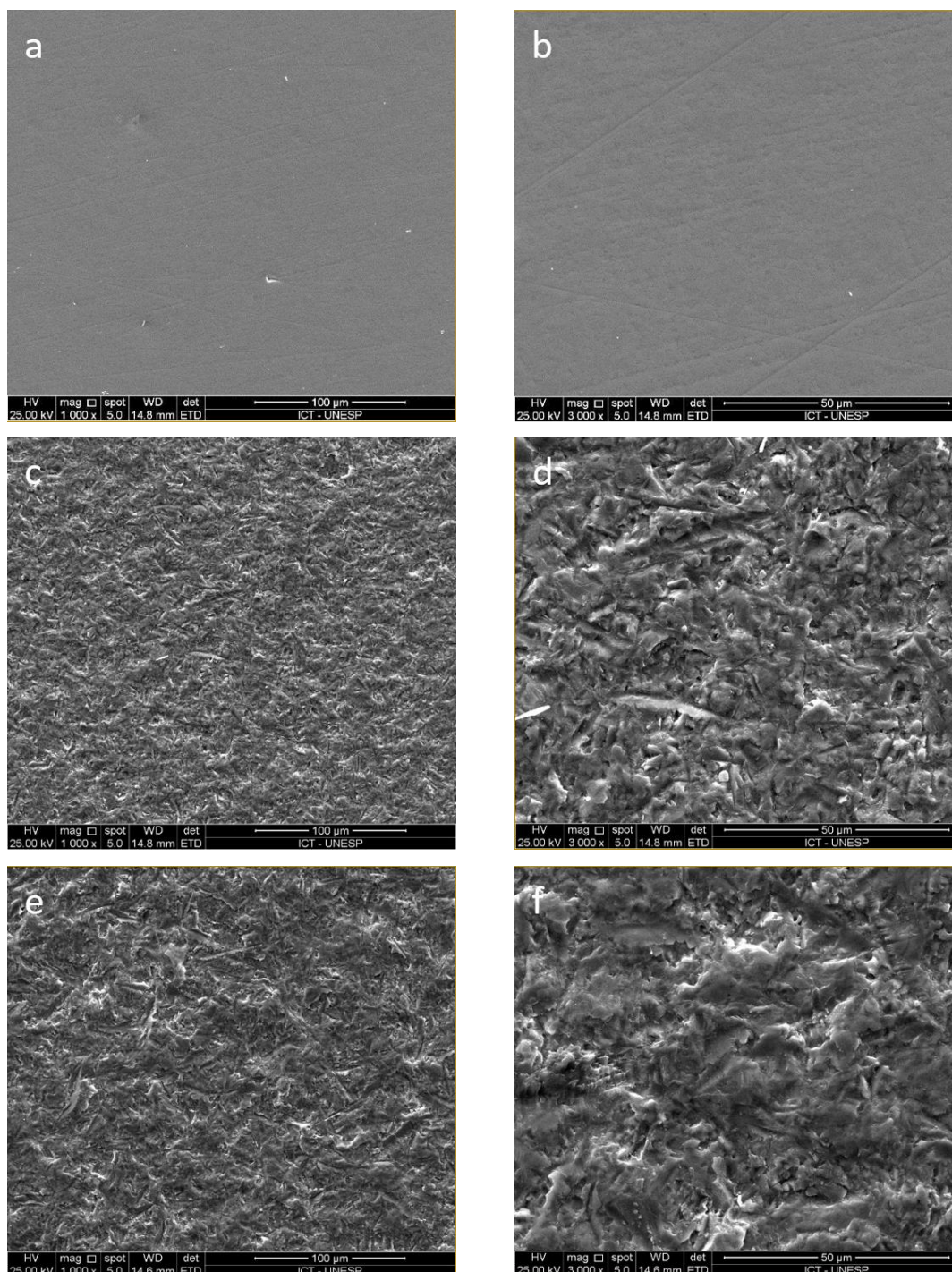
Figura 26 – Micrografias representativas da superfície dos espécimes dos grupos 3Y-TZP a 1000 X (esquerda) e 3000 X (direita)



Legendas: Aumentos de 1000 X (à esquerda) e 3000 X (à direita). a) e b) 3Y-TZP P; c) e d) 3Y-TZP 50µm; e) e f) 3Y-TZP 110 µm.

Fonte: Elaborada pelo autor.

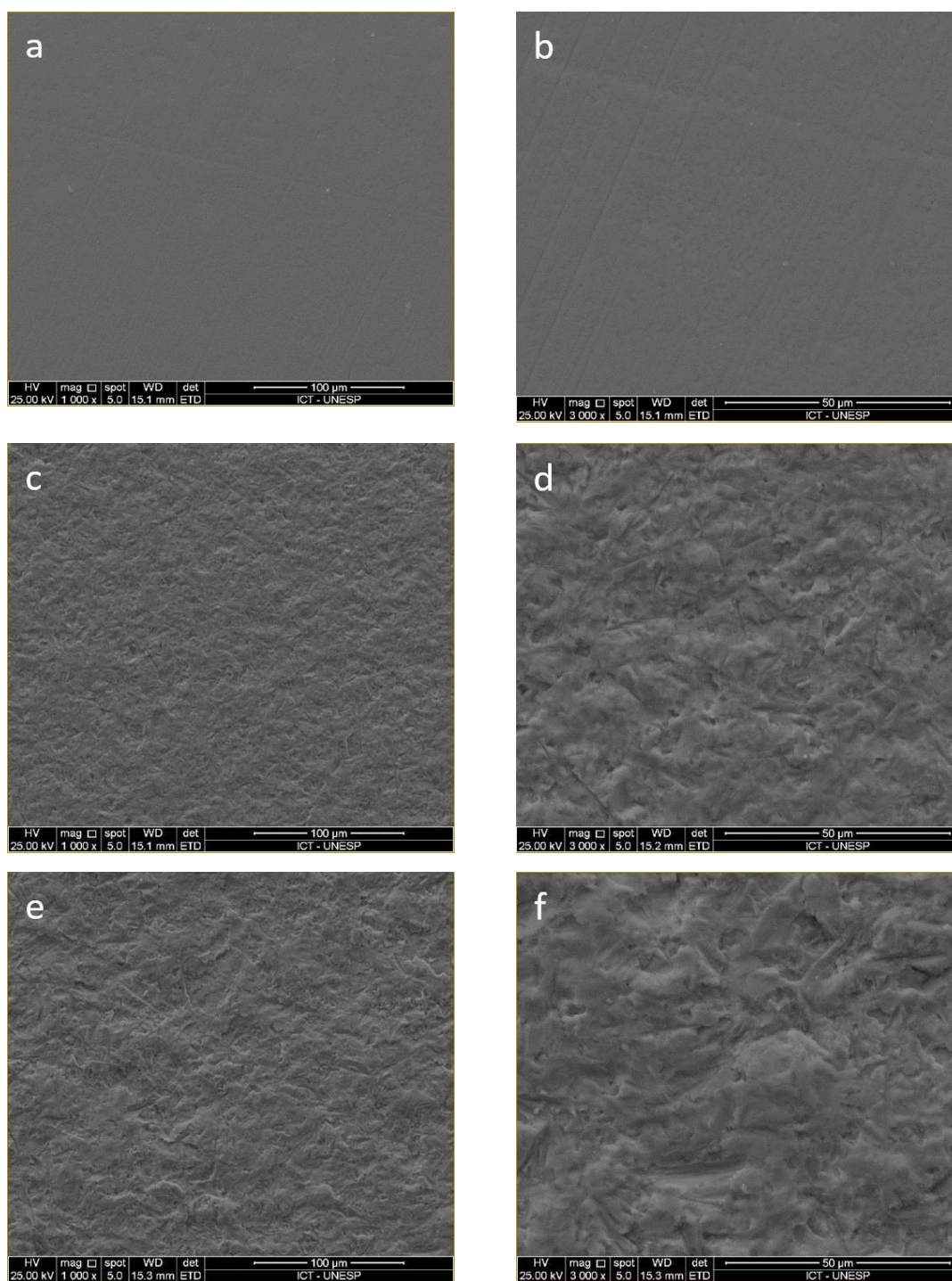
Figura 27 – Micrografias representativas da superfície dos espécimes dos grupos 4Y-PSZ a 1000 X (esquerda) e 3000 X (direita)



Legendas: Aumentos de 1000 X (à esquerda) e 3000 X (à direita). a) e b) 4Y-PSZ P; c) e d) 4Y-PSZ 50µm; e) e f) 4Y-PSZ 110 µm.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 28 – Micrografias representativas dos espécimes dos grupos 5Y- PSZ



Legendas: Aumentos de 1000 X (à esquerda) e 3000 X (à direita). a) e b) 5Y-PSZ P; c) e d) 5Y-PSZ 50μm; e) e f) 5Y-PSZ 110 μm.

Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

A discussão deste trabalho foi dividida de acordo com os resultados das partes A, B e C desse estudo, sendo essas os estudos de resistência à flexão, resistência à fadiga e resistência de união, para o melhor entendimento do leitor. As análises complementares são discutidas dentro dos tópicos supracitados.

6.1 Parte A: Teste de resistência a flexão

Neste estudo, foi investigada a resistência à flexão biaxial de zircônias de segunda e terceira gerações submetidas a diferentes tratamentos de superfície previamente à aplicação da camada de caracterização (*stain* seguida de glaze). Os resultados mostraram que a 3Y-TZP sem jateamento prévio à camada de caracterização atingiu os maiores valores de resistência flexural, resistência característica e maior confiabilidade.

O jateamento com partículas de Al_2O_3 realizado previamente à aplicação da camada de caracterização reduziu a resistência flexural das três zircônias estudadas, o que fez com a primeira hipótese testada fosse aceita. As zircônias 3Y-TZP são constituídas de ~57,3 w% de fase tetragonal (Inokoshi et al., 2021), o que proporciona as elevadas características mecânicas. Mesmo com essas características, os defeitos causados pelo jateamento foram capazes de diminuir as propriedades mecânicas desse material neste estudo. No estudo de Inokoshi et al. (2021) o jateamento afetou negativamente apenas o grupo com a zircônia 5Y-PSZ, no entanto, os grupos com zircônias 3Y-TZP e 4Y-PSZ tiveram um aumento na resistência a flexão. Sabe-se que o jateamento pode causar transformação de fase ($t \rightarrow m$) em 3Y-TZP, o que estaria relacionado com aumento de resistência flexural pós-jateamento (Inokoshi et al., 2021). No entanto, queimas a determinada temperatura podem reverter essa transformação de fase, resultando em menores valores de resistência. Nesse momento não temos resultados (DRX) para análise da transformação de fase.

As zircônias 4Y-PSZ e 5Y-PSZ possuem um acréscimo da fase cúbica, o que

reduz a resistência à flexão quando comparado com as 3Y-TZP (Inokoshi et al., 2021; Kolakarnprasert et al., 2019). O jateamento de partículas de óxido de alumínio, recobertas ou não por sílica, induzem tensões residuais compressivas, a remoção dos grãos, desgaste erosivo, rachaduras e defeitos profundos nas superfícies das zircônias 4Y- e 5Y-PSZ (Kontonasaki et al., 2020; Sulaiman et al., 2017). Em nosso estudo, esses defeitos foram recobertos pela camada de caracterização. Mesmo assim, houve efeito deletério na resistência flexural dos materiais testados, mostrando que esse recobrimento não é suficiente para que os danos causados pelo jateamento não sejam refletidos na resistência. Dentre os jateamentos, as partículas com tamanho 110 μm causaram os maiores danos a superfície e, conseqüentemente, os menores valores de resistência à flexão. Esses danos podem ser observados nas Figuras 22, 23 e 24 obtidas através de perfilometria óptica, e nas Figuras 26, 27 e 28 obtidas através de microscopia eletrônica de varredura.

A resistência característica dos grupos da zircônia 4Y-PSZ após os tratamentos de superfície reduziu a ponto de não haver diferença com a 5Y-PSZ. Mesmo sendo materiais de elevado desempenho mecânico, após tal tratamento, podem reduzir tornando susceptível a falhas, o que pode ser determinante clinicamente. Já para a 3Y-TZP após o tratamento de superfície a resistência característica foi reduzida, porém não diferiu entre os tamanhos das partículas de Al_2O_3 .

6.2 Parte B: Estudo de comportamento à fadiga

Neste estudo, o jateamento prévio à camada de caracterização diminuiu a resistência à fadiga das cerâmicas avaliadas. Assim, a hipótese testada foi aceita. Mesmo em uma configuração diferente de teste, os resultados seguem a mesma tendência observada na parte A desta tese.

Os danos superficiais causados pelo jateamento podem ser observados nas Figuras 22, 23 e 24 obtidas através de perfilometria óptica, e as Figuras 26, 27 e 28 obtidas através de microscopia eletrônica de varredura. A fabricante das zircônias utilizadas (Kuraray Noritake) recomenda o uso de partículas de Al_2O_3 50 μm para jateamento previamente à aplicação da camada de caracterização. No entanto, esse

tratamento se mostrou deletério o comportamento mecânico do material. Quando comparado com o grupo controle (polimento), o jateamento levou a um decréscimo de 23%, 19% e 17% na carga para falha em fadiga da 3Y-TZP, 4Y- e 5Y-PSZ, respectivamente. No entanto, como abordado na seção anterior, a literatura é controversa, em relação efeito do jateamento nas propriedades mecânicas das zircônias de segunda geração (Inokoshi et al., 2021; Aurélio et al., 2016).

Os espécimes foram cimentados em análogo de dentina (NEMA G 10), sendo assim as distribuições de tensões são diferentes em relação ao teste de flexão biaxial, logo, as características de fratura no teste de flexão pode não se apresentar em teste de fadiga (Inokoshi et al., 2021; Yan et al., 2018). A configuração de teste utilizada, com aplicação de cargas axiais, induz a propagação de trincas radiais (Kelly, 1999). Dessa forma, nessa configuração, tratamentos realizados na superfície de cimentação tornam-se mais propensos a influenciar os desfechos de fadiga. No entanto, nossos resultados mostraram que, mesmo sendo realizados na superfície submetida a esforços de compressão, o tratamento testado (jateamento prévio à camada de caracterização) foi capaz de proporcionar efeito deletério ao material. Isso mostra que os defeitos causados pelo jateamento na superfície “oclusal” se sobrepuseram aos defeitos da superfície de cimentação, que foi a mesma para todos os grupos.

O objetivo da aplicação da camada de caracterização é mimetizar as cores da estrutura dental natural quando não se é possível com as cerâmicas monolíticas sem caracterização. No entanto, os resultados desse estudo mostram que, para a maior resistência de uma restauração caracterizada, a indicação de um tratamento de superfície é capaz de reduzir a longevidade da restauração.

6.3 Parte C: Resistência de união (Teste de cisalhamento)

O presente estudo avaliou a influência de diferentes tratamentos de superfície (polimento, jateamento com Al_2O_3 50 μm e jateamento com Al_2O_3 110 μm) na resistência de união entre diferentes tipos de zircônia (3Y-TZP, 4Y-PSZ e 5Y-PSZ) e a camada de caracterização (*stain* seguida de *glaze*). Os achados deste estudo mostraram que a resistência de união é influenciada positivamente pelo tratamento de

superfície, negando a primeira hipótese testada. Por outro lado, as diferentes zircônias, quando submetidas ao mesmo tratamento de superfície, apresentaram resultados semelhantes de resistência de união. Assim, a resistência de união ao cisalhamento das zircônias foi afetada apenas pelo tratamento de superfície.

As zircônias 3Y-TZP, 4Y-PSZ e 5Y-PSZ apresentam diferentes porcentagens presentes das fases tetragonal e cúbica (Sen, Isler, 2020; Kolakarnprasert et al., 2019). A diferença de microestrutura não afetou a resistência de união ao *stain*. A adesão da camada de *stain* está relacionada com o embricamento da superfície da zircônia, logo a maior a área de superfície favorece a adesão. Este fato foi evidenciado pelo menor ângulo de contato encontrado nas superfícies jateadas em relação as superfícies polidas (Figura 20).

A topografia superficial das zircônias em função dos diferentes tratamentos de superfície está apresentada nas Figuras 22, 23 e 24 obtidas através de perfilometria óptica digital em 2D (esquerda) e 3D (direita) e em microscopia eletrônica de varredura nas Figuras 26, 27 e 28. Nessas imagens, pode-se observar que o jateamento com partículas de Al_2O_3 50 μm ou 110 μm resultou em modificação da superfície, aumentando da área disponível para o microembricamento. A modificação da superfície após jateamento com partículas de óxido de alumínio também foi observada em estudos prévios (Inokoshi et al., 2021; Cadore-Rodrigues et al., 2021). A incorporação de defeitos pelo jateamento também levou a maior rugosidade superficial. Dessa forma, o padrão topográfico explica os resultados de resistência de união das superfícies das zircônias a camada de caracterização.

O jateamento com partículas de 110 μm levou a maior rugosidade, resistência de união e menor ângulo de contato que o jateamento com partículas de 50 μm . Isso acontece devido às maiores partículas, cujo impacto gera defeitos maiores na superfície. O revestimento com a sílica das partículas de 110 μm utilizadas neste estudo (Rocatec, 3M-ESPE) é recomendado como estratégia para melhorar a cimentação adesiva das cerâmicas policristalinas (Martins et al., 2019). No entanto, no presente estudo, o revestimento por sílica não apresenta efeito adicional, pois, a união da camada de *stain* as zircônias são baseadas na fusão em forno específico.

Quando jateadas com partículas de 50 μm , a rugosidade média da 4Y-PSZ e 5Y-PSZ foi semelhante. No entanto, após jateamento com 110 μm , a 5Y-PSZ apresentou maior rugosidade que a 4Y-PSZ, que pode ser explicado pela menor

resistência do material quando comparado as zircônias 3Y-TZP e 4Y-PSZ. Uma vez que partículas maiores (110 μm) incidem em um material menos resistente, o impacto gera defeitos maiores, resultando em uma superfície mais rugosa que no material mais resistente.

A apresentação das cerâmicas a base de óxido de zircônio como blocos para usinagem em CAD/CAM torna o material internamente mais homogêneo (Stawarczyk et al., 2017), o que resulta em melhores propriedades mecânicas. Assim, espera-se que as chances de lascamento e fraturas de restaurações de zircônia sejam reduzidas (Sailer et al., 2015). No presente trabalho, não houve falha do tipo coesiva da zircônia, o que ocorre frequentemente em estudos de resistência adesiva realizados com materiais menos resistentes, como cerâmicas vítreas (Grangeiro et al., 2021; Rodrigues et al., 2022). No entanto, observou-se falhas coesivas no *stain*, onde são incorporadas bolhas que, por sua vez, ajudam na propagação das trincas e fraturas.

Um teste macro (cisalhamento) foi escolhido ao invés do microcisalhamento, devido à dificuldade de obtenção de cilindros com área menor de 3 mm^2 , já que o material utilizado como matriz para construção dos mesmos deveria apresentar estabilidade dimensional para suportar elevadas temperaturas em forno. Ainda, o teste de microtração foi eliminado devido à dificuldade de cortar materiais resistentes com as cerâmicas de óxido de zircônio para obtenção dos espécimes (Lopes et al., 2021; Otani et al., 2015).

As Parte A e B deste estudo mostram que o tratamento de superfície influencia negativamente na resistência mecânica das restaurações monolíticas de zircônia caracterizadas. Já para o teste de resistência de união, os melhores valores foram para os grupos que receberam o tratamento de superfície. Esse fato pode ser um fator de fundamental importância quando esses tratamentos são aplicados em restaurações cimentadas clinicamente, uma vez que a eliminação de fraturas e delaminações são desejáveis. Nesse estudo, não foi avaliada a resistência de união das diferentes zircônias a camada de caracterização após o envelhecimento hidrotérmico. Sendo assim, são necessários novos estudos sobre a temática, bem como estudos clínicos que levem em consideração os mecanismos de falha das zircônias monolíticas, a fim de confirmar os resultados obtidos nas pesquisas laboratoriais.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo pode-se afirmar que:

Parte A - O jateamento com partículas de Al_2O_3 nas superfícies das zircônias previamente a aplicação da camada de caracterização diminui resistência característica.

Parte B - O jateamento com partículas de Al_2O_3 com tamanho de $50 \mu m$ nas superfícies das zircônias previamente a aplicação da camada de caracterização diminui a longevidade quando submetidas a fadiga.

Parte C - O jateamento com partículas de Al_2O_3 com tamanho de $110 \mu m$ foi responsável pelo aumento da resistência de união entre a superfície das zircônias a camada de caracterização.

REFERÊNCIAS

Abdulmajeed A, Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Närhi TO. Strength and phase transformation of different zirconia types after chairside adjustment. *J Prosthet Dent*. 2022 Aug 5;S0022-3913(22)00422-X. doi: 10.1016/j.prosdent.2022.06.015.

Anil N, Bolay S. Effect of toothbrushing on the material loss, roughness, and color of intrinsically and extrinsically stained porcelain used in metal-ceramic restorations: An in vitro study. *Int J Prosthodont*. 2002 Sep-Oct;15(5):483-7. PMID: 12375465.

Aurelio IL, Marchionatti AME, Montagner AF, May LG, Soares FZ. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2016 Jun;32(6):827-45. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.021. Epub 2016 Apr 13.

Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A, Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dent Mater*. 2014 Apr;30(4):424-32. doi: 10.1016/j.dental.2014.01.003. Epub 2014 Feb 17.

Bayindir F, Koseoglu M. The effect of restoration thickness and resin cement shade on the color and translucency of a high-translucency monolithic zirconia. *J Prosthet Dent*. 2020 Jan;123(1):149-154. doi: 10.1016/j.prosdent.2018.11.002. Epub 2019 Apr 23.

Cadore-Rodrigues AC, Machado PS, de Oliveira JS, Jahn SL, Dorneles LS, Rippe MP, et al. Surface treatments and its effects on the fatigue behavior of a 5% mol yttria partially stabilized zirconia material. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021 Aug;120:104543. doi: 10.1016/j.jmbbm.2021.104543. Epub 2021 Apr 21.

Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, Sorrentino R, Zarone F, Ferrari M, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dent Mater*. 2018 Jun;34(6):879-90. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.006. Epub 2018 Mar 26.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial?. *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.07.034. Epub 2005 Sep 6.

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

Dal Piva AMO, Tribst JPM, Werner A, Anami LC, Bottino MA, Kleverlaan CJ. Three-body wear effect on different CAD/CAM ceramics staining durability. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Mar;103:103579. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103579. Epub 2019 Dec 3.

Garza LA, Thompson G, Cho SH, Berzins DW. Effect of toothbrushing on shade and

surface roughness of extrinsically stained pressable ceramics. *J Prosthet Dent*. 2016 Apr;115(4):489-94. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.09.013. Epub 2015 Nov 14.

Ghosdi S, Jafarian Z. A review on translucent zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2018 May 30;26(2):62-74. doi: 10.1922/EJPRD_01759Ghosdi13.

Grangeiro MTV, Demachkia AM, Rodrigues CS, Inagati CM, Gonçalves NMF, Tanaka IV, et al. Effect of multiple firings on the microshear bond strength between a translucent zirconia and a resin cement. *Oper Dent*. 2023 May 1;48(3):329-36. doi: 10.2341/22-038-L.

Grangeiro MTV, Rossi NR, Barreto LAL, Bottino MA, Tribst JPM. Effect of different surface treatments on the bond strength of the hybrid ceramic characterization layer. *J Adhes Dent*. 2021 Oct 1;23(5):429-35. doi: 10.3290/j.jad.b2000235.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent*. 2002 Jul;88(1):10-5.

Inokoshi M, Shimizubata M, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Minakuchi S, et al. Impact of sandblasting on the flexural strength of highly translucent zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021 Mar;115:104268. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104268.

Janyavula S, Lawson N, Cakir D, Beck P, Ramp LC, Burgess JO. The wear of polished and glazed zirconia against enamel. *J Prosthet Dent*. 2013 Jan;109(1):22-9. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60005-0.

Kanat-Ertürk B. Color stability of cad/cam ceramics prepared with different surface finishing procedures. *J Prosthodont*. 2020 Feb;29(2):166-72. doi: 10.1111/jopr.13019. Epub 2019 Jan 24.

Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 1999 Jun;81(6):652-61. doi: 10.1016/s0022-3913(99)70103-4.

Khanlar LN, Takagaki T, Abdou A, Inokoshi M, Ikeda M, Takahashi A, et al. Effect of air-particle abrasion protocol and primer on the topography and bond strength of a high-translucent zirconia ceramic. *J Prosthodont*. 2022 Mar;31(3):228-238. doi: 10.1111/jopr.13372. Epub 2021 May 12.

Kim HK, Ahn B. Effect of Al₂O₃ sandblasting particle size on the surface topography and residual compressive stresses of three different dental zirconia grades. *Materials (Basel)*. 2021 Jan 28;14(3):610. doi: 10.3390/ma14030610.

Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim DK, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dent Mater*. 2019 May;35(5):797-806. doi: 10.1016/j.dental.2019.02.017. Epub 2019 Mar 7.

Kontonasaki E, Giasimakopoulos P, Rigos AE. Strength and aging resistance of monolithic zirconia: an update to current knowledge. *Jpn Dent Sci Rev*. 2020

Dec;56(1):1-23. doi: 10.1016/j.jdsr.2019.09.002. Epub 2019 Nov 14.

Kwon SJ, Lawson NC, McLaren EE, Nejat AH, Burgess JO. Comparison of the mechanical properties of translucent zirconia and lithium disilicate. *J Prosthet Dent*. 2018 Jul;120(1):132-137. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.08.004. Epub 2018 Jan 6.

Lazar DR, Bottino MC, Özcan M, Valandro LF, Amaral R, Ussui V, et al. Y-TZP ceramic processing from coprecipitated powders: a comparative study with three commercial dental ceramics. *Dent Mater*. 2008 Dec;24(12):1676-85. doi: 10.1016/j.dental.2008.04.002. Epub 2008 Jun 9.

Lopes GRS, Ramos NC, Grangeiro MTV, Matos JDM, Bottino MA, Özcan M, et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021 Aug;120:104547. doi: 10.1016/j.jmbbm.2021.104547. Epub 2021 Apr 21.

Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res*. 2002 Jul;81(7):487-91. doi: 10.1177/154405910208100711.

Malkondu Ö, Tinastepe N, Akan E, Kazazoğlu E. An overview of monolithic zirconia in dentistry. *Biotechnol Biotechnol Equip*. 2016;30(4):644-52. doi: 10.1080/13102818.2016.1177470.

Martins SB, Abi-Rached FDO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Influence of particle and air-abrasion moment on y-tzp surface characterization and bond strength. *J Prosthodont*. 2019 Jan;28(1):e271-e278. doi: 10.1111/jopr.12718. Epub 2017 Dec 13.

Mao L, Kaizer MR, Zhao M, Guo B, Song YF, Zhang Y. Graded ultra-translucent zirconia (5Y-PSZ) for strength and functionalities. *J Dent Res*. 2018 Oct;97(11):1222-8. doi: 10.1177/0022034518771287. Epub 2018 Apr 25.

Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e17-23. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.154. Epub 2010 Jan 13.

McLaren EA, Terry DA. CAD/CAM systems, materials, and clinical guidelines for all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Compend Contin Educ Dent*. 2002 Jul;23(7):637-41, 644, 646 passim; quiz 654. PMID: 12789975

Michailova M, Elsayed A, Fabel G, Edelhoff D, Zylla IM, Stawarczyk B. Comparison between novel strength-gradient and color-gradient multilayered zirconia using conventional and high-speed sintering. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Nov;111:103977. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103977. Epub 2020 Aug 6.

Mosquim V, Ferrairo BM, Vertuan M, Magdalena AG, Fortulan CA, Lisboa-Filho PN, et al. Structural, chemical and optical characterizations of an experimental SiO₂-Y-TZP ceramic produced by the uniaxial/isostatic pressing technique. *J Mech Behav*

Biomed Mater. 2020 Jun;106:103749. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103749. Epub 2020 Apr 1.

Nakamura K, Harada A, Inagaki R, Kanno T, Niwano Y, Milleding P, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. *Acta Odontol Scand*. 2015;73(8):602-8. doi: 10.3109/00016357.2015.1007479.

Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater*. 2015 Jun;31(6):648-56. doi: 10.1016/j.dental.2015.03.002. Epub 2015 Apr 6.

Passos SP, Torrealba Y, Major P, Linke B, Flores-Mir C, Nychka JA. In vitro wear behavior of zirconia opposing enamel: a systematic review. *J Prosthodont*. 2014 Dec;23(8):593-601. doi: 10.1111/jopr.12167. Epub 2014 Jun 24.

Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Sep;85:57-65. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.05.029.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/s0142-9612(98)00010-6.

Prado PHCO, Dapieve KS, Campos TMB, Valandro LF, de Melo RM. Effect of hydrothermal and mechanical aging on the fatigue performance of high-translucency zirconias. *Dent Mater*. 2022 Jun;38(6):1060-71. doi: 10.1016/j.dental.2022.04.021. Epub 2022 May 6.

Ramos CM, Tabata AS, Cesar PF, Rubo JH, Fracisconi PAS, Borges AFS. Application of micro-Raman spectroscopy to the study of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) phase transformation. *Appl Spectrosc*. 2015 Jul;69(7):810-4. doi: 10.1366/14-07793. Epub 2015 Jun 1.

Rodrigues CS, Guilardi LF, Follak AC, Prochnow C, May LG, Valandro LF. Internal adjustments decrease the fatigue failure load of bonded simplified lithium disilicate restorations. *Dent Mater*. 2018 Sep;34(9):e225-e235. doi: 10.1016/j.dental.2018.05.015. Epub 2018 May 28.

Rodrigues CS, Aurélio IL, da Rosa Kaizer M, Zhang Y, May LG. Do thermal treatments affect the mechanical behavior of porcelain-veneered zirconia? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2019 May;35(5):807-17. doi: 10.1016/j.dental.2019.02.016.

Rodrigues MR, Grangeiro MTV, Rossi NR, Ramos NC, Carvalho RF, Kimpara ET, et al. Influence of Optional Crystallization Firing on the Adhesion of Zirconia-Reinforced Lithium Silicate before and after Aging. *Coatings*. 2022 Dec;12(12):1-13. doi: 10.3390/coatings12121904.

Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-

ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):603-23. doi: 10.1016/j.dental.2015.02.011. Epub 2015 Apr 2.

Sen N, Isler S. Microstructural, physical, and optical characterization of high-translucency zirconia ceramics. *J Prosthet Dent.* 2020 May;123(5):761-8. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.05.004. Epub 2019 Aug 2.

Sorrentino R, Triulzio C, Tricarico MG, Bonadeo G, Gherlone EF, Ferrari M. In Vitro análisis of CAD-CAM monolithic zirconia molar crowns with different occlusal thickness. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Apr 14;61:328-33. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.04.014.

Souza ROBF, Barbosa F, Araújo G, Miyashita E, Bottino MA, Melo R, et al. Ultrathin monolithic zirconia veneers: reality or future? Report of a clinical case and one-year follow-up. *Oper Dent.* 2018 Jan/Feb;43(1):3-11. doi: 10.2341/16-350-T.

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int.* 2017;48(5):369-380. doi: 10.3290/j.qi.a38057.

Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Ritter AV, Vallittu PK, Närhi TO, et al. Optical properties and light irradiance of monolithic zirconia at variable thicknesses. *Dent Mater.* 2015 Oct;31(10):1180-7. doi: 10.1016/j.dental.2015.06.016. Epub 2015 Jul 18.

Tanaka CB, Ballester RY, De Souza GM, Zhang Y, Meira JB. Influence of residual thermal stresses on the edge chipping resistance of PFM and veneered zirconia structures: Experimental and FEA study. *Dent Mater.* 2019 Feb;35(2):344-55. doi: 10.1016/j.dental.2018.11.034. Epub 2018 Dec 20.

Thammajaruk P, Inokoshi M, Chong S, Guazzato M. Bonding of composite cements to zirconia: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Apr;80:258-68. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.02.008. Epub 2018 Feb 8.

Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface area. *Ceram Int.* 2016 Jan 1;42(1 Pt B):1077-85. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.09.033.

Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2016 Jan;115(1):9-19. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.09.008. Epub 2015 Nov 6.

Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent.* 2005;93(3):253-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2004.12.002.

Yener ES, Özcan M, Kazazoğlu E. The effect of glazing on the biaxial flexural strength of different zirconia core materials. *Acta Odontol Latinoam*. 2011;24(2):133-40. PMID: 22165310.

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

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

Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res*. 2018 Feb;97(2):140-147. doi: 10.1177/0022034517737483. Epub 2017 Oct 16.

Zucuni CP, Venturini AB, Prochnow C, Pereira GKR, Valandro LF. Load-bearing capacity under fatigue and survival rates of adhesively cemented yttrium-stabilized zirconia polycrystal monolithic simplified restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Feb;90:673-680. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.11.009. Epub 2018 Nov 12.