



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



Lucas Miguel Candido

Cristalografia, morfologia e rugosidade superficial da zircônia após desgaste e tratamento térmico e efeito destes tratamentos na resistência de união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura

Araraquara

2020



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



Lucas Miguel Candido

Cristalografia, morfologia e rugosidade superficial da zircônia após desgaste e tratamento térmico e efeito destes tratamentos na resistência de união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral - Área de Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, para obtenção do Título de Doutor em Reabilitação Oral.

Orientadora: Prof^a Dr^a Lúgia Antunes Pereira Pinelli

Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Bellini Ferreira

Araraquara

2020

Candido, Lucas Miguel

Cristalografia, morfologia e rugosidade superficial da zircônia após desgaste e tratamento térmico e efeito destes tratamentos na resistência de união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura / Lucas Miguel Candido. --

Araraquara: [s.n.], 2020

73 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado em Reabilitação oral) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Profa. Dra. Lígia Antunes Pereira Pinelli

Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Bellini Ferreira

1. Zircônio
 2. Cerâmica
 3. Difração de raios X
 4. Propriedades de Superfície
 5. Tratamento térmico
- I. Título

Lucas Miguel Candido

Cristalografia, morfologia e rugosidade superficial da zircônia após desgaste e tratamento térmico e efeito destes tratamentos na resistência de união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura

Tese para obtenção do grau de Doutor

Comissão julgadora

Presidente e Orientadora: Prof^a Dr^a Lígia Antunes Pereira Pinelli

2º examinador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

3º examinador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

4º examinador: Prof^a Dr^a Andréa Cândido dos Reis

5º examinador: Prof^a Dr^a Daniela Brandini

Araraquara, 7 de fevereiro de 2020

DADOS CURRICULARES

Lucas Miguel Candido

NASCIMENTO: 08/02/1991 – São Carlos – SP

FILIAÇÃO: Rosimari Augusto Tagliadelo Candido
Nilton Luis Candido

2009 - 2013 – Graduação em Odontologia – Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP.

2014 - 2016 – Mestrado em Reabilitação Oral, Área de Prótese – Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP.

2017 - 2020 – Doutorado em Reabilitação Oral, Área de Prótese – Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP.

Dedico este trabalho a Deus e a minha família por sempre serem meu porto seguro. A Deus que sempre tem iluminado meus caminhos e minhas escolhas me tornando uma pessoa melhor a cada dia, e minha família por sempre estar do meu lado em todos os momentos da minha vida.

AGRADECIMENTOS

A **Deus**, por sempre estar do meu lado em todos os momentos dessa caminhada; pelas oportunidades, saúde e pela força que tem me dado para enfrentar todos os desafios.

Aos meus pais, **Nilton e Rosi**, por me incentivarem e apoiarem em todos os momentos de minha vida. Sempre preocupados com minha educação e com meus princípios desde pequeno, agradeço muito pela educação que vocês me deram. Admiro a garra de vocês e a preocupação que têm com seus filhos. Assim como em todas as etapas de minha vida o apoio de vocês foi essencial para essa conquista. Sem a ajuda de vocês eu não chegaria até aqui; o que sou hoje devo muito a vocês. Serei eternamente grato por tudo, vocês têm meu reconhecimento, admiração e amor!

À minha irmã, **Amanda**, por sempre ser minha confidente e apoiadora. Uma grande amiga e conselheira que sempre esteve e estará junto comigo em todas as etapas da minha vida. Agradeço por sempre me ajudar com seus conselhos e parceria. Você será uma excelente profissional e seu princípio e determinação te levará muito longe. Tem minha profunda admiração e amor!

À minha orientadora, **Prof.^a Dr.^a Lúgia Antunes Pereira Pinelli**, que me orienta desde minha iniciação científica e me ajuda desde então. Agradeço por todo suporte que você me deu e por ser, além de minha orientadora, uma grande amiga e uma grande profissional. Agradeço por todos os ensinamentos que comigo foram compartilhados. Obrigado por ser a responsável por grande parte da minha evolução pessoal e profissional. Sou muito grato a você.

Ao meu co-orientador, **Prof. Dr. Eduardo Bellini Ferreira**, que desde meu mestrado vem me ajudando e me incentivado com a carreira acadêmica. Seus ensinamentos foram de grande importância para o meu desenvolvimento pessoal e profissional. Admiro o tipo de profissional que você é pela sua seriedade, sua responsabilidade e sua dedicação. Você tem minha profunda admiração e gratidão.

Ao meu grande amigo **Matheus Racy Mariusso**, por estarmos juntos desde a graduação. São muitos anos de amizade e cumplicidade, com certeza um irmão que a faculdade me deu. Eu te agradeço por tudo que já tem feito por mim, por todos os momentos que passamos juntos. Muitas coisas aconteceram e sempre tivemos o apoio um do outro, obrigado por poder contar com você. Tem minha profunda admiração e gratidão.

À minha amiga **Larissa Natiele Miotto**, que desde que entrou no nosso grupo de pesquisa se tornou minha grande amiga. Hoje não fazemos mais parte do mesmo grupo de pesquisa, mas a amizade permanece. Você foi muito importante em toda essa trajetória. Agradeço por toda parceria e amizade.

A todos meus **amigos** que sempre estiveram ao meu lado nos momentos bons e de muita risada, mas também nos momentos difíceis. Ter o apoio de vocês é fundamental.

À **Profa. Dra. Selma Gutierrez Antonio**, do Instituto de Química de Araraquara – UNESP, pelo auxílio nos ensaios de difração de raios X e interpretação dos resultados, muito importantes para o andamento da pesquisa.

Ao doutorando **Guilherme da Silva Macena**, pelo auxílio nas análises por microscopia eletrônica de varredura, no laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo – USP, e pela ajuda na interpretação dos resultados.

Aos **funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, sem os quais nenhum trabalho seria possível. Sou grato pela dedicação de vocês e por terem feito parte da minha rotina.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP)**, na pessoa de sua Diretora, **Prof.^a Dr.^a Elaine Maria Sgavioli Massucato**, e do Vice-Diretor, **Prof. Dr. Edson Alves de Campos**, pelas condições oferecidas para a realização desta pesquisa.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representados pelo Chefe de Departamento **Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho** e Vice-Chefe **Prof. Dr. Francisco de Assis Mollo Junior**, pela possibilidade de realizar este estudo.

À **Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral** da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP representado pela coordenadora **Prof.^a. Dr.^a. Ana Claudia Pavarina** e vice coordenadora **Prof.^a. Dr.^a. Daniela Aparecida de Godoi Gonçalves**, pelo suporte para a execução do trabalho.

Aos **Professores da Disciplina de Prótese Fixa** desde minha época de graduação até os mais novos, **Ivan Ribeiro de Faria, Regina Helena Barbosa Tavares da Silva, José Claudio Martins Segalla, Ligia Antunes Pereira Pinelli, José Maurício dos Santos Nunes Reis, Laiza Maria Grassi Fais e Filipe de Oliveira Abi Rached**, pelo exemplo com a grande seriedade e responsabilidade com que fazem seu trabalho. Agradeço a vocês pelo apoio durante toda a graduação, mestrado e doutorado. Vocês foram responsáveis pela minha formação e escolha da área que mais me identifiquei, sou muito grato a vocês.

A todo o **corpo docente do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** pelo conhecimento e por tudo que me ensinaram, não somente para a carreira acadêmica, mas para a vida. Serei eternamente grato a todos vocês.

A todos os **funcionários da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, por dedicarem boa parte da vida de vocês a manutenção dessa instituição.

Às Instituições de Ensino **USP São Carlos, UFSCar São Carlos e UNESP Araraquara**, por terem confiado em meu trabalho e disponibilizado sua estrutura física para a execução deste estudo. Sem a parceria entre as instituições a execução desse trabalho não seria possível.

À **CAPES**, o presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

À **FAPESP** – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2015/04552-3) e ao **CeRTEV**, Centro de Pesquisa, Tecnologia e Educação em Materiais Vítreos, um dos CEPIDs da FAPESP, projeto 2013/07793-6. Estas verbas foram de grande importância e essencial para a execução do projeto.

Ao **Programa de Apoio à Pós Graduação – UNESP (ProAP)** pela ajuda financeira, essencial para a compra de alguns materiais e para a execução da pesquisa.

Candido, L. M. Cristalografia, morfologia e rugosidade superficial da zircônia após desgaste e tratamento térmico e efeito destes tratamentos na resistência de união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP, 2020.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito de tratamentos térmicos (TT) após desgaste sobre o conteúdo cristalino, rugosidade média e morfologia de superfície da zircônia LAVATM (Y-TZP), e, após aplicação de uma porcelana de cobertura, avaliar a adesão do conjunto Y-TZP/porcelana e o padrão da superfície de fratura. Barras de zircônia (N=90) foram distribuídas em grupos combinando-se a realização (20 × 4 × 1,5mm) ou não (20 × 4 × 1,2mm) de desgaste (D) e TT, de forma a compor seis grupos: C (controle), C900 (controle + TT à 900°C/60min), C1000 (controle + TT à 1000°C/30min), D (desgastado), D900 (desgaste + TT de 900°C/60min) e D1000 (desgaste + TT de 1000°C/30min). Os desgastes (0,3 mm) foram realizados em um dispositivo padronizador com pedra diamantada em baixa rotação sem irrigação. Os TT foram realizados em forno convencional para cerâmica. Após ambos os tratamentos, as amostras foram avaliadas em difratômetro de raios X (DRX; n=2), microscópio eletrônico de varredura (MEV; n=2), perfilômetro óptico (n=2) e rugosímetro (Ra; n=10). Após as análises as amostras (n=13) receberam a aplicação de porcelana de cobertura IPS e.max Ceram, seguindo as orientações do fabricante. Foi aplicada porcelana com 1,2 mm de espessura, seguindo a proporção de 1:1 entre as espessuras da zircônia e da porcelana. Um entalhe de 0,7 mm de comprimento foi produzido com disco diamantado na superfície da porcelana e as mesmas foram ensaiadas em flexão em 4 pontos (5 kN, 0,1 mm/min) e a partir dos resultados obtidos foram calculados os valores da taxa de liberação de energia elástica armazenada (G) por meio da equação de Charalambides. Os dados de DRX foram refinados por Rietveld, os de MEV e perfilometria explorados descritivamente e os valores de Ra e G submetidos à Anova dois fatores e Tukey ($\alpha=0,05$). As quantidades de fase monoclinica (%) e os valores de Ra (μm) da superfície da zircônia foram: C =1,2 / 0,17, C900 =0,0 / 0,18, C1000 =0,0 / 0,18, D =2,6 / 1,16, D900 =0,0 / 1,07 e D1000 =0,0 / 1,01. Para as médias de G (J/m^2) obteve-se: C =6,8, C900 =6,6, C1000 =7,6, D =8,3, D900 =8,0 e D1000 =5,7. Tanto a Ra quanto G não apresentaram diferenças estatísticas ($p>0,05$). Em relação às imagens de perfilometria e MEV antes da aplicação da porcelana, pode-se observar deformação plástica e um aumento de irregularidades nos grupos desgastados e pequeno alisamento da superfície após os tratamentos térmicos, principalmente após o de 1000°C/30 min. Para os MEVs pós-fratura pode-se observar aderência da porcelana na superfície da zircônia, semelhante em todos os grupos. Pode-se concluir que o TT pós-desgaste recuperou a fase tetragonal da zircônia sem alterar a taxa de liberação de energia na fratura da interface entre a porcelana de cobertura e a zircônia.

Palavras-chave: Zircônio. Cerâmica. Difração de raios X. Propriedades de Superfície. Tratamento térmico.

Candido, L. M. Crystallography, morphology and surface roughness of zirconia after grinding and heat treatment and the effect of these treatments on bond strength of zirconia/porcelain veneer. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP, 2020.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of heat treatments (HT) after grinding on the crystalline content, average roughness and surface morphology of LAVATM zirconia (Y-TZP) and after applying a covering porcelain, evaluate the adhesion and the fracture pattern of the Y-TZP/porcelain bilayer. The bar-shaped specimens (N = 90) were distributed into groups by combining (20 × 4 × 1.5mm) or not (20 × 4 × 1.2mm) grinding (G) and HT, to compose six groups: C (control), C900 (control + HT of 900°C / 60min); C1000 (control + HT of 1000°C / 30min), G (grinding), G900 (grinding + HT of 900°C / 60min) and G1000 (Grinding + HT of 1000°C / 30min). The grinding (0.3 mm) was performed in a standard device with low rotation diamond stone without irrigation. The HT was performed in a conventional ceramic oven. After the treatments zirconia surfaces were evaluated by X-ray diffractometer (XRD; n = 2), scanning electron microscope (SEM; n = 2), optical profilometer (n = 2) and mechanical profilometer (Ra; n = 10). After the evaluation of the surfaces, the bars (n = 13) received the application of IPS e.max Ceram covering porcelain, following the manufacturer's guidelines. Porcelain 1.2mm was applied, following a 1: 1 ratio between zirconia and porcelain. A notch (0.7mm) with a diamond disk was made on the porcelain surface and the 4-point bending test (5kN, 0.1mm / min) was made to obtain the values of the energy release rate (G) with the Charalambides equation. The XRD data were refined by the Rietveld method, the SEM and profilometry descriptively explored, and the Ra and G values submitted to two-way Anova test, followed by the Tukey post-test ($\alpha = 0.05$). The amounts of monoclinic phase (%) and Ra values (μm) of the zirconia surface were: C = 1.2 / 0.17, C900 = 0.0 / 0.18, C1000 = 0.0 / 0.18, D = (2.6 / 1.16, D900 = 0.0 / 1.07 and D1000 = 0.0 / 1.01. For the means of G (J / m^2) we obtained: C = 6.8, C900 = 6.6, C1000 = 7.6, D = 8.3, D900 = 8.0 and D1000 = 5.7. Both Ra and G showed no statistical differences ($p > 0.05$). In relation to the profilometry and SEM images before porcelain application, one can see plastic deformation and increased irregularities in the grinding groups and a subtle smoothing of the surface after heat treatments, especially after 1000°C / 30min. For post-fracture SEMs, porcelain adherence to the zirconia surface can be observed, similar in all groups. It can be concluded that the HT after grinding recovered the tetragonal phase of zirconia without changing the energy release rate at the interface porcelain-zirconia fracture.

Keywords: Zirconium. Ceramics. X-ray Diffraction. Surface Properties. Heat Treatment.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
2 PROPOSIÇÃO.....	17
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	18
4 MATERIAL E MÉTODO.....	43
4.1 Composição dos Grupos Experimentais.....	43
4.2 Obtenção Dos Corpos de Prova de Zircônia.....	43
4.3 Desgaste Da Zircônia.....	44
4.4 Tratamento Térmico Regenerativo.....	44
4.5 Propriedades De Superfície.....	45
4.5.1 Difração de raios X.....	45
4.5.2 Rugosidade média (Ra).....	45
4.5.3 Perfilometria óptica.....	45
4.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	46
4.6 Aplicação Da Porcelana De Cobertura.....	46
4.7 Taxa de Liberação de Energia Elástica Armazenada (G).....	51
4.8 Análise Dos Resultados.....	52
5 RESULTADO.....	53
5.1 Difração de Raios X.....	53
5.2 Rugosidade Média (Ra).....	53
5.3 Perfilometria Óptica.....	54
5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	55
5.5 Taxa de Liberação de Energia Elástica Armazenada (G).....	59
6 DISCUSSÃO.....	62
7 CONCLUSÃO.....	68

REFERÊNCIAS.....69

1 INTRODUÇÃO

Pesquisas com zircônia como biomaterial são realizadas com o intuito de entender e promover melhorias no material^{1,2}. A zircônia (ZrO_2) pura apresenta três fases no estado sólido à pressão ambiente: monoclinica (m) abaixo de 1170 °C, tetragonal (t) entre 1170 °C e 2370 °C e cúbica (c) entre 2370 °C e a fusão em 2715 °C^{3,4}, que estão diretamente relacionadas às propriedades do material¹⁻⁴.

A zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP), ou seja, com a fase tetragonal retida até a temperatura ambiente, é utilizada desde os anos 90 em odontologia⁶. A Y-TZP apresenta altos níveis de resistência à flexão, tenacidade à fratura, biocompatibilidade, dureza, resistência ao desgaste, resistência à corrosão em ácidos e álcalis, módulo de elasticidade similar ao aço, entre outras²⁻⁸.

Em função de suas propriedades vantajosas, a Y-TZP passou a ser utilizada para a confecção de infraestruturas de próteses fixas sem metal unitárias e múltiplas, implantes, pilares e braquetes ortodônticos^{2,4}, sendo considerada o material para próteses múltiplas sem metal mais apropriado para resistir à elevada tensão que incide em regiões posteriores da arcada dentária⁹.

A transformação de fase $t \rightarrow m$ ocorre com expansão do volume no resfriamento, o que leva a fraturas na fabricação do material, mas em compostos com óxidos tais como Y_2O_3 ou CaO pode produzir interessante ação tenacificante⁵⁻⁸. A alta tenacidade da Y-TZP, alcançada pela chamada tenacificação por transformação, ocorre devido à transformação de fase $t \rightarrow m$ ^{2-4,10}. Os grãos inicialmente na fase tetragonal se transformam em monoclinicos ao redor de uma trinca que se propaga pelo material que, ao expandirem (~ 4,5% em volume), exercem tensões compressivas sobre a trinca, dificultando ou impedindo sua propagação^{2-4,10}. Paralelamente, o aumento de volume da zircônia pode exceder o limite de resistência do material, originando microtrincas; que, por sua vez, fazem com que eventuais novas trincas se ramifiquem e mudem de trajetória, perdendo energia¹¹.

O desgaste mecânico por abrasão na superfície da Y-TZP, muito utilizado por protéticos e dentistas, pode induzir tensões, propagar microtrincas e assim promover a transformação $t \rightarrow m$ na região^{12,13,14}, o que pode afetar a tenacidade do material. Alguns autores apontam o desgaste da infraestrutura como prejudicial, limitando o

mecanismo de tenacificação por transformação da Y-TZP na prótese em uso^{13,15-18}. Grãos monoclinicos também estão associados à aceleração da degradação em ambientes aquosos ou ácidos, prejudicando sua resistência^{10,13,18}.

O desgaste, na maioria das vezes, é realizado por parte dos protéticos e eventualmente por cirurgiões-dentistas na execução de ajustes em infraestruturas protéticas, tanto internamente como externamente, e como forma de melhorar a união da porcelana de cobertura sobre a zircônia^{13,19-21}. A tentativa de melhorar a união do conjunto é realizada no intuito de diminuir as falhas adesivas entre a infraestrutura de zircônia e a porcelana de cobertura, que levam à delaminação²²⁻²⁴. A delaminação pode ocorrer devido a diferentes fatores, tais como a incompatibilidade de contração térmica dos materiais, defeitos de superfície ou de suporte impróprio da infraestrutura, sobrecarga, fadiga e a baixa resistência à fratura da porcelana de cobertura²⁴⁻²⁶. Neste caso o objetivo do desgaste é modificar a superfície da zircônia para aumentar a rugosidade ou a energia superficial, e com isso melhorar a molhabilidade e favorecer a interface adesiva^{27,28}.

Sabendo que o desgaste em si pode prejudicar^{13,15-17,19,29} a superfície da zircônia, mas favorecer a adesão na interface zircônia/porcelana de cobertura^{28,30,31}, como um método para diminuir os prejuízos do desgaste na superfície da zircônia, alguns autores^{20,29,32-36} indicam um tratamento térmico após o desgaste e antes da aplicação da porcelana de cobertura para que ocorra uma transformação reversa da fase monoclinica para a tetragonal, fechamento de microtrincas, alívio de tensões superficiais, deixando assim, a zircônia mais estável a longo prazo^{20,27,29,32-36}. Este tratamento em altas temperaturas é denominado “regenerativo”, e realizado após o desgaste da zircônia e antes da aplicação da porcelana de cobertura^{4,27}.

Apesar dos resultados satisfatórios^{20,32,33,35,36}, ainda não há consenso sobre o protocolo de tratamento térmico. Além disso, faltam estudos que avaliem o efeito do tratamento térmico regenerativo nas propriedades de superfície e mecânicas das zircônias bicamadas, especialmente no que diz respeito à adesão entre essa cerâmica e a porcelana de cobertura.

Mesmo com os resultados melhorados de adesão entre a zircônia e a porcelana de cobertura ainda ocorrem falhas adesivas dessa união^{30,31,37-39}. Devido a isso, pesquisas ainda são realizadas para estabelecer protocolos a fim de melhorar

essa união, como a utilização de jateamento, utilização de *liners* com diferentes composições, desgaste, aplicação de laser, métodos com ultrassom e modificações no resfriamento da porcelana de cobertura^{30,31,38-42}. Alguns autores estudaram o efeito do tratamento térmico na interface zircônia/porcelana^{27,41}, comparando o estado da superfície da zircônia polida e após jateamento, porém, não existem trabalhos publicados com testes de adesão em superfícies submetidas ao tratamento térmico após desgaste.

Para avaliar a adesão, a maioria dos autores realiza o teste de cisalhamento, mostrando na maioria das vezes falha coesiva da porcelana de cobertura^{27,43}. Contudo, este teste pode falhar em representar o verdadeiro valor da resistência da interface⁴⁴. Além disso, tensões não uniformes durante o teste podem gerar resultados distorcidos. Portanto, uma metodologia proposta por Charalambides et al.⁴⁵ para análise da interface pode ser mais confiável; este teste já foi utilizado em testes com materiais odontológicos⁴⁶⁻⁴⁸, porém há poucos trabalhos com zircônia^{44,49}.

Como alternativa à zircônia convencional surgiu a zircônia monolítica, que não tem a necessidade da cobertura de porcelana; nesse caso o problema da delaminação não existe, porém este tipo de material ainda não substituiu a estética que é alcançada com próteses bicamadas³⁷. Sendo assim, ainda é necessária a utilização de peças com recobrimento de porcelana e falhas nesse sistema ainda são encontradas na literatura recente⁴⁰ o que ainda preocupa o dentista. Portanto, estudar a interface zircônia/porcelana com diferentes métodos e desenvolver técnicas que aumentem a longevidade do conjunto e que possam ser aplicadas facilmente é de grande importância para o técnico de laboratório e para o cirurgião-dentista.

2 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar a microestrutura e a rugosidade média na superfície de uma zircônia Y-TZP após desgaste com pedra diamantada e tratamento térmico regenerativo e o efeito desses tratamentos na resistência de sua união com uma porcelana de cobertura pela medida da taxa de liberação de energia elástica armazenada causada pela propagação de trinca interfacial.

A hipótese nula é a de que o tratamento térmico regenerativo após o desgaste de superfície da Y-TZP não exerce influência sobre sua microestrutura, rugosidade média e no trabalho de fratura da união entre a zircônia e a porcelana de cobertura.

3 REVISÃO DE LITERATURA

Helmer e Driskell¹ publicaram em 1969 o primeiro trabalho sobre zircônia e desde então ela vem sendo estudada para fins biomédicos. Os autores avaliaram a biocompatibilidade da zircônia para implantes cirúrgicos ortopédicos implantando discos de zircônia em fêmur de macacos. Os autores confirmaram o caráter biocompatível do material porque não houve reações adversas, impulsionando assim as pesquisas para o desenvolvimento da zircônia como biomaterial.

Garvie e Nicholson⁵, em 1972, descobriram as fases cristalinas do material, que são a zircônia monoclinica, tetragonal e cúbica, com evidências de um mecanismo de alívio de tensões durante um choque térmico. Para uma melhor resistência ao choque térmico, os autores defenderam o uso de uma zircônia parcialmente estabilizada ao invés de totalmente estabilizada.

Para Christel et al.⁶ (1989), a zircônia parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) apresentaria melhor dureza que a zircônia parcialmente estabilizada por alumina, utilizada na época. Os testes iniciais mostraram que o material possuía uma alta resistência à flexão (900-1200 MPa), baixo módulo de Young (200 GPa) e uma alta tenacidade ($K_{IC} = 9-10 \text{ MPa.m}^{1/2}$). Trinta discos da zircônia Y-TZP passaram por teste de envelhecimento acelerado em solução salina à temperatura ambiente durante 100 dias. Os autores observaram que as propriedades mecânicas não se alteraram após esse período. As amostras foram inseridas nos músculos paraespinhais de ratos por um período máximo de 12 semanas para avaliação da reação tecidual. Não foram encontradas diferenças significativas entre a Y-TZP e a zircônia parcialmente estabilizada por alumina. Sendo assim, os autores concluíram que a Y-TZP era um material promissor.

Charalambides et al.⁴⁵ propuseram em 1989 uma metodologia de análise da resistência da interface de corpos bicamada. Os autores propuseram a avaliação da energia de fratura da interface utilizando-se um corpo bicamada no formato retangular. Este corpo de prova depois de confeccionado recebeu um entalhe na camada de revestimento que seria uma região de iniciação da trinca. Após as quebras os autores propuseram fórmulas para os cálculos da energia de fratura. Os autores observaram um patamar de carga formado nos gráficos que seria a força em Newtons propagada na interface dos materiais. Além desse patamar, outros fatores

entram nos cálculos, como o coeficiente de Poisson e o módulo elástico dos materiais, a espessura das camadas e total e a largura da amostra. Além disso, uma abordagem por elementos finitos foi utilizada para caracterizar a intensidade das tensões e deslocamentos no material com relação às dimensões da amostra, propriedades elásticas e comprimento do entalhe. Segundo os autores, este método é mais preciso para avaliar a fratura ao longo da interface zircônia/porcelana por onde a trinca se propaga, e a partir dos valores resultantes é possível calcular a taxa de liberação de energia elástica armazenada no carregamento para formação da trinca.

Taira et al.⁷ (1990) avaliaram a tenacidade (K) de várias cerâmicas odontológicas, esmalte natural e cerâmicas industriais pelo uso do método de microfratura por indentação, chamada de tenacidade por indentação. Para os autores essa propriedade é importante porque afeta a capacidade de manutenção da prótese na cavidade oral. Esta técnica é baseada nas fraturas radiais oriundas de indentações Vickers. Observou-se que níveis de carga apropriados devem ser selecionados em cada amostra para induzir a propagação de trincas radiais/medianas. Para porcelanas odontológicas feldspáticas, foram necessárias cargas maiores que 10, 20 e 30 kgf para determinar seus valores de K, no intervalo de 1,5 a 2,1 MPa.m^{1/2}. Para o esmalte dentário natural e uma nova vitrocerâmica moldável à base de apatita, uma força menor que 1 kgf foi suficiente para decidir os respectivos valores, de cerca de 0,9 e 1,8 MPa.m^{1/2}. Os valores de K da maioria das cerâmicas odontológicas examinadas foram ligeiramente superiores aos do vidro soda-cal (os vidros de janela ou embalagem), mas menos que um terço do da zircônia. O método por indentação foi considerado simples e econômico para avaliação da tenacidade de cerâmicas odontológicas.

Hayashi et al.⁸ (1992) avaliaram a biocompatibilidade da zircônia, comparando-a com a afinidade de uma cerâmica bioinerte (Al₂O₃) e aço inoxidável (SUS-316 L) com o osso. Implantes roscados foram implantados em epífises femorais distais de cães e observados por 4 a 96 semanas de pós-operatório. O índice de afinidade foi calculado como a razão entre a espessura de novo osso, adjacente ao implante, sem membrana fibrosa ou medula óssea interveniente, em relação ao comprimento total da interface osso-implante, em %. Os autores não

detectaram diferenças no índice de afinidade para os três materiais de 4 a 96 semanas após o implante.

Piconi e Maccauro³ (1999) revisaram as propriedades mecânicas, microestruturais, estabilidade e biocompatibilidade da zircônia. Dentre as vantagens do material, os autores salientam o mecanismo de tenacificação por transformação como principal responsável pelas propriedades mecânicas elevadas da zircônia; neste processo, a transformação de fase $t \rightarrow m$ ocorre com expansão volumétrica, que gera tensões internas compressivas, capazes de fechar microtrincas, tenacificando o material. Nenhum dos estudos avaliados relatou reação adversa local ou sistêmica do material. Como conclusão, os autores defenderam que as propriedades mecânicas e a estabilidade da zircônia estão associadas ao processo de fabricação, havendo a necessidade de uso de materiais com maior pureza.

Ainda em 1999, Suansuwan et al.⁴⁸ avaliaram a adesão na interface metal/porcelana de cobertura medindo a taxa de liberação de energia elástica armazenada associada à fratura na interface. Amostras fundidas a partir de titânio comercialmente puro e 3 ligas metálicas (ligas de ouro, paládio e níquel-cromo) foram fabricadas nas dimensões de 25 mm x 8 mm x 2,5 mm e espessuras semelhantes entre a porcelana e metal. Um entalhe foi produzido na face de porcelana dos corpos de prova, com um disco diamantado, e uma pequena pré-fratura iniciada. As amostras foram submetidas a um número limitado (tipicamente menor que 4) de ciclos de carga e descarga sob flexão em 4 pontos a uma velocidade de 0,1 mm/min, com a face da porcelana sob tração. A força de carga e descarga associada à extensão estável da trinca ao longo da interface foram registrados, a partir da qual foi calculada a taxa de liberação de energia elástica armazenada, transformada em superfície de trinca. A superfície de fratura dos corpos de prova foi examinada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). As taxas médias de liberação de energia elástica armazenada (também conhecido como trabalho de fratura) foram de $72,7 \pm 10,0 \text{ J/m}^2$, $58,5 \pm 13,5 \text{ J/m}^2$, $39,4 \pm 4,3 \text{ J/m}^2$ e $16,6 \pm 2,5 \text{ J/m}^2$ para as amostras de ouro, paládio, ligas de níquel-cromo e titânio, respectivamente. As imagens obtidas em MEV mostraram que a trinca se propagou ao longo da porcelana próxima à interface. Os autores concluíram que a liga de ouro obteve a maior aderência e a de titânio a menor. O teste provou ser uma

abordagem simples e confiável para determinar a ligação em sistemas bicamadas de biomateriais.

Em 2000, Kosmac et al.¹³ averiguaram o módulo de Weibull e resistência a flexão em zircônias Y-TZP após desgastes produzidos por fresamento e jateamento, além de envelhecimento e tratamento térmico a 900 °C por 1 h. Foram utilizadas duas cerâmicas à base de zircônia de mesma composição, mas tamanho de grãos diferentes, e uma terceira com 0,25% de alumina. Fresas diamantadas (150 µm e 50 µm de diâmetro de abrasivo) foram utilizadas para realizar desgastes com e sem irrigação, e partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 110 µm foram utilizadas para jateamento. O envelhecimento das amostras foi realizado em meios ácido e alcalino por 16 h. Todos os desgastes por fresa diminuíram a resistência à flexão e o módulo de Weibull, enquanto que o jateamento aumentou a resistência do material, porém diminuiu o módulo de Weibull, além de ter promovido maior transformação de fase $t \rightarrow m$. Os grupos jateados foram submetidos ao tratamento térmico e observou-se que além de diminuir a quantidade dos grãos monoclinicos, o aquecimento também diminuiu a resistência à flexão das amostras desse grupo. Após o envelhecimento, grande quantidade de fase monoclinica foi identificada por DRX, sendo o meio ácido o mais prejudicial para a zircônia. Os autores concluíram que a cerâmica contendo uma pequena quantidade de alumina mostrou uma maior tolerância ao desgaste e superior estabilidade em meio ácido, sendo um material promissor para o uso na área odontológica.

Yamada et al.⁴⁶ (2004) examinaram o efeito do GoldbonderTM na adesão entre titânio e porcelana, medida pela taxa de liberação de energia elástico armazenada (G) associada à fratura interfacial de porcelana e titânio. A influência do tratamento de superfície de titânio antes da aplicação de GoldbonderTM e Pastebonder também foi examinada. A face de porcelana dos espécimes foi entalhada com um disco de diamante fino e, em seguida, foi produzida uma pré-trinca com um gabarito. As amostras foram submetidas a um teste de flexão em quatro pontos, com a face de porcelana sob tração, resultando em extensão estável de trinca a partir da qual G foi calculado. Tanto a seção transversal da interface quanto a superfície da fratura delaminada foram examinadas com microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os valores médios de G (J/m^2) foram: jateado com GoldbonderTM = 81,57, polida com

Goldbonder™ = 46,01 e 15,98 para a superfície jateada com Pastebonder™. Os valores de G revelaram diferenças significativas ($p < 0,01$) entre Goldbonder™ e Pastebonder e entre as superfícies jateadas e polidas com Goldbonder™. As micrografias e as análises dos elementos (EDS) mostraram que Goldbonder™ desenvolveu ligações químicas e mecânicas em titânio e porcelana.

Guazzato et al.¹² (2005) avaliaram os efeitos do jateamento, da orientação do desgaste, do polimento e do tratamento térmico sobre a resistência à flexão da zircônia. O jateamento foi realizado com Al_2O_3 (110 μm), o desgaste com pedra diamantada com irrigação (91 μm), o polimento com discos diamantados de diferentes granulações e o tratamento térmico em dois ciclos, um a 930 °C e o outro a 910 °C com tempo de permanência de um minuto em cada com resfriamento lento a partir de 600 °C. Foram realizados testes de flexão em 3 pontos, DRX para quantificar a fase monoclinica e a determinação do módulo de Weibull para avaliação da confiabilidade. A resistência à flexão e o conteúdo de fase monoclinica foram: jateamento = 1540 MPa e 9,5%, jateamento e tratamento térmico = 955 MPa e 0,3%, desgaste paralelo = 1330 MPa e 8,3%, desgaste perpendicular = 1525 MPa e 8,3%, desgaste paralelo e tratamento térmico = 1225 MPa e 0%, desgaste perpendicular e tratamento térmico = 1185 MPa e 0%, polimento = 1095 MPa e 0,8% e polimento com tratamento térmico = 1165 MPa e 0%. Os resultados mostraram que tanto o aquecimento quanto os tratamentos de superfície influenciam a resistência à flexão da zircônia, sendo o grupo somente jateado o com maior valor de resistência. Os autores defendem que o desgaste pode ser indicado para aumentar a resistência da zircônia, porém não recomendam o tratamento térmico posteriormente. Além disso, defendem que o polimento pode remover a camada de tensão compressiva superficial, diminuindo a resistência à flexão.

Denry e Holloway¹⁵ (2006) avaliaram alterações microestruturais e cristalográficas após desgaste da zircônia 3Y-TZP. Os autores compuseram quatro grupos: controle, desgaste, desgaste seguido de polimento e desgaste seguido de aquecimento a 1000 °C por 1 h. Discos diamantados (30-40 μm) sob irrigação foram utilizados para a realização do desgaste e para o polimento utilizou-se uma série de abrasivos e pasta diamantada até se chegar a uma rugosidade final de 0,5 μm . Para avaliação utilizou-se MEV, DRX e flexão biaxial, cujos resultados de resistência

máxima à flexão foram usados para o cálculo do módulo de Weibull. O DRX mostrou que os grupos controle e o “desgastado e aquecido” possuíam somente fase tetragonal. A média de resistência à flexão biaxial do grupo controle (944 MPa) foi significativamente menor que a do grupo desgastado (1189 MPa) e o módulo de Weibull foi o inverso (controle = 5,54 e desgastado = 4,4). Zircônia romboédrica sem identificação de fase monoclinica foi identificada nos grupos desgastados e polidos após desgaste, porém essa fase sumiu após o tratamento térmico. Defeitos superficiais como perda de grãos foram identificados nas micrografias, e segundo os autores, esses defeitos podem afetar o comportamento mecânico do material em longo prazo.

Chevalier¹⁰, em 2006, motivado pelas frequentes falhas de próteses de cabeça de fêmur, publicou um artigo com o objetivo de revisar e analisar o conhecimento na época sobre o processo de envelhecimento e seu efeito no desempenho em longo prazo dos implantes, a fim de distinguir entre fatos científicos e especulação. O autor defende que o estado da técnica naquele momento mostrava grande variabilidade da zircônia à degradação in vivo, como consequência da influência do processamento no processo de envelhecimento. Como diferentes zircônias de diversos fornecedores possuem variadas microestruturas relacionadas ao processamento, era necessário avaliar sua sensibilidade ao envelhecimento com técnicas avançadas e precisas, e os padrões ISO deveriam ser modificados de acordo. Para conservar sua estrutura tetragonal em temperatura ambiente, a zircônia precisa de óxidos estabilizantes, como, por exemplo, a ítria. Nesse processo, a zircônia é metaestável em temperatura ambiente e fica sujeita ao envelhecimento pela água. O envelhecimento/degradação pode ocorrer devido a uma transformação lenta da superfície para a fase monoclinica e um pequeno defeito que se propaga acaba formando uma trinca que facilita a penetração da água. Além disso, o autor defendia a existência de uma tendência de desenvolvimento de compósitos alumina-zircônia como alternativa à alumina monolítica e à zircônia.

Studart et al.⁹ (2007) apontaram que as restaurações dentárias totalmente cerâmicas possuem estética e biocompatibilidade aprimoradas em comparação às próteses tradicionais baseadas em metal. Porém, a fadiga em longo prazo e o crescimento subcrítico de trinca na presença de água e cargas cíclicas podem

diminuir sua resistência. Os autores investigaram três materiais cerâmicos submetidos à fadiga cíclica em água. Os materiais foram: uma zircônia 3Y-TZP, um compósito ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{Vidro}$) e uma vitrocerâmica ($\text{Li}_2\text{O} - 2\text{SiO}_2$). Testes de fadiga e de fratura foram realizados e os resultados analisados através da estatística de Weibull para determinação da vida útil e resistência mecânica. Apesar de sua notável suscetibilidade à fadiga em água, o material 3Y-TZP foi considerado o mais adequado para a preparação de próteses posteriores totalmente cerâmicas devido à sua alta resistência mecânica inicial. Portanto, segundo os autores, estruturas contendo zircônia são as mais adequadas para a preparação de próteses múltiplas posteriores com vida útil prolongada e são as mais toleráveis no que diz respeito ao diâmetro do conector da infraestrutura. Isso permite a confecção de próteses posteriores de 3, 4 e 5 elementos com vida útil comparável à obtida com próteses metalocerâmicas (>20 anos), mas estética e biocompatibilidade vantajosas no caso das próteses totalmente em cerâmica. Contudo, é necessária mais investigação para desenvolver materiais de revestimento que suportem a carga severa aplicada à parte posterior sem fratura do material de revestimento.

Ainda em 2007, Sailer et al.²³ fizeram uma revisão sistemática de literatura com o objetivo de avaliar as taxas de sobrevivência e incidência de complicações nas próteses fixas sem metal, comparadas com as metalocerâmicas. Foi utilizado os sistemas eletrônicos MEDLINE e Dental Global Publication Research System (Dental GPRS), além da pesquisa manual para procurar por estudos prospectivos e retrospectivos de sistemas totalmente cerâmicos e metalocerâmicos com no mínimo 3 anos de acompanhamento. Os autores observaram que o índice de sobrevida das próteses metalocerâmicas era maior (94,4%) em relação às próteses livres de metal (88,6%). A frequência de fratura do material (infraestrutura e porcelana de cobertura, respectivamente) foi significativamente maior para as próteses livres de metal (6,5% e 13%) em relação às metalocerâmicas (1,6% e 2,9%). Não houve diferença entre os dois tipos de próteses quando outros tipos de complicações (perda de retenção, cáries e perda de vitalidade pulpar) foram comparados. Segundo os autores, o índice de sobrevivência das próteses metalocerâmicas é significativamente maior em relação às livres de metal, sendo a fratura da infraestrutura e do recobrimento as principais falhas das cerâmicas vítreas ou infiltradas de vidro. No entanto, quando a

zircônia foi utilizada como infraestrutura, as razões das falhas eram primeiramente relacionadas a problemas biológicos (cárie secundária) e técnicos (pequenas e grandes fraturas da porcelana de cobertura).

Fischer et al.²⁷, em 2008, por meio de testes de cisalhamento e medidas de rugosidade, investigaram o efeito de tratamentos superficiais da zircônia na adesão de porcelanas de cobertura. Foi utilizado um tipo de zircônia e sete de porcelanas. Foram avaliados os efeitos do polimento, do jateamento, da silicatização, da aplicação de *liner* e de um tratamento térmico a 1000 °C por 15 min. Os grupos foram: polido, polido + *liner*, jateado, jateado + *liner*, silicatização, silicatização + *liner*, polido + tratamento térmico e jateado + tratamento térmico. Para a realização do tratamento térmico, somente uma marca de porcelana foi utilizada. A rugosidade superficial aumentou após jateamento com alumina e silicatização, sendo estatisticamente iguais entre si e maiores que o do grupo polido. O tratamento térmico não alterou a rugosidade. O tratamento térmico diminuiu significativamente a resistência ao cisalhamento dos dois grupos testados. O *liner* e o aumento da rugosidade provocada pelo jateamento e silicatização não aumentaram a resistência de união. Foram observadas mais falhas coesivas do que adesivas da porcelana de cobertura e diminuição da adesão da porcelana após o tratamento térmico. Devido ao aumento de rugosidade não interferir na união, os autores defendem que a adesão da porcelana na zircônia é um processo químico, não havendo a necessidade de um pré-tratamento ou de um tratamento térmico regenerativo. Além disso, afirmam que o aumento da resistência das porcelanas de cobertura seria a melhor maneira de se aumentar a resistência ao cisalhamento.

Ainda no ano de 2008, Denry e Kelly⁴ publicaram um artigo sobre as principais características, tipos e utilizações da zircônia, abrangendo os tipos específicos de zircônia disponíveis na odontologia, juntamente com suas propriedades. Foram avaliadas as possíveis implicações e consequências clínicas das duas principais técnicas de processamento, usinagem macia e dura, no desempenho em longo prazo de zircônia. A usinagem macia segundo as autoras seria a técnica mais utilizada, que consiste na usinagem de blocos pré sinterizados e após a usinagem a realização da sinterização do material em altas temperaturas. Já a outra técnica consiste na usinagem da zircônia já sinterizada. Para os autores, a

segunda técnica não é muito utilizada devido à grande dificuldade de usinagem da zircônia sinterizada, além de promover mais fase monoclínica no material. Como principais falhas foram observadas nos estudos a presença da fratura ou soltura da porcelana de cobertura.

Em 2009, Vagkopoulou et al.² fizeram uma revisão de literatura sobre as propriedades físicas, químicas, biológicas, ópticas e mecânicas da zircônia. E sobre o efeito do envelhecimento, do desgaste e polimento, dos tratamentos térmicos, e a adesão com a porcelana de cobertura. Segundo os autores, a zircônia possui inúmeras utilidades na indústria, na medicina e na odontologia; com propriedades mecânicas interessantes como alta resistência à flexão e elevada dureza superficial, além de elevada tenacidade à fratura, resultante da tenacificação por transformação, e que o uso da zircônia tem aumentado na odontologia com o advento da tecnologia CAD/CAM. Como problemas comuns da zircônia, os autores citaram a delaminação e o lascamento da porcelana de cobertura, sendo a interface zircônia/porcelana a grande responsável pela origem destes problemas. Referente aos desgastes, os autores observaram que geralmente produzem um aumento de resistência à flexão da zircônia, um aumento de tensão residual compressiva superficial e um aumento de grãos monoclínicos superficiais. Sobre o tratamento térmico de recuperação da fase tetragonal, os autores afirmaram que os resultados são contraditórios na literatura, sendo necessários mais estudos sobre o tema.

Karakoca et al.¹⁷ (2009) avaliaram a influência do desgaste e do jateamento nas mudanças de fases, rugosidade superficial e resistência à flexão biaxial de zircônias estabilizadas por ítria (Y-TZP). Três marcas foram utilizadas: Cercon (C), DentalCAD (DC) e Zirkonzahn (ZZ), divididas em três grupos: controle, desgaste e jateamento. Fresa diamantada (100 µm) sem irrigação e partículas de Al₂O₃ (110 µm) por 15 s foram utilizadas para o desgaste e jateamento, respectivamente. Os dados foram analisados por Anova dois fatores. A rugosidade teve alteração em relação à marca comercial. Para a marca C, o desgaste e o jateamento aumentaram a rugosidade, para DC não houve diferença entre o grupo controle e o desgastado, porém houve aumento para o grupo jateado. Para a marca ZZ a rugosidade foi estatisticamente menor após os tratamentos quando comparada com o controle. Após os tratamentos, observou-se aumento de fase monoclínica com diminuição da

resistência à flexão após desgaste e aumento após jateamento, independentemente da marca comercial. O módulo de Weibull foi menor para os grupos submetidos ao jateamento, o que pode sugerir um futuro enfraquecimento do material, resultando em falhas inesperadas.

Aboushelib et al.²² (2009) analisaram e compararam o tipo de fratura e a força de fratura baseado nos princípios da fractografia para identificar a localização e as dimensões da falha crítica de coroas totalmente cerâmicas à base de zircônia, que falharam clinicamente. Os autores analisaram fractograficamente as superfícies de fratura e criaram réplicas para testes de resistência à fratura. Foram analisadas 19 coroas unitárias e 17 próteses fixas de mais de um elemento. Em relação às réplicas, realizou-se teste mecânico em que foi aplicada carga axial em máquina universal de ensaios, a falha foi classificada de acordo com origem e tipo. As falhas nas restaurações e os valores de resistência obtidos foram: delaminação da porcelana, 28 ± 9 MPa; defeitos na interface, 28 ± 6 MPa; tensões rotacionais, 884 ± 266 MPa; rachaduras radiais, 831 MPa e fratura do conector, 971 ± 343 MPa. As réplicas falharam principalmente devido à quebra da porcelana de cobertura (52 ± 35 MPa) ou por fratura do conector (1099 ± 259 MPa). A tensão estimada no momento da falha foi significativamente maior para as réplicas em comparação às restaurações clinicamente fraturadas ($F = 6,8$, $p < 0,01$). Segundo os autores, o desempenho de restaurações bicamadas com zircônia pode ser melhorado com melhoramentos no *design* das próteses.

Nakamura et al.⁴² (2009) avaliaram a resistência de união entre porcelana e zircônia jateada. Os autores utilizaram espécimes em barra e em formato de coroa. Todos os tipos de espécimes receberam jateamento com três pressões diferentes (0,2, 0,4 e 0,6 MPa). A rugosidade da superfície de cada amostra (barras) foi medida e, em seguida, foi realizado um teste de flexão em 3 pontos. Três tipos de porcelana de cobertura foram aplicados na superfície das amostras de zircônia, e a resistência à tração foi avaliada. Quando a pressão do jateamento foi aumentada, a rugosidade da superfície das amostras de zircônia aumentou, mas a resistência à flexão permaneceu inalterada. Os espécimes apresentaram maior resistência de união quando jateados a 0,4 ou 0,6 MPa do que quando jateados a 0,2 MPa. Os espécimes jateados com 0,4 MPa apresentaram resistência de união à porcelana

variando de 38 a 50 MPa. Segundo os autores, quando jateados com 0,4 MPa, os espécimes de zircônia desenvolveram uma forte ligação com a porcelana, independentemente do tipo de porcelana.

Kim et al.¹⁸ (2010) avaliaram a influencia do desgaste e do jateamento na degradação da zircônia. Os autores obtiveram os cinco grupos: controle (cortados, sem polimento ou desgaste), jateado (50 μ m (tamanho da partícula), 10 mm (distancia do jato), 5 s (tempo de jateamento), e três tipos de desgaste com disco diamantado (200, 162 e 30 μ m); todas as amostras foram posteriormente submetidas à degradação em autoclave a 122 °C; por 20 h com 2 bar de pressão. Após o envelhecimento, a fração de fase monoclinica (%) foi de 55% para o grupo controle, de 30% para o grupo jateado e de 15 a 20% para o grupo desgastado, sendo o desgastado com maior granulação com menor quantidade de fase monoclinica, os outros dois foram semelhantes. O grupo controle mostrou uma maior degradação, os autores atribuíram tal fenômeno aos defeitos de fabricação do CAD/CAM, como por exemplo uma superfície mais grosseira e rugosa que os outros tratamentos, além de que sem nenhum tratamento pode haver a falta de camada superficial compressiva gerada pelos outros tratamentos.

Ainda em 2010, Nakamura et al.²¹ realizaram uma revisão sistemática sobre pilares protéticos de zircônia usados em odontologia. Avaliaram os artigos em relação às propriedades mecânicas, ao tecido mole ao redor do componente, ao acúmulo de placa e à taxa de sobrevida do componente. A zircônia se mostrou confiável tanto biológica como mecanicamente. Em relação às propriedades mecânicas, os autores mostraram que pilares de zircônia são confiáveis para serem usados na região anterior e são biocompatíveis, não apresentando danos aos tecidos gengivais. Em relação à adesão de placa, a zircônia parece ser melhor que o titânio, demonstrando menor adesão de placa. Os estudos não mostraram fratura dos pilares de zircônia e lesões peri-implantares num período de 4 anos. Os autores ressaltaram que a zircônia tem potencial para ser utilizada como pilar em próteses sobre implante, porém mais estudos devem ser realizados abordando outros quesitos.

Qeblawi et al.²⁸ (2010) estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na zircônia. Avaliaram a resistência à flexão e cisalhamento a um cimento

resinoso. Quatro grupos foram projetados (controle, jateamento, silicatização e desgaste com irrigação). O grupo controle não recebeu nenhum tratamento, o jateamento foi realizado com Al_2O_3 (50 μm ; 10 mm; 10 s), a silicatização com partículas de Al_2O_3 modificadas com sílica (30 μm ; 10 mm; 10 s) e o desgaste em alta rotação com fresa diamantada (30 μm ; 10 s) sob irrigação. Além desses tratamentos, para o teste de adesão, houve uma associação de aplicação de ácido, aplicação de ácido e silano e aplicação de *primer* na zircônia aos tratamentos realizados previamente. Todos os corpos de prova foram submetidos a envelhecimento em incubadora com 100% de umidade por 90 dias à 37 °C, sendo submetidos à 2000 ciclos térmicos a cada 30 dias (5-55 °C, 10 s). As amostras submetidas ao jateamento e ao desgaste tiveram sua resistência à flexão aumentada. O grupo com silicatização e silano obteve a maior força de adesão, seguido do grupo desgastado e com *primer*. O envelhecimento diminuiu a força de adesão dos grupos silicatizados e dos com *primer*. Os autores afirmam que modificações mecânicas na superfície da zircônia aumentam a sua resistência à flexão e que uma associação entre condicionamento mecânico e químico pode aumentar a adesão.

Ainda nesse mesmo ano, Bonfante et al.²⁶ avaliaram os níveis de tensões na infraestrutura e na porcelana de cobertura por meio da análise pelo método dos elementos finitos, em coroas de zircônia, comparando uma infraestrutura alternativa versus padrão. Houve simulação mecânica/térmica e de fadiga por movimentos bucais em máquina de ensaios em laboratório. Os testes foram realizados em coroas e por elementos finitos. As dimensões de um primeiro molar inferior foram utilizadas para confecção de um modelo em CAD/CAM. A coroa foi projetada usando o espaço entre o dente original e o dente preparado. A infraestrutura alternativa apresentava um ombro lingual adicional que diminuía a quantidade da porcelana. Nesse tipo de coroa, a porcelana na lingual revestia somente as cúspides indo até o terço médio. Foi realizada uma análise pelo método dos elementos finitos para avaliação das tensões residuais na zircônia e na porcelana. O modelo foi termicamente carregado de 900 a 25 °C. A mudança de temperatura mostrou baixo nível de tensões residuais nos dois grupos. A simulação mecânica mostrou melhores resultados para a coroa de design alternativo. Foi encontrada confiabilidade

significativamente mais alta para a coroa alternativa. Os autores concluíram que o design alternativo proposto por eles gerou valores de resistência superiores aos de uma coroa convencional. Segundo eles, com as condições propostas, houve uma maior confiabilidade do desenho alternativo da infraestrutura.

Andreiuolo et al.¹¹ (2011) realizaram uma revisão de literatura sobre os principais aspectos da zircônia, como sua tenacificação, degradação, cimentação e tratamento de superfície. Segundo os autores, a zircônia surgiu em busca de melhores propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos. O notável desempenho da zircônia, já explorado em diversas aplicações médicas e de engenharia, deve-se principalmente à transformação da fase tetragonal metaestável para a fase monoclinica ($t \rightarrow m$). Segundo os autores a zircônia já é comprovadamente indicada sob os aspectos biológicos, funcionais e estéticos e cabe ao cirurgião-dentista estar informado quanto às suas propriedades, sistemas disponíveis e suas rotas de processamento.

Göstemeyer et al.⁴⁹ (2012) avaliaram o efeito de diferentes coeficientes de expansão das cerâmicas de cobertura na adesão com a Y-TZP, usando uma abordagem de mecânica de fratura. Sete tipos de porcelana de cobertura (VM7, VM9, VM13, Lava Ceram, Zirox, Triceram, Allux) e um tipo de zircônia (Lava frame) foram estudados. As porcelanas indicadas para recobrimento de zircônia são: Lava Ceram, VM9 e Triceram. Os autores realizaram entalhes e utilizaram o teste de flexão em quatro pontos para posteriormente calcular a taxa de liberação de energia elástica armazenada (G). Os valores de coeficiente de expansão térmica entre 50° e 450°C em ppmK^{-1} , foram para as porcelanas, seguindo a ordem escrita acima, foram respectivamente de 7,2; 9,2; 13,4; 9,7; 9,5; 8,6; 7,4 e para a zircônia foi de 10,6. Os autores obtiveram valores de estresse residual variando de 48,3 MPa (VM7) até 36,1 MPa (VM13) com diferença significativa entre todos os grupos ($p < 0,05$). Para G obtiveram valores de 8,2 J/m^2 (Lava Ceram) até 17,1 J/m^2 (VM9). Para as marcas VM7, Allux e VM13 não foi possível obter os valores para G devido a descolamentos espontâneos da porcelana ou desenvolvimento instável da trinca. Como conclusão os autores salientaram que o estresse residual e a taxa de liberação de energia estão correlacionadas. Segundo eles, um estresse de aproximadamente 20 MPa foi

benéfico para a adesão do conjunto zircônia/porcelana, porém valores maiores ou menores que isso exibiram diminuição da adesão.

Anusavice²⁴, em 2012, teve como objetivo padronizar a nomenclatura em relação aos lascamentos da porcelana de cobertura. O autor realizou uma revisão sistemática sobre lascamentos em zircônia para mostrar a dificuldade em se padronizar a linguagem para classificar esse problema. O autor afirma que o lascamento é uma falha coesiva comum da porcelana de cobertura, mas que em muitas vezes é um problema de origem desconhecida. Segundo o mesmo, uma padronização desses eventos ajudaria em uma melhor compreensão das propriedades da zircônia além de criar ações no futuro para prevenir ou reduzir significativamente a frequência das fraturas por lascamento. Anusavice defendeu a ideia de se usar o termo fratura por lascamento ao invés de somente lascamento, uma vez que este termo quando usado isoladamente pode dar a sensação de um evento de menor consequência. Além disso, classificou as fraturas por tamanho e sugeriu um guia de tratamento para eventuais falhas. Como por exemplo, para fraturas pequenas da porcelana o polimento ou uma restauração com resina da porcelana e para fraturas grandes da porcelana onde o polimento ou uma restauração não seria suficiente a troca da coroa seria indicada.

Lee et al.²⁹ (2012) estudaram o efeito dos tratamentos de superfície no envelhecimento em autoclave de zircônias. Quatro zircônias policristalinas e uma com alumina foram utilizadas. Espécimes em formato de disco foram fabricados e os tamanhos de grãos analisados por MEV. Em relação aos tratamentos de superfície as amostras foram divididas em três grupos: aquecimento a 1200°C por 2 horas após polimento especular, desgaste com disco diamantado (180 µm) e jateamento com Al₂O₃ (250 µm; 10 s; 10 mm; 4 bar de pressão). Todas as amostras foram posteriormente autoclavadas à 134°C por 1, 3, 5, 10 e 15 h. Observou-se que somente para a zircônia com alumina o tamanho de grão não influenciou na degradação, sendo as com grãos maiores mais susceptíveis. O desgaste e o jateamento promoveram transformação (t→m) em todas as amostras, principalmente no grupo zircônia-alumina. Foi encontrada uma grande diferença de fase monoclinica quando comparados os grupos jateados e desgastados com o grupo polido com tratamento térmico, sendo a quantidade do grupo com tratamento

térmico aproximadamente quatro vezes menor; além disso, o tratamento térmico conseguiu reverter a transformação $t \rightarrow m$ ocorrida após a degradação. Segundo os autores, é esperado que nem todas as cerâmicas de zircônia apresentem transformação de fase semelhante por autoclave após tratamentos de superfície.

Liu et al.⁴¹ (2013) estudaram tratamentos de superfície para aumentar a adesão da porcelana na zircônia. Três métodos foram testados compondo os seguintes grupos: sem tratamento (controle), jateado (grupo J – partículas de alumínio de 50 μm , 15s, 3,5 bar), jateamento + tratamento térmico (1000°C/15min - grupo JT) e irradiação à laser de CO₂ (Nd:YAG modo pulsado - grupo L). Após os tratamentos na superfície da zircônia foi realizada a aplicação de porcelana. Metade dos espécimes de cada grupo foram avaliados imediatamente em relação a força de adesão e metade mantidos em água por um mês antes do teste de cisalhamento. DRX foi utilizado para averiguar as alterações cristalográficas na superfície da zircônia. O grupo controle mostrou valores de resistência adesiva estatisticamente menores do que os outros grupos, entre os grupos J, JT e L não houve diferença estatística. Além disso, não houve diferença entre o inicial e os mantidos em água. O jateamento causou transformação $t \rightarrow m$ e o tratamento térmico reverteu essa transformação. No grupo tratado com laser não houve modificação cristalográfica. Segundo os autores, tanto o jateamento quanto o laser aumentaram a adesão, portanto a aplicação do laser pode ser uma alternativa viável para aumento da adesão entre zircônia/porcelana.

Ainda em 2013, Elsaka⁴⁷ utilizando o cálculo da taxa de liberação de energia (G) avaliou tratamentos superficiais com condicionamento químico na adesão de sistemas de cimento resinoso em titânio. Corpos de titânio comercialmente puro (cp Ti) foram divididos em cinco grupos experimentais: Gr C (usinado, controle), Gr A (jateamento), Gr E15, Gr E30 e Gr E60 (grupos com solução condicionante experimental aplicada por 15, 30, ou 60 minutos, respectivamente). Para o teste de G cada grupo foi subdividido em dois, de acordo com o tipo de cimento utilizado (i CEM ou Multilink Speed). O valor de G foi avaliado após 24h dos corpos mantidos em água destilada ou após a termociclagem (10.000 ciclos, 5°C a 55°C), tal valor foi alterado estatisticamente pelo tipo de cimento, tratamento de superfície e a termociclagem. Após a termociclagem os grupos cp Ti/i CEM (Gr E30 e Gr E60)

apresentaram maiores valores de G. As micrografias (AFM e MEV) mostraram modificações superficiais após os tratamentos. O G entre o cimento e o titânio pode ser aumentado com o uso do condicionamento a quente proposto pelo estudo antes da aplicação do cimento.

Em 2014, Pereira et al.¹⁴ avaliaram os efeitos do desgaste na morfologia superficial, transformação de fases, resistência à flexão biaxial e módulo de Weibull da zircônia, realizando desgastes com discos diamantados (25 μm e 160 μm) e fresas (25 μm e 181 μm). Os grupos foram: sem tratamento, desgastados com fresas e desgastados com discos diamantados. Peça de mão e contra ângulo (170.000 rpm) foram utilizados para o desgaste com fresa, em relação aos discos foi utilizado uma politriz, ambos com refrigeração. Observaram diferenças morfológicas entre desgaste com fresas e com discos, independente da granulação. Os desgastes com fresas foram muito mais agressivos superficialmente que com discos. Para os desgastes com baixa granulação (25 μm) os valores foram estatisticamente semelhantes entre si e com resistência à flexão maior que o controle (918 MPa). Para desgastes com alta granulação (160 μm e 181 μm), as desgastadas com fresa apresentaram maiores valores de resistência (1136 MPa) que as com discos (728 MPa). Os grupos apresentaram módulo de Weibull semelhantes. Como uma observação importante, do ponto de vista metodológico, os autores destacaram que discos de diamante não deveriam ser empregados para simular a abrasão feita por fresas diamantadas, visto que as alterações micromorfológicas são diferentes, mesmo nas mesmas granulações.

Subaşı et al.³³ (2014) avaliaram a influência de alguns procedimentos de condicionamentos e repetidas queimas em relação ao conteúdo monoclinico, rugosidade e resistência à flexão da zircônia antes da cimentação. Barras de zircônia sujeitas a nenhum tratamento (controle), desgaste com fresa (110 μm) e jateamento com Al_2O_3 (110 μm) foram utilizadas. Realizou-se avaliação da rugosidade e de micrografias em MEV. Foram realizadas 2 ou 10 queimas (900 °C, 1 min) para mimetizar a aplicação da porcelana de cobertura. Os autores observaram uma rugosidade aumentada e maior quantidade de fase monoclinica nas amostras após os tratamentos. A resistência à flexão foi mensurada por meio da flexão em 3 pontos e não foi afetada pelo desgaste ou jateamento nem pelas queimas, mas o

módulo de Weibull das jateadas diminuiu após a décima queima. Depois da queima, uma quantidade insignificante de conteúdo monoclinico permaneceu nas superfícies de zircônia. Superfícies mais ásperas permaneceram com mais conteúdo monoclinico do que superfícies não tratadas. Os autores destacaram que múltiplas queimas podem ser feitas para reversão de fase, mas a probabilidade de fratura pode aumentar em superfícies rugosas.

Ainda em 2014, Sonza et al.²⁵ avaliaram o efeito do material da infraestrutura no comportamento de fratura de coroas protéticas. As coroas foram fabricadas utilizando uma matriz metálica simulando um dente preparado. Quatro grupos foram avaliados: In-Ceram YZ, produzido por CAD-CAM; In-Ceram Zirconia, produzido por CAD-CAM; In-Ceram Zirconia produzido por fundição por suspensão; e Wironia light (metal - fundição). Todas as infraestruturas foram revestidas com porcelana de cobertura respectiva do seu fabricante e cimentadas em uma estrutura semelhante a um preparo. Os espécimes receberam, em uma máquina de testes universal, carga de compressão até a falha. Após a quebra os espécimes foram avaliados fractograficamente. Foram encontradas diferenças significativas entre os grupos, as infraestruturas metálicas apresentaram os maiores valores, estatisticamente semelhante ao In-Ceram YZ. Não houve diferença estatística entre os grupos In-Ceram YZ, In-Ceram Zirconia, produzido por CAD-CAM e In-Ceram Zirconia produzido por fundição por suspensão. As infraestruturas metálicas e as In-Ceram YZ não mostraram falhas catastróficas. Os dois tipos de In-Ceram Zirconia apresentaram lascamento da porcelana e falhas catastróficas semelhantes. Segundo os autores, os sistemas metálicos e as In-Ceram YZ apresentaram maiores resistência de fratura e menos falhas que as coroas de In-Ceram Zirconia, independente do tipo de fabricação.

Wang et al.⁴⁴ (2014) realizaram um estudo a respeito da adesão entre a zircônia e a porcelana de cobertura. Segundo os autores, a fratura da porcelana, ou sua delaminação são dois tipos de falhas comuns nas próteses de zircônia. De acordo com os autores, isso pode estar relacionado a uma fraca adesão. Para a avaliação da resistência da interface os autores utilizaram o método do teste mecânico de flexão em 4 pontos e posteriormente a equação proposta por Charalambides para o calculo da taxa de liberação de energia elástica armazenada

(G) pela fratura na interface. Os espécimes bicamadas foram divididos em dois grupos de acordo com a aplicação ou não de *liner* e em três subgrupos de acordo com a espessura da porcelana (2,25, 1,5 e 1 mm). Segundo os autores, os grupos sem o *liner* obtiveram maiores valores de G. Além disso, nos dois tipos de interface (com ou sem *liner*) as fraturas foram semelhantes microscopicamente, com partes de *liner* e de porcelana aderidos na zircônia. Os autores também concluíram que esse método de avaliação de interfaces adesivas pelo cálculo do G é um método eficiente.

Já em 2015, Güngör et al.¹⁶ avaliaram o efeito de tratamentos de superfície na resistência à flexão biaxial, transformação de fase e rugosidade média da zircônia bicamada (Kavo e Noritake). Foram idealizados quatro grupos: controle, jateamento com Al_2O_3 (110 μm), desgaste com fresa diamantada (100 μm) e desgaste com jateamento. O grupo desgaste com jateamento foi o que mostrou maior quantidade de fase monoclinica e maiores rugosidades para os dois tipos de zircônia. Para a marca Kavo foram encontrados maiores valores de resistência após o jateamento, porém com menor valor de módulo de Weibull. Como conclusão, os autores afirmaram que os tratamentos de superfície utilizados afetaram a transformação de fase, a rugosidade superficial e a resistência à flexão dos materiais estudados.

Polli et al.³⁶ (2016) avaliaram o efeito do desgaste e do tratamento térmico (TT) no limite de fadiga e na superfície de amostras de zircônia. As barras de zircônia receberam ou não desgaste de 0,3 mm com pontas diamantadas com e sem irrigação. Metade das amostras sem desgaste e metade das amostras com desgaste receberam tratamento térmico (1000 °C por 30 min). O limite de fadiga (500.000 ciclos, 10 Hz) foi avaliado pelo método da escada com um dispositivo de flexão em 4 pontos. Os autores observaram que o desgaste aumentou o limite de fadiga dos grupos não tratados termicamente. Não houve diferença estatística entre os grupos que receberam o tratamento térmico independente da realização do desgaste ou não, porém o TT aumentou o limite de fadiga do grupo controle. Os dois tipos de desgaste provocaram ranhuras na superfície da zircônia. Além disso, os autores observaram que o desgaste diminuiu a quantidade de fase monoclinica do material e o TT praticamente zerou essa fase.

Ainda em 2016, Canneto et al.¹⁹ avaliaram os defeitos superficiais produzidos em cerâmicas após desgaste com disco diamantado (75 µm, 54 µm e 18 µm) e por meio de cálculos matemáticos estimaram a perda de resistência a flexão com base nas trincas. As cerâmicas utilizadas foram 3Y-TZP (LavaTM), Al₂O₃ densa (In-Ceram AL), alumina infiltrada de vidro (In-Ceram Alumina) e alumina-zircônia infiltrada de vidro (In-Ceram Zircônia). Utilizou-se MEV para a observação dos defeitos. O desgaste produziu defeitos superficiais em todas as zircônias avaliadas. O comprimento do maior defeito e as porcentagens de perda na resistência à flexão foram, respectivamente: 3Y-TZP (12,7 µm; 12%), alumina densa (48,2 µm; 49%), alumina infiltrada de vidro (62,4 µm; 38%) e alumina-zircônia infiltrada de vidro (56,8 µm; 34%). As maiores alterações foram obtidas com os discos de 75 µm, já para desgastes de 18 µm não houve lascamento em nenhum grupo. Segundo os autores, o desgaste após a sinterização deve ser evitado com materiais com granulometria superiores a 75 µm, como regra geral. Para a alumina e a alumina infiltrada em vidro, o uso de abrasivos com granulometria de 54 µm ainda induz danos que podem afetar a resistência. A remoção de tais danos de uma estrutura remodelada é obrigatória usando diamantes sequencialmente mais finos antes da aplicação de cerâmica de cobertura, especialmente em áreas críticas, como margens, conectores e superfícies internas.

Ramos et al.²⁰ (2016) avaliaram o efeito do desgaste e do tratamento térmico na rugosidade, resistência à flexão e módulo de Weibull da zircônia. Os autores obtiveram sete grupos, sendo o controle e outros seis grupos desgastados com discos diamantados (200 µm, 160 µm e 25 µm) sendo que desses desgastados metade foi submetido ao tratamento térmico (1200 °C por 2 h). Não houve correlação entre a resistência à flexão e a rugosidade. O módulo de Weibull não foi afetado pelo desgaste ou pelo aquecimento, mas a resistência característica foi maior depois do desgaste. Foi observada maior quantidade de fase monoclinica após o desgaste e uma reversão de fase após o tratamento térmico. Após o tratamento térmico a maioria dos grupos apresentou maiores valores de resistência. Além disso, os autores destacaram que quando a zircônia precisa ser ajustada, uma superfície mais lisa pode ser obtida empregando-se discos mais finos. Em relação

ao tratamento térmico, os autores indicam após o ajuste para a reversão da fase monoclinica e para a diminuição da degradação do material.

Hatanaka et al.³⁴ (2017) estudaram o efeito dos ajustes feitos nas infraestruturas de zircônia por meio de desgaste. Os autores avaliaram os aspectos microestruturais, cristalográficos, resistência à flexão e módulo de Weibull de uma zircônia após desgaste com ou sem irrigação e tratamento térmico. Os grupos foram: somente sinterizado (controle), sinterizado com tratamento térmico; desgaste sem água; desgaste sem água e tratamento térmico, desgaste com água e desgaste com água e tratamento térmico. O desgaste foi realizado com fresa diamantada (150 μm) em alta rotação. O tratamento térmico foi efetuado a 1000 °C por 30 min. Os autores observaram transformação de fase $t \rightarrow m$ após o desgaste e reversão da transformação após o tratamento térmico. Os grupos desgastados apresentaram maiores valores de resistência à flexão. O tratamento térmico avaliado não influenciou a resistência à flexão. Em relação às micrografias, os autores avaliaram as laterais das amostras e observaram pequenos lascamentos. Segundo os autores, o desgaste com alta rotação deve ser feito preferencialmente com irrigação e, posteriormente ao desgaste, é interessante a realização do tratamento térmico para reversão de fase $m \rightarrow t$.

Lundberg et al.³¹ (2017) realizaram uma revisão de literatura a respeito do efeito do desgaste e do jateamento na união zircônia/porcelana de cobertura. Os autores realizaram a busca nas bases de dados PubMed, Cochrane Library e Science Direct. Doze estudos foram selecionados. Os métodos de teste utilizados nos estudos originais incluíram cisalhamento, teste de resistência de união à tração e teste de resistência de união por microtração. A maioria dos estudos utilizou o teste de cisalhamento. Os resultados mostraram uma grande variação dentro de cada tratamento de superfície na zircônia, usando diferentes tamanhos de partículas, tempo e pressão de jateamento. Como conclusão os autores observaram que o jateamento, de uma forma geral, resultou em melhora da união zircônia/porcelana, sendo considerado um tratamento viável para o melhoramento da prótese. Em relação ao desgaste, os autores afirmaram que na literatura existem trabalhos que indicam o desgaste como forma de melhorar a superfície para a união com a porcelana, mas por outro lado há outros que notam que o desgaste não influencia.

Vidotti et al.⁴³ (2017) avaliaram a influência da fadiga térmica e mecânica na resistência ao cisalhamento de diferentes sistemas totalmente cerâmicos. Os sistemas cerâmicos testados foram dissilicato de lítio e zircônia estratificados com porcelana, os autores utilizaram uma liga metálica como grupo controle (CoCr). As amostras foram submetidas a um teste de cisalhamento, sendo metade submetida a termociclagem. As amostras foram termocicladadas pela primeira vez por 6000 ciclos entre 5 e 55 °C em água deionizada com tempo de permanência de 15 s e tempo de transferência de 5 s. Depois disso, os espécimes foram submetidos à ciclagem mecânica em ambiente aquoso a 37 °C com uma máquina de ciclagem mecânica com indentador de 3,2 mm de diâmetro, induzindo carga de 50 N por 20.000 vezes com uma frequência de 1 ciclo por segundo. A termociclagem não influenciou na resistência de união. No entanto, houve diferença significativa entre sistemas ($p < 0,01$). O grupo CoCr apresentou os maiores valores, seguido pelo dissilicato de lítio e zircônia. Os modos de falha predominantes foram adesivos para CoCr, coesos no núcleo para dissilicato de lítio e coesos na cerâmica para zircônia. Observou-se com energia dispersiva de raios X zonas de interação para os grupos CoCr e dissilicato de lítio; para a zircônia esse teste foi inconclusivo. A fadiga não teve influência na força de união dos grupos testados. Segundo os autores, os resultados sugerem que existe uma ligação química entre os materiais do núcleo de CoCr e dissilicato de lítio com a porcelana de cobertura.

Ainda em 2017, Candido et al.³⁵ caracterizaram a superfície de uma Y-TZP frente ao desgaste com pedra diamantada e tratamento térmico. Os autores avaliaram fase cristalina, morfologia, rugosidade média (Ra) e molhabilidade e determinaram um protocolo de tratamento térmico para a reversão da transformação $t \rightarrow m$ oriunda do desgaste. O desgaste foi realizado com pedra diamantada com e sem irrigação com água. Foi observado aumento da rugosidade, da molhabilidade e de conteúdo monoclinico na superfície das amostras após o desgaste a seco e a úmido. Para achar-se o protocolo de tratamento térmico utilizou-se DRX *in situ* de alta temperatura, o que mostrou reversão da transformação da fase $m \rightarrow t$, iniciada a 700 °C e concluída a 800 °C em um forno convencional. Como conclusões os autores salientaram que o desgaste com pedra diamantada é melhor ser feito a seco

e que a transformação $t \rightarrow m$ pode ser revertida por tratamento térmico a 800 °C ou 900 °C por 60 min ou 1000 °C por 30 min.

Polli et al.³² (2018) avaliaram o efeito do desgaste e do tratamento térmico no limite de fadiga flexural e caracterizaram a superfície da Y-TZP. Os grupos foram sinterizado (AS = grupo controle), desgastado sem irrigação (G) e com irrigação (WG). O desgaste (0,3 mm) foi realizado com pedra diamantada em baixa rotação. Metade das amostras foi submetida ao tratamento térmico (1000 °C, 30 min), formando os grupos AS/R, WG/R e G/R. O limite de fadiga (500.000 ciclos, 10 Hz) foi determinado por método de escada em um dispositivo de flexão em 4 pontos. Houve diferença estatística para o protocolo de desgaste (com ou sem irrigação), tratamento térmico e sua interação. Nos grupos não submetidos ao tratamento térmico, o limite médio de fadiga à flexão do WG foi maior ($P < 0,05$) do que o G e AS, sem diferença entre os dois últimos. O tratamento térmico aumentou o limite de fadiga do grupo AS e diminuiu os grupos G e WG ($P < 0,05$). Os desgastes criaram ranhuras evidentes na superfície de zircônia. As porcentagens (% em peso) de fase monoclinica antes do carregamento cíclico foram: AS 7,4, AS/R 6,5, G 2,8, G/R 0,0, WG 4,4, WG/R 0,0; e após carregamento cíclico foram: AS 8,6, AS/R 1,2, G 2,4, G/R 5,7, WG 6,3, WG/R 0,0. O desgaste com irrigação não comprometeu o limite de fadiga da zircônia, aumentando sua resistência mecânica. Segundo os autores, o tratamento térmico reduziu o limite de fadiga das amostras desgastadas, apesar de reduzir a quantidade de fase monoclinica em todas as condições experimentais.

Lee et al.³⁸ (2018) avaliaram o efeito da composição química de *liners* sobre a resistência ao cisalhamento entre a cerâmica de revestimento de dissilicato de lítio e infraestrutura de zircônia. Quatro grupos foram obtidos de acordo com a composição do *liner*: controle negativo (lítio e fósforo removido do *liner* convencional), grupo Li (lítio adicionado ao grupo controle negativo), grupo P (fósforo adicionado ao controle negativo) e Li + P como controle positivo (*liner* convencional). Após a aplicação do *liner*, o dissilicato de lítio foi prensado sobre zircônia. As amostras foram armazenadas em água destilada (37 °C, 24 h) antes de se realizar o cisalhamento. A presença ou ausência de lítio e fósforo influenciou a eficácia do *liner*. Os grupos controle negativo e P apresentaram falhas principalmente coesivas e o grupo Li, principalmente, falhas mistas. Falhas adesivas e mistas foram observadas no grupo

Li + P. Os grupos incluindo lítio apresentaram resistência de união significativamente maior que o grupo controle negativo ou Li + P ($p < 0,05$). O grupo que incluiu fósforo, que apresentou maior cristalinidade, apresentou resistência de união significativamente menor que os grupos controle negativo e Li + P ($p < 0,05$). Como conclusão os autores afirmaram que as diferenças na composição do revestimento podem afetar a molhabilidade e a reatividade e, como resultado, a resistência de união foi diferente.

Abdullah et al.³⁰ (2019) avaliaram e compararam o efeito de diferentes tratamentos e técnicas na resistência ao cisalhamento da interface zircônia/porcelana. Cubos de zircônia sinterizada ($n=136$) foram preparados e divididos aleatoriamente em quatro grupos de estudo, de acordo com os métodos correspondentes de tratamento de superfície e materiais: GLN (desgaste seguido de tratamento a laser usando Noritake Cerabien ZR), SLN (jateamento seguido de laser usando Noritake Cerabien ZR), GLV (desgaste seguido por laser usando VITA VM 9) e SLV (jateamento seguido de laser usando VITA VM 9). Um rugosímetro, MEV, DRX, EDS, uma máquina universal de teste e um estereomicroscópio foram utilizados para caracterizar a rugosidade superficial (R_a), a morfologia da superfície, a transformação de fases, composições elementares, teste de cisalhamento e tipos de falha, respectivamente. As amostras foram analisadas com (saliva artificial, 1 mês) e sem envelhecimento. O desgaste e o GLN como primeiro e segundo tratamentos de superfície forneceram valores menores de R_a em ambas as condições ($1,05 \pm 0,24 \mu\text{m}$, $1,30 \pm 0,21 \mu\text{m}$) em comparação com jateamento e outros grupos ($P < 0,05$). O grupo GLN mostrou maiores valores de resistência ao cisalhamento em ambas as condições ($31 \pm 3 \text{ MPa}$, $29 \pm 4 \text{ MPa}$), enquanto o grupo SLV registrou a menor ($24 \pm 4 \text{ MPa}$, $23 \pm 4 \text{ MPa}$) ($p < 0,05$). O jateamento mostrou transformação de fase $t \rightarrow m$. O tipo de falha mista foi a mais comum entre todos os grupos. Segundo os autores, o grupo GLN mostrou ser um método confiável que proporcionou resistência de união satisfatória entre o revestimento e a zircônia. Além disso, eles afirmam que este método pode preservar a integridade das próteses.

Toyama et al.³⁹ (2019) avaliaram a resistência e a confiabilidade estrutural de espécimes bicamadas de zircônia usando configurações convencionais (cerâmica de porcelana sob tensão de tração) e configurações bioinspiradas (zircônia sob tensão

de tração). Utilizou-se uma infiltração de sílica (sol-gel) que serviu como uma transição suave entre a zircônia e a porcelana de cobertura. O modo de falha e o mecanismo adesivo interfacial foram analisados usando o teste de arranhão e a indentação interfacial. Amostras em duas camadas foram produzidas para testes de flexão biaxial com Y-TZP e cerâmica prensada, que foram divididas em quatro grupos (n = 30): convencional (C), convencional infiltrado (IC), bioinspirado (B) e infiltrado bioinspirado (IB). Os dados do teste de resistência à flexão biaxial foram avaliados pela estatística de Weibull (IC 95%) para determinação do módulo de Weibull (m). A camada de infiltração foi caracterizada por DRX e SEM, FEG-SEM e EDS. O grupo infiltrado bioinspirado foi o mais confiável (m = 9,59).

Bastos et al.⁴⁰ (2020) caracterizaram um tratamento sonoquímico na resistência de união da cerâmica Y-TZP/porcelana de cobertura. Os autores obtiveram quatro grupos: somente aplicação de liner (C), jateamento com partículas de alumínio de (AOX), sonificação em zircônia pré-sinterizada com 40% da potência nominal (S40) e sonificação pré-sinterizada com ultrassom a 70% da potência nominal (S70). A topografia e a rugosidade da superfície foram analisadas por microscopia confocal a laser, microscopia de força atômica e microscopia eletrônica de varredura. A transformação de fase foi identificada por meio de espectroscopia Micro-Raman. As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento e os modos de falha foram examinados e classificados por análise fractográfica. O tratamento sonoquímico foi realizado com ondas sonoras de baixa potência (S40) e ondas sonoras de alta potência (S70), ambas produzindo cavitação acústica na superfície das amostras, por meio de um processador de líquido ultrassônico. Não foram observadas diferenças entre os grupos quanto à rugosidade superficial. Os grupos C e AOX apresentaram as maiores medianas de cisalhamento significativamente diferentes do S40, que apresentaram menores valores. Todas as amostras apresentaram transformação de fase. A maioria das amostras apresentou falhas mistas. Embora o tratamento sonoquímico alternativo não tenha levado a uma resistência de união suficiente no conjunto Y-TZP/ porcelana, causou menos danos à superfície da cerâmica do que o jateamento. Segundo os autores, apenas o uso do *liner* pareceu ser melhor do que adicionar o tratamento sonoquímico.

Li et al.³⁷ (2020) realizaram uma revisão de literatura a respeito das próteses de zircônia. Segundo os autores, a aplicação do sistema de zircônia estratificada na clínica dura algumas décadas devido ao excelente desempenho estético. Como resultado, os autores observaram que em muitos casos ainda ocorrem a delaminação da porcelana na interface entre a infraestrutura de zircônia e a cerâmica de cobertura. Os autores observaram ainda que são realizados muitos trabalhos para a melhora dessa união, como o jateamento, tratamentos com laser e desgaste. A maioria dos estudos focou nos fatores de influência que afetaram a longevidade da restauração dentária. Além disso, segundo eles, um novo tipo de zircônia, a zircônia monolítica, veio para acabar com o problema da delaminação. A zircônia monolítica é uma zircônia utilizada como corpo único, sem a necessidade do revestimento pela porcelana de cobertura.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Composição Dos Grupos Experimentais

A nomenclatura adotada para os grupos experimentais é dada na Tabela 1.

Tabela 1- Nomenclatura adotada para os grupos experimentais

Grupo	Condição
C	Zircônia sinterizada, não desgastada, sem tratamento térmico - controle
C900	Zircônia sinterizada + tratamento térmico a 900 °C por 60 min
C1000	Zircônia sinterizada + tratamento térmico a 1000 °C por 30 min
D	Zircônia sinterizada, desgastada, sem tratamento térmico
D900	Zircônia sinterizada, desgastada + tratamento térmico a 900 °C por 60 min
D1000	Zircônia sinterizada, desgastada + tratamento térmico a 1000 °C por 30 min

Fonte: Elaboração própria

4.2 Obtenção Dos Corpos De Prova De Zircônia

Blocos de zircônia 3Y-TZP (LavaTM Frame Zircônia, 3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha) pré-sinterizados foram cortados em cortadeira metalográfica de alta precisão (ISOMET 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) utilizando-se disco diamantado (Series 15LC Diamond, Buehler, Illinois, EUA) sob irrigação com água para obtenção de 90 barras de 25 × 5 × 1,9 mm (Grupo D) e outras 60 barras de 25 × 5 × 1,5 mm (Grupo C).

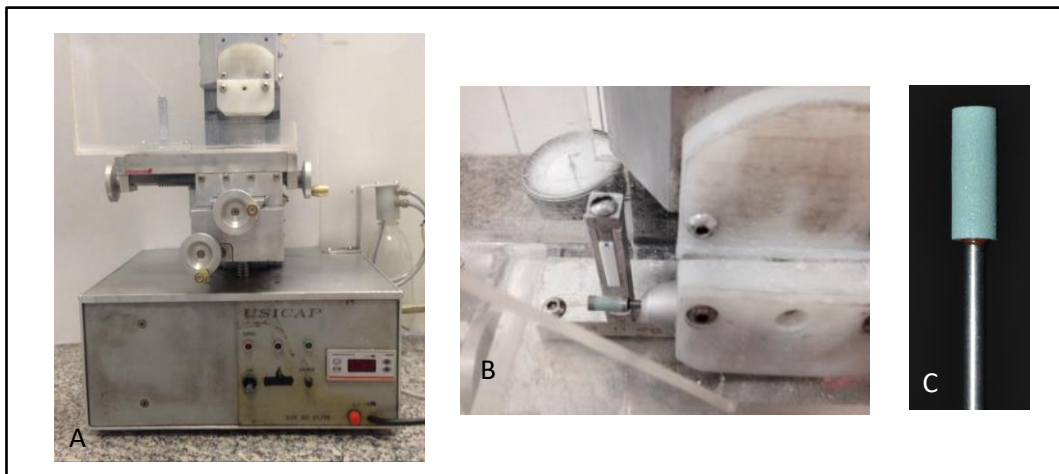
Foi realizado acabamento com pontas de silicone (Exa-cerapol, Edenta, Labordental, Hauptstrasse, Suíça) para remoção de irregularidades oriundas do corte. As amostras foram sequencialmente polidas com lixas de carvão de silício #1200, #1500 e #2000 (401Q, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) e mensuradas em paquímetro digital (500-144B, Mitutoyo Sul Americana, Suzano, SP, Brasil). A sinterização foi realizada conforme orientação do fabricante (tempo total de 8h com temperatura final de 1500 °C) em um forno Lava Furnace 200 (Dekema, Dental-Keramiköfen, Freilassing, Alemanha), assumindo-se uma contração linear de sinterização de aproximadamente 20% resultando em espécimes com 20 × 4 × 1,5

mm para os grupos submetidos à desgaste e $20 \times 4 \times 1,2$ mm para os grupos controle.

4.3 Desgaste Da Zircônia

Com auxílio de um aparelho padronizador (ciclos, angulação e posição da amostra e da pedra) de desgaste de concepção e fabricação própria, foram desgastados 0,3 mm da zircônia do grupo D utilizando-se pedra diamantada cilíndrica, indicada para desgaste de zircônia, de granulometria média (MasterCeram[®], MCE 133 104, Eurodental Comercial Importadora Ltda, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 1). Os corpos de prova foram inseridos em um dispositivo acoplado ao aparelho e por meio de um micromotor (Micromotor Elétrico de Bancada para Prótese LB 100, Beltec, Araraquara, SP, Brasil) instalado em um cabeçote móvel automática foram realizados desgastes sem irrigação com velocidade de rotação de aproximadamente 20.000 rpm³³.

Figura 1 – A) Máquina de desgaste. B) Amostra posicionada na máquina para a realização do desgaste C) Pedra diamantada utilizada.



Fonte: Elaboração própria

4.4 Tratamento Térmico Regenerativo

Para os grupos tratados termicamente (C900, C1000, D900 e D1000), o tratamento foi realizado em forno convencional para cerâmica (AluminiPress, EDG

Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, SP, Brasil) a 900 °C por 60 min (grupos C9 e D9) e 1000 °C por 30 min (grupos C10 e D10), conforme definido em estudo anterior³⁵. As amostras foram colocadas no forno somente após este ter atingido a temperatura pré-determinada, prosseguindo o tratamento de forma isotérmica. Após o tratamento térmico as amostras foram removidas do forno e resfriadas em bancada até a temperatura ambiente.

4.5 Propriedades De Superfície

4.5.1 Difração de raios X

Com o intuito de comprovar a completa reversão de fase após os tratamentos térmicos, foi avaliada a presença das fases na superfície tratada de 2 espécimes de cada grupo em difratômetro de raios X (Bruker D8 Advance, Karlsruhe, Alemanha), utilizando-se anodo de cobre λ $K\alpha_1 = 1,5406 \text{ \AA}$ e $K\alpha_2 = 1,5444 \text{ \AA}$, $I\alpha_2/I\alpha_1 = 0,5$, com varredura entre 20° e 80°, passo angular de 0,02° e 3 s de varredura contínua. As fases monoclinica e tetragonal foram identificadas com as estruturas cristalinas descritas por Gualtieri et al.⁵⁰ e Bondars et al.⁵¹ Após a identificação das fases, suas proporções foram determinadas pelo método de Rietveld⁵².

4.5.2 Rugosidade média (Ra)

A rugosidade média (Ra) foi mensurada (n=10) em rugosímetro (Mitutoyo SJ 400, Mitutoyo Corporation, Yokohama, Kanagawa, Japão) com precisão de leitura de 0,01 μm , fundo de escala de 2,5 mm, velocidade da ponta ativa de 0,5 mm/s e raio da ponta ativa de 5 μm . Três medidas foram realizadas em cada espécime para obtenção de uma média. As localizações das medidas foram as mesmas para todos os grupos, a saber, uma no centro e duas equidistantes ao centro (5 mm) no sentido longitudinal do espécime.

4.5.3 Perfilometria óptica

A análise topográfica foi realizada em perfilômetro óptico (PB1000, Nanovea, Irvine, Califórnia, EUA) com varredura em uma área de 500 $\mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ e passo de

5 µm. A imagem gerada foi processada com o software Gwyddion 2.48 (GPL free software).

4.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para caracterização da microestrutura da superfície, duas amostras adicionais de cada grupo foram limpas em ultrassom com acetona (5 min), água destilada (5 min) e álcool isopropílico (5 min), receberam recobrimento com carbono e foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (Inspect F50, FEI, Achtseweg Noord 5, Eindhoven, Holanda). Diferentes magnitudes foram utilizadas para melhor observação da superfície.

Além da caracterização de superfície da zircônia, o MEV também foi utilizado para verificação da posição da trinca na interface, no teste de adesão (teste da taxa de liberação de energia elástica armazenada) (n=2), e caracterização da superfície de fratura (n=2) após os ensaios de flexão dos espécimes bicamada, explicados abaixo. Seguiu-se o mesmo protocolo de limpeza e de metalização das amostras.

4.6 Aplicação Da Porcelana De Cobertura

Foi utilizada a porcelana de baixa temperatura de fusão do sistema IPS e.max Ceram (Ivoclar Vivadent Ltda, Barueri, SP, Brasil), que consiste em uma vitrocerâmica com nanocristais de fluorapatita em uma matriz vítrea. A porcelana foi aplicada, de acordo com o recomendado pelo fabricante, sobre as barras de zircônia a fim de compor corpos bicamadas de 2,4 mm de espessura.⁴⁹ Nos grupos desgastados, a porcelana foi aplicada na superfície que recebeu o desgaste. Inicialmente, as barras foram limpas com banho de água em ultrassom e secas com papel absorvente. Para a aplicação da porcelana utilizou-se um pincel fino de pelo de Marta nº 3 (Kolinsky, Kota, Cotia, SP, Brasil), e para o processo de queima utilizou-se o forno Programat P310 (Ivoclar Vivadent Ltda, Barueri, SP, Brasil). A aplicação foi conduzida em cinco etapas:

- *liner* (IPS e.max Zirliner + IPS Zirliner Build-Up Liquid allround);
- *wash* (IPS e.max Ceram Dentin A4 + IPS Build-UP Liquid allround);

- primeira camada de dentina (IPS e.max Ceram Dentin A4 + IPS Build-UP Liquid allround);
- segunda camada de dentina (mesma porcelana da primeira camada) e
- *glaze* (Glaze paste).

Para todas as etapas seguiram-se queimas de acordo com os parâmetros recomendados pelo fabricante (Tabela 2).

Tabela 2 – Parâmetros de temperatura e tempo utilizados para a aplicação do sistema IPS e.max Ceram.

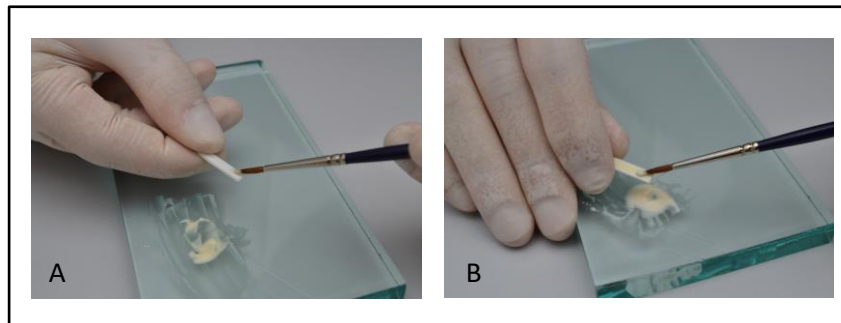
Material	Ti (°C)	ts (min)	q (°C/min)	Tt (°C)	tp (min)	Tv1 (°C)	Tv2 (°C)	Ta (°C)
Zirliner	403	4	40	960	1	450	959	-
Wash	403	4	40	750	1	450	749	-
Dentin	403	4	40	750	1	450	749	-
Glaze	403	6	60	725	1	450	724	450

Ti – temperatura inicial; ts – tempo de secagem; q – taxa de aquecimento; Tf – temperatura final; tp – tempo de permanência; Tv1 – temperatura de início do vácuo; Tv2 – temperatura final de vácuo; Ta – temperatura de abertura do forno.

Fonte: Elaboração própria

Primeiramente foi aplicada uma camada (~0,1 mm de espessura) de uma porcelana fluida chamada de *liner* (Figura 2A), segundo proposta pelo fabricante como um agente de melhora da adesão entre a zircônia e a porcelana de cobertura. Após esse agente de união, aplicou-se uma camada de porcelana convencional fluida chamada de *wash* (Figura 2B), essa camada é constituída pela mesma porcelana utilizada para a estratificação, porém em uma consistência mais fluída para ter melhor adesão ao *liner*, adequando a superfície para a aplicação da camada de Dentina.

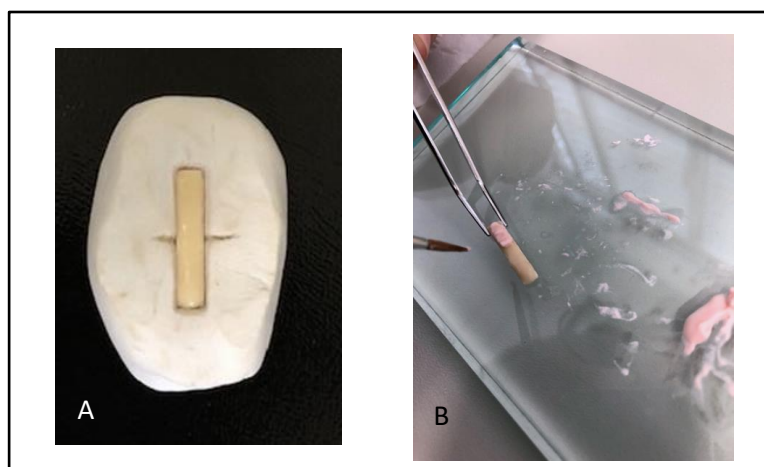
Figura 2 – A) Aplicação do Zirliner. B) Aplicação do Wash.



Fonte: Elaboração própria

A aplicação das camadas de dentina (IPS e.max Ceram Dentin A4) foi realizada com o auxílio de uma matriz de silicone de laboratório (Figura 3A) (Zetalabor, Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália). A primeira queima foi realizada utilizando-se a matriz e a segunda queima (Figura 3B) foi realizada sem a matriz para correções de imperfeições e para a confecção de protuberâncias laterais para posterior regularização. As massas cerâmicas foram preparadas por meio da mistura do pó com os Build-Up Liquids e aplicadas com o pincel. Lenços absorventes foram utilizados para remoção do excesso de água.

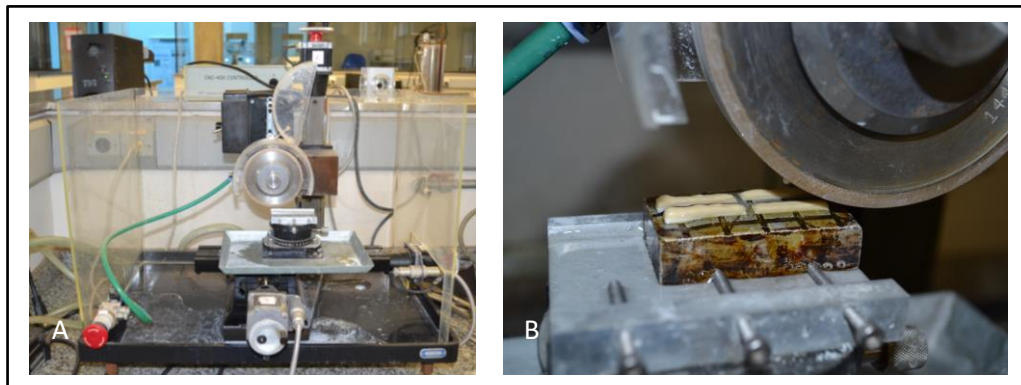
Figura 3 – A) Matriz de silicone utilizada. B) Aplicação da segunda camada de dentina.



Fonte: Elaboração própria

Após a queima das camadas de dentina os espécimes receberam acabamento a fim de deixar as superfícies paralelas. Na superfície da porcelana utilizou-se uma retífica (Figura 4) com rebolo granulação fina Gr. 140/170 Mesh (Dinser ferramentas diamantadas Ltda, Sacomã, São Paulo, Brasil). Nas laterais dos espécimes utilizou-se fresa diamantada PM (Edenta, Labordental, Hauptstrasse, Suíça) seguido de pontas de borracha (126c, Edenta, Labordental, São Paulo, Brasil).

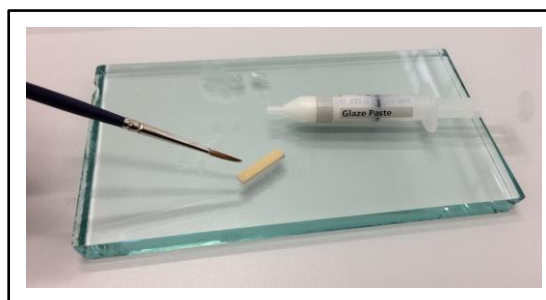
Figura 4 – A) Retífica utilizada para a planificação da porcelana. B) Vista ampliada do rebolo e das amostras montadas em dispositivo para a planificação da superfície.



Fonte: Elaboração própria

Após a paralelização das superfícies, foi realizado o glazeamento por meio da aplicação de Glaze (Figura 5) em consistência de pasta (Glaze paste),

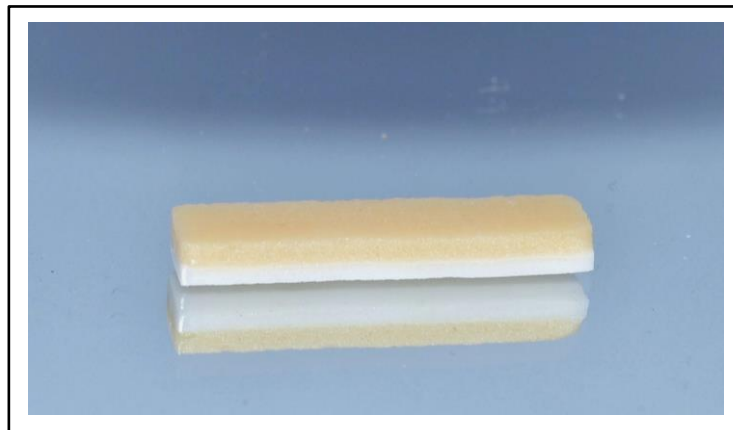
Figura 5 – Aplicação do Glaze na amostra



Fonte: Elaboração própria

As dimensões finais das amostras após a aplicação da porcelana de cobertura foram de 20,0 mm × 4,0 mm × 2,4 mm (com margem de erro de $\pm 0,1$ mm para cada dimensão), obtendo-se proporção zircônia/porcelana de cobertura de 1:1^{44,49} (Figura 6).

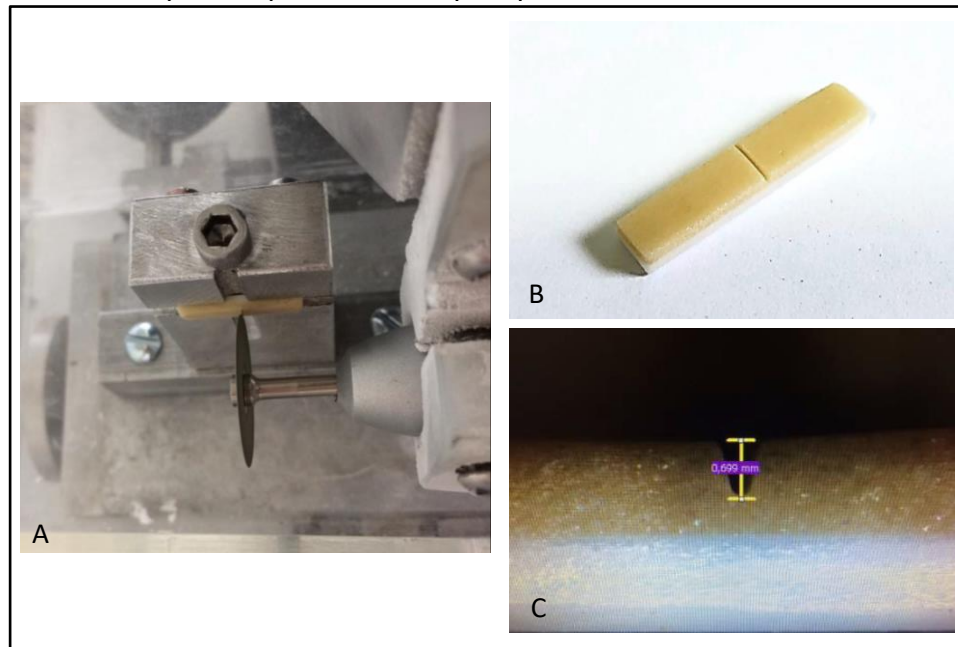
Figura 6 – Espécime bicamada zircônia/porcelana de cobertura (20,0 × 4,0 × 2,4 mm) com proporção de 1:1.



Fonte: Elaboração própria

Após a aplicação da porcelana foi feito um entalhe na superfície da mesma de 0,7 mm de profundidade (Figura 7) para iniciar a fratura. O entalhe foi feito com disco diamantado (0,1 × 22 mm) dupla face 7020 KG (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil) no centro do espécime, em profundidade padronizada com auxílio de um relógio comparador acoplado ao dispositivo padronizador de desgaste. A verificação da profundidade foi realizada em microscópio óptico Leica (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) com programa de análise de imagem Leica Application Suite EZ (Leica Microsystems Ltd., Heerbrugg, Suíça).

Figura 7 – Em (A) dispositivo e disco utilizados para a confecção do entalhe, em (B) entalhe realizado na superfície da porcelana de cobertura e em (C) verificação da profundidade do entalhe (0,7 mm) em microscópio óptico.



Fonte: Elaboração própria

4.7 Taxa De Liberação De Energia Elástica Armazenada (G)

O parâmetro G correspondente ao trabalho de fratura foi utilizado para avaliar a resistência à fratura da união entre a porcelana de cobertura e a zircônia. Para seu cálculo utilizaram-se valores obtidos por meio da flexão em quatro pontos dos espécimes (n=13). O teste de flexão em quatro pontos foi realizado com a face da porcelana entalhada em tração, com o auxílio de um dispositivo acoplado à máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL2000, Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, Brasil) com célula de carga de 5 kN e velocidade de 0,1 mm/min⁴⁴. Em relação ao dispositivo utilizado, os spans externos tinham distância de 16 mm e os internos de 8 mm, seguindo-se a ISO 6872⁵³.

Para o cálculo da taxa de liberação de energia elástica armazenada (G) foi utilizada a equação proposta por Charalambides et al.⁴⁵:

$$G = \frac{\eta (P^2 l^2 (1 - \nu_1^2))}{E_1 b^2 h^3}$$

Sendo P = valor da carga no momento da propagação da trinca pela interface zircônia/porcelana de cobertura, obtido no ensaio de flexão em quatro pontos. Cada espécime gerou um gráfico e nesse gráfico pode-se observar um patamar correspondente à força no momento da fratura na interface, em Newtons.

l = distância entre os apoios cilíndricos interior e exterior do mesmo lado, no dispositivo de aplicação da carga em flexão 4-pontos. No presente caso, $l = 4$ mm.

E_1 = módulo de Young da zircônia, $E_1 = 200$ GPa⁴⁹.

ν_1 = coeficiente de Poisson da zircônia, $\nu_1 = 0,32$ ⁴⁹.

b = espessura total da amostra bicamada.

h = largura total da amostra.

η = parâmetro adimensional calculado por:

$$\eta = \left(\frac{3}{2} \right) \left[\frac{1}{(h_1|h)^3} - \frac{\lambda}{(h_2|h)^3 + \lambda (h_1|h)^3 + 3 \lambda (h_1 h_2 |h^2) / (h_2|h + \lambda (h_1|h))} \right]$$

Sendo h_1 e h_2 as espessuras da zircônia e da porcelana de cobertura, respectivamente; λ foi calculado da seguinte forma:

$$\lambda = \frac{(1 - \nu_2^2) E_1}{(1 - \nu_1^2) E_2}$$

Sendo E_2 e ν_2 os módulos de Young (70 GPa)⁴⁴ e o coeficiente de Poisson, respectivamente, da porcelana de cobertura (0,27)⁴⁴.

4.8 Análise Dos Resultados

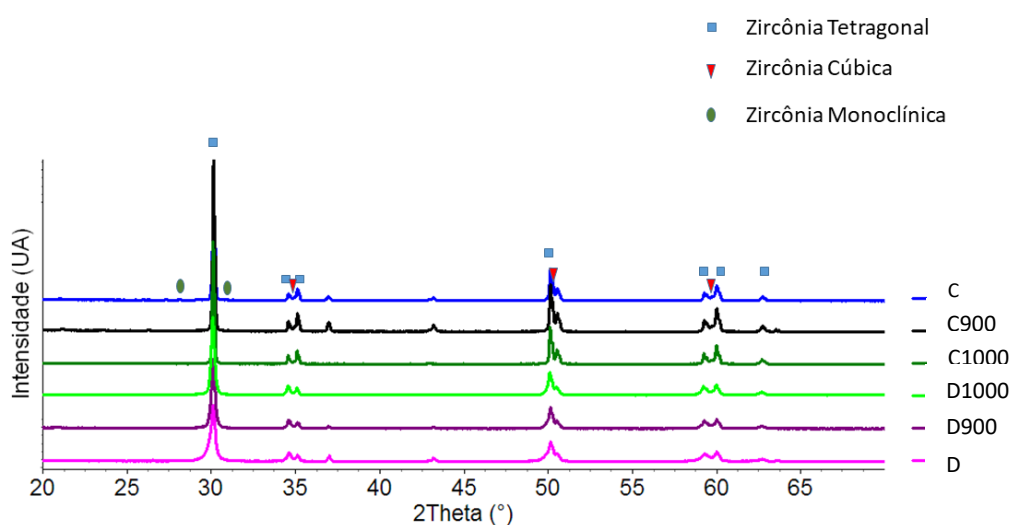
Os dados de DRX foram utilizados para a determinação quantitativa das proporções das fases pelo método de Rietveld, e os de MEV e perfilometria explorados descritivamente. Os valores de Ra, P e G tiveram a normalidade conferida pelo teste de Shapiro-Wilk ($\alpha=0,05$) e posteriormente analisados por meio de Anova dois fatores seguido do pós teste de Tukey ($\alpha=0,05$). O software utilizado para os cálculos estatísticos foi o BioEstat 5.0.

5 RESULTADO

5.1 Difração De Raios X

A Figura 8 apresenta os difratogramas referentes às análises por DRX dos grupos. A quantificação das fases após refinamento pelo método de Rietveld está apresentada na Tabela 3.

Figura 8 – Difratogramas de raios X e fases encontradas na superfície dos grupos experimentais.



Fonte: Elaboração própria

Tabela 3 – Fração volumétrica (vol%) das fases monoclínica (m), tetragonal (t) e cúbica (c) da Y-TZP, após diferentes tratamentos.

Tratamentos	Grupos					
	Controle (C)			Desgastado (D)		
	t	m	c	t	m	c
Sem tratamento	85,9	1,2	12,9	66,1	2,6	31,3
900 °C / 60 min	82,3	0,0	17,7	85,8	0,0	14,2
1000 °C / 30 min	82,5	0,0	17,5	88,5	0,0	11,5

Fonte: Elaboração própria

A partir dos resultados de DRX, observa-se que o desgaste aumentou a quantidade de fase monoclinica e cúbica na superfície dos espécimes.

Com a realização dos tratamentos térmicos (900 °C e 60 min, e 1000 °C e 30 min), houve reversão total da fase monoclinica em ambos os grupos (controles e desgastados) e houve reversão da fase cúbica transformada no desgaste, voltando à quantidade próxima do controle.

5.2 Rugosidade Média (Ra)

A Tabela 4 apresenta os valores de Ra para todos os grupos experimentais

Tabela 4 – Rugosidade média (Ra, μm) e desvios padrão dos grupos experimentais.

Tratamentos	Grupos	
	Controle (C)	Desgastado (D)
Sem tratamento	$0,17 \pm 0,04^{Aa}$	$1,16 \pm 0,24^{Ab}$
900 °C / 60 min	$0,18 \pm 0,03^{Aa}$	$1,07 \pm 0,08^{Ab}$
1000 °C / 30 min	$0,18 \pm 0,03^{Aa}$	$1,01 \pm 0,11^{Ab}$

Letras sobrescritas minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre colunas. Letras sobrescritas maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre linhas.

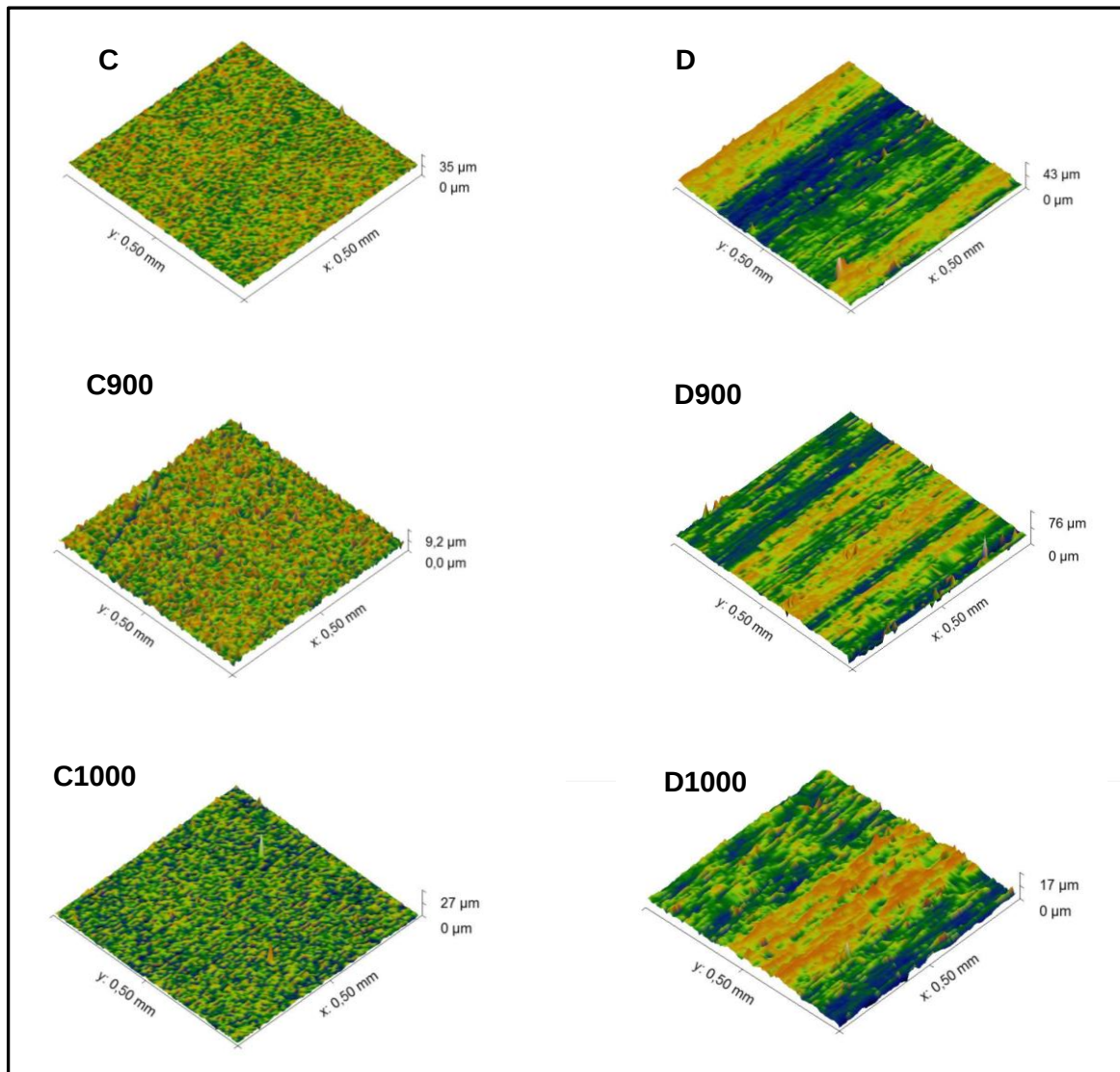
Fonte: Elaboração própria

Após o teste estatístico, observa-se que em relação aos tratamentos não houve diferença estatística ($p > 0,05$), porém houve entre os grupos (C e D, $p < 0,05$).

5.3 Perfilometria Óptica

Os resultados de perfilometria óptica são apresentados na Figura 9.

Figura 9 – Perfilometria óptica dos grupos experimentais.



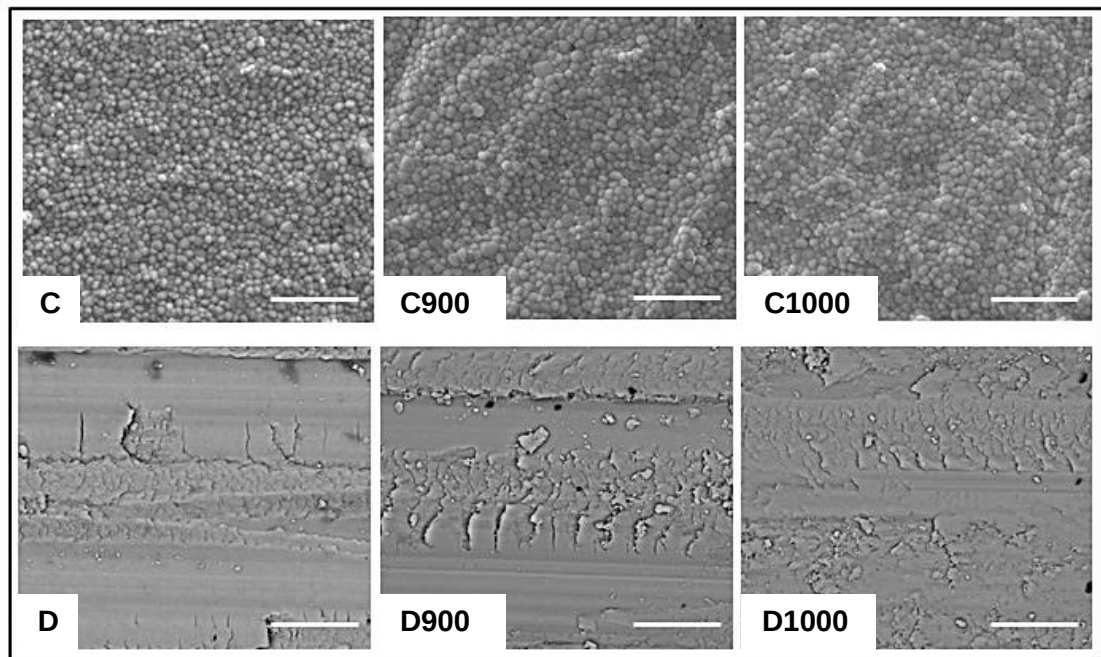
Fonte: Elaboração própria

As imagens de perfilometria óptica mostram o aumento da rugosidade superficial nos grupos desgastados. Entre os diferentes tratamentos térmicos não foram visualizadas diferenças importantes.

5.4 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV)

As micrografias dos espécimes para caracterização superficial antes da aplicação da porcelana estão apresentadas na Figura 10.

Figura 10 – Microestrutura superficial dos grupos experimentais. A barra corresponde a 5 μm .



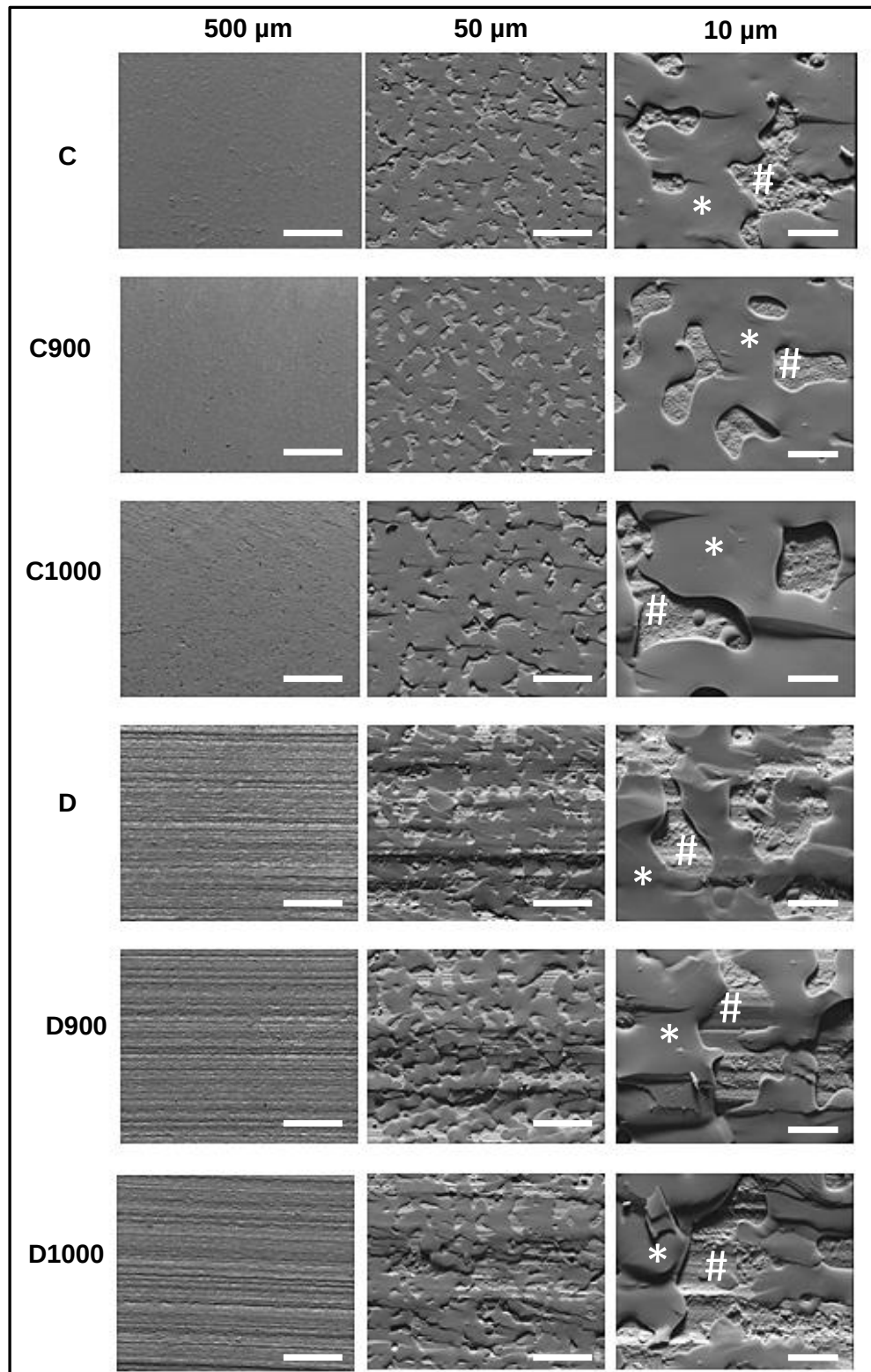
Fonte: Elaboração própria

Pode-se observar que nos grupos sem o desgaste a microestrutura da superfície se apresentou íntegra, com grãos regulares, sem alterações visíveis, e com contornos e formatos preservados. Com a realização do desgaste aumentou a irregularidade superficial dos espécimes. Consegue-se observar a presença de ranhuras longitudinais no sentido do desgaste, deformações plásticas, estruturas semelhantes a escamas e trincas superficiais.

Após o tratamento térmico, não houve alteração nos grupos C900 e C1000. Para os grupos desgastados, o tratamento promoveu mudanças sutis, deixando as lascas e arestas um pouco menos evidenciadas, e com cantos mais arredondados.

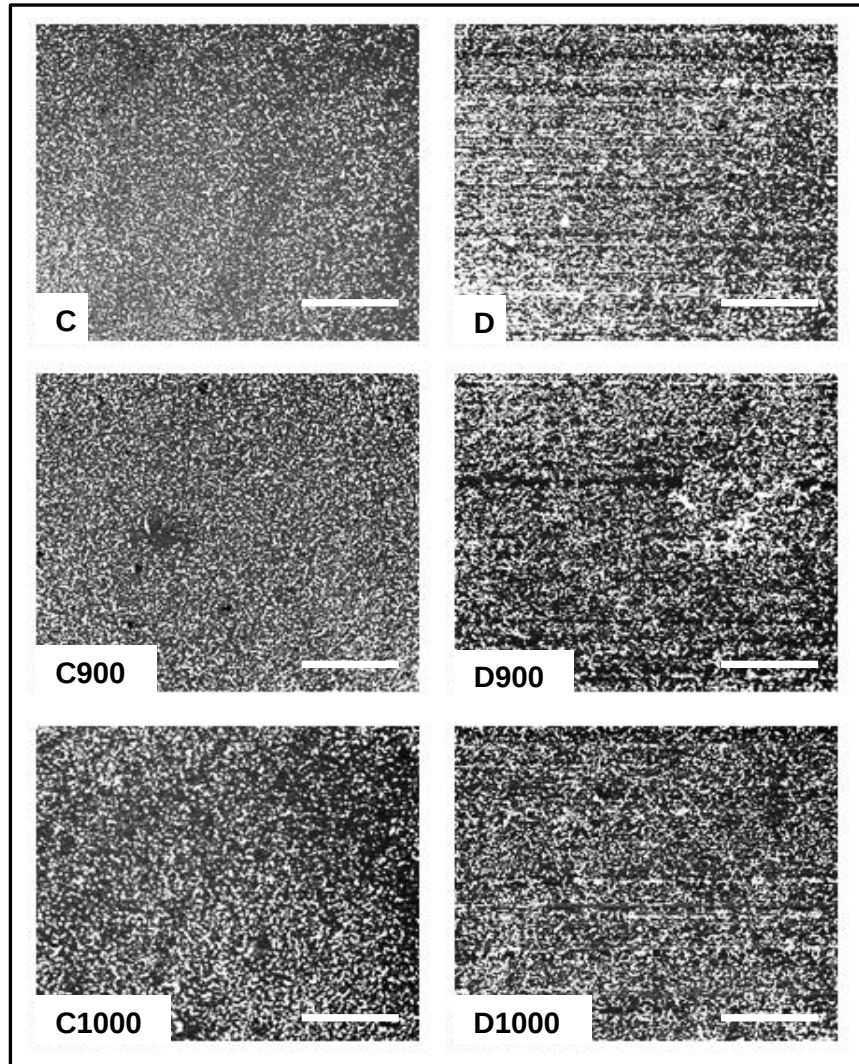
As Figuras 11 e 12 mostram as imagens da superfície de fratura ao longo da interface, após ensaios de flexão 4-pontos dos espécimes bicamadas.

Figura 11 – Superfície de fratura dos grupos experimentais após o teste de flexão em quatro pontos. Os grupos estão especificados à esquerda e o tamanho correspondente das barras acima das micrografias. O * corresponde à porcelana e o # à zircônia.



Fonte: Elaboração própria

Figura 12 – Superfície de fratura dos grupos experimentais após o teste de flexão em quatro pontos em BSE (Backscattered Electrons). As barras correspondem a 500 μm . As regiões claras são zircônia e as regiões escuras são porcelana.



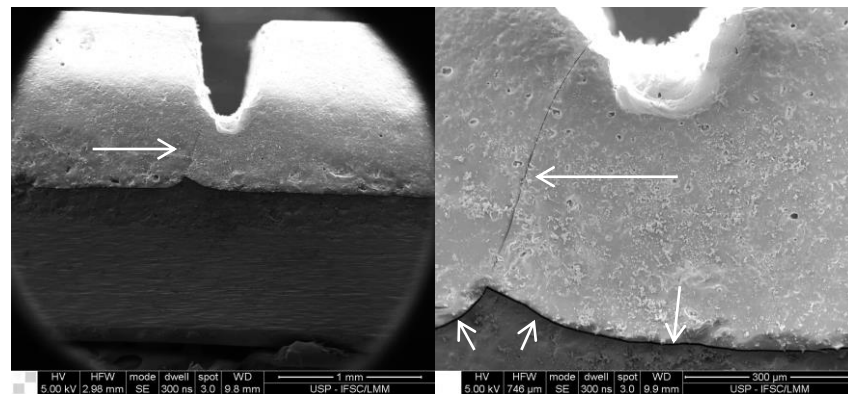
Fonte: Elaboração própria

Pôde-se observar nas superfícies de fratura de corpos de prova dos diferentes grupos, a olho nu, que aparentemente a superfície da zircônia não retinha uma quantidade apreciável de porcelana de cobertura, mas através das análises por MEV (Figuras 11 e 12) foi possível verificar grandes quantidades de porcelana (*) aderida à zircônia (#). Isso indica que a fratura percorreu grande parte do caminho através da porcelana de cobertura, rente à interface.

5.5 Taxa De Liberação De Energia Elástica Armazenada (G)

Uma análise por MEV foi realizada para verificar o caminho da trinca na fratura. O resultado é mostrado nas imagens da Figura 13.

Figura 13 – Imagens da trinca na extremidade do entalhe (setas indicativas) confirmando que a trinca iniciou na extremidade do entalhe e propagou pela interface zircônia/porcelana, nos ensaios de flexão 4 pontos, para o cálculo de G.

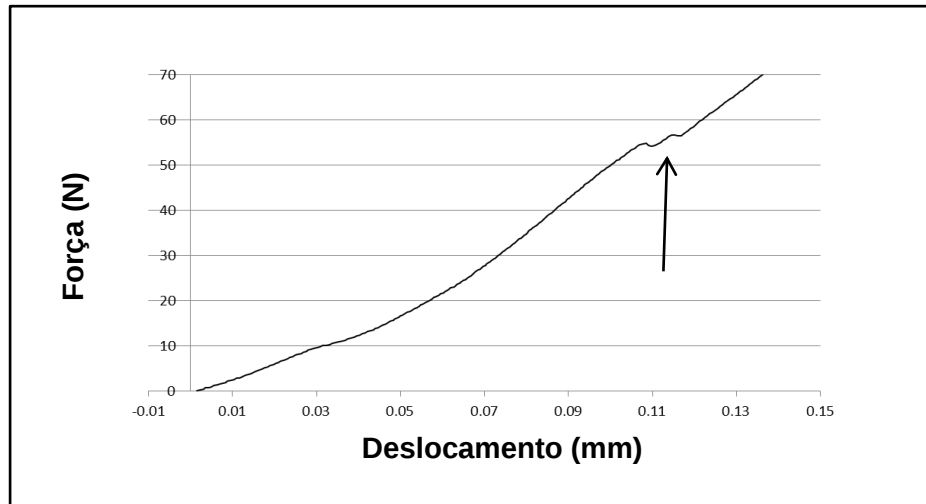


Fonte: Elaboração própria

As imagens da Figura 13 foram obtidas em um corpo de prova submetido ao ensaio de flexão em quatro pontos, interrompido imediatamente após o surgimento do patamar na carga aplicada associado à propagação da trinca pela interface. As imagens confirmam que a trinca (setas) iniciou na extremidade do entalhe e propagou-se pela interface porcelana/zircônia.

O cálculo da taxa de liberação de energia elástica armazenada (G) foi efetuado a partir da carga (P) dos patamares observados no teste de flexão em quatro pontos, associado à propagação da trinca pela interface. Para cada espécime obteve-se um gráfico e um patamar. Um exemplo da curva registrada em gráfico para a obtenção do valor de P encontra-se na Figura 14. Os valores obtidos das regiões de carga constante (P) estão expressos na Tabela 5 e os valores de G na Tabela 6. Os corpos de prova que não apresentaram a região de carga constante (P) bem visível foram descartados do estudo, após os descartes chegou-se em 13 corpos de prova de cada grupo que foram utilizados para os cálculos.

Figura 14 – Exemplo de gráfico da força vs. deslocamento obtido a partir dos testes de flexão em quatro pontos. A seta aponta para o patamar de carga constante (P) associado à fratura na interface.



Fonte: Elaboração própria

Tabela 5 – Médias dos patamares de carga constante, P , em Newtons, e desvios padrão dos grupos experimentais.

Tratamentos	Grupos	
	Controle (C)	Desgastado (D)
Sem tratamento	51,4 ± 10,9	55,8 ± 3,7
900 °C / 60 min	48,6 ± 8,7	55,0 ± 7,3
1000 °C / 30 min	52,2 ± 7,5	46,0 ± 8,5

A falta de letras indica semelhança estatística.

Fonte: Elaboração própria

Após a realização do teste estatístico para P observou-se não houve diferença estatística entre os grupos ($p=0,42$) nem entre os tratamentos ($p=0,15$).

Tabela 6 – Médias de G (J/m²) e desvios padrão dos grupos experimentais.

Tratamentos	Grupos	
	Controle (C)	Desgastado (D)
Sem tratamento	6,8 ± 2,1	8,3 ± 2,0
900 °C / 60 min	6,6 ± 1,4	8,0 ± 2,7
1000 °C / 30 min	7,6 ± 1,3	5,7 ± 1,7

A falta de letras indica nenhuma diferença estatística.

Fonte: Elaboração própria

Os valores de G seguiram o mesmo comportamento de P, ou seja, verificou-se que não houve diferença estatística entre os grupos ($p=0,52$) nem entre os tratamentos ($p=0,29$).

6 DISCUSSÃO

As próteses com infraestrutura de zircônia são ainda muito utilizadas. Mesmo sendo fabricadas pelo sistema CAD/CAM, os ajustes de infraestruturas por desgaste ainda são frequentes^{19,34}. Saber os danos que esses ajustes podem provocar no material e conhecer estratégias que revertam esse dano sem prejudicar a adesão da porcelana de cobertura é de extrema importância para aumentar a longevidade da prótese.

Este estudo teve como objetivo avaliar a microestrutura e a rugosidade média da superfície de uma zircônia (Y-TZP) após desgaste e tratamento térmico regenerativo, e avaliar o efeito desses tratamentos na união do conjunto zircônia/porcelana de cobertura. A hipótese nula de que não há diferença entre os fatores analisados em função dos diferentes tratamentos térmicos realizados não foi suportada, uma vez que foram observadas diferenças para algumas propriedades avaliadas.

O desgaste pode exercer influência sobre a transformação de fases na zircônia^{13,15-17,19,20,29}, e fatores associados como granulação, calor gerado, tempo de desgaste, pressão exercida, eficiência da ferramenta de corte estão associados à transformação da fase tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$)^{14,16,18,20}. A partir dos ensaios de DRX, observou-se (Figura 8 e Tabela 3) que o desgaste aumentou a quantidade de fase monoclinica na superfície dos espécimes, assim como observado na literatura^{13,16,17,20,30,31}.

A transformação da fase tetragonal para a monoclinica ($t \rightarrow m$) ocorre juntamente a um processo de tenacificação onde grãos tetragonais modificam sua geometria espacial, aumentando seu tamanho e tornam-se monoclinicos, geralmente devido ao alívio da compressão microestrutural gerado durante o procedimento de desgaste, jateamento e/ou tratamento químico^{16,17,30}. Essa transformação pode aumentar a resistência à flexão do material^{20,31,44}, porém pode causar perda da capacidade do material de impedir a propagação de trincas em seu interior^{20,31}, favorecer a degradação em longo prazo, além de comprometer a adesão da porcelana de cobertura^{14,17,23,27}.

No grupo desgastado (D) também se observou um aumento da fase cúbica. Essa fase cúbica pode ser uma zircônia tetragonal parcialmente transformada

chamada de romboédrica¹⁵. A resolução do DRX utilizado pode não ter sido o suficiente para a diferenciação entre essas fases. Essa fase também foi identificada por Denry e Kelly¹⁵ em 2006 após realização de desgaste. Segundo os autores, a fase romboédrica pode ser classificada como uma fase tetragonal deformada e sua formação está intimamente associada ao estresse mecânico. Além disso, Kim et al.⁵⁴ mostraram que o envelhecimento em baixas temperaturas da 3Y-TZP também causou transformação de t-ZrO₂ para r-ZrO₂ além da formação de m-ZrO₂. Uma zircônia com quantidade menores das fases monoclinica e romboédrica é mais interessante, pois tende a sofrer menos degradação em longo prazo^{2,10,15} e além disso a manutenção da quantidade de fase tetragonal mantém sua capacidade de impedir a propagação de trincas em seu interior, deixando-a mais resistente mecanicamente^{2-4,15}.

Com a realização dos tratamentos térmicos (900 °C / 60 min e 1000 °C / 30 min) houve reversão total da fase monoclinica para a tetragonal em ambos os grupos. Dos trabalhos que verificaram a reversão de fase após tratamento térmico, podemos observar que esse comportamento também ocorreu, sendo que a maioria deles observou uma reversão total ou próxima a zero de fase monoclinica.^{32,34-36} Além disso, a fase romboédrica também se estabilizou em fase tetragonal, assim como observado por Denry e Kelly¹⁵ em 2006, mantendo o material com sua conformação cristalográfica semelhante à anterior ao desgaste.

O desgaste também foi capaz de aumentar a rugosidade da zircônia (Tabela 4), aumento este também observado na literatura^{14,16,20,33,35}, porém nenhum dos trabalhos que avaliou o tratamento térmico após desgaste avaliou seu efeito sobre a rugosidade superficial. No presente trabalho não se observou nenhuma diferença estatística nos valores de Ra oriunda do tratamento térmico. Tanto para os grupos controle quanto para os grupos desgastados, o tratamento térmico não foi capaz de influenciar a rugosidade com significância estatística. Pode-se observar nos grupos desgastados uma pequena diminuição em Ra de 1,16 µm para 1,01 µm após o tratamento térmico, porém esta alteração não foi estatisticamente significativa.

Essas alterações foram corroboradas pelas imagens de perfilometria óptica (Figura 9) e pelas imagens feitas em MEV (Figura 10). Pode-se observar que nos grupos sem o desgaste a superfície estava íntegra, com os contornos de grãos

preservados e sem nenhuma alteração no formato dos grãos. Com a realização do desgaste, houve aumento da irregularidade superficial dos corpos de prova. Consegue-se ver a presença de ranhuras longitudinais no sentido do desgaste, deformações plásticas, estruturas semelhantes a escamas e trincas superficiais, dados semelhantes aos presentes na literatura^{12,14,34,32,35}.

Após o tratamento térmico, não houve nenhuma alteração nos grupos C900 e C1000. Para os grupos desgastados, o tratamento promoveu mudanças sutis, deixando as lascas um pouco menos evidenciadas com arredondamentos dos cantos vivos dessas lascas. Isso ocorreu porque o tratamento térmico forneceu energia para difusão atômica para arredondamento de arestas, para a diminuição da energia de superfície. Essas mudanças sutis também foram observadas na literatura^{27,34,32,36}. Pode-se inferir que a pequena diferença detectada pelo rugosímetro em relação aos valores de R_a são oriundas dessas pequenas alterações, notadas nas micrografias.

Para a avaliação da interface de união, optou-se pelo uso do método proposto por Charalambides et al.⁴⁵ (1989), desenvolvido para avaliação da interface de corpos bicamada por meio do cálculo da taxa de liberação de energia elástica armazenada (G) na forma de energia de superfície, pela propagação de trinca através da interface. Acredita-se que esse método é mais preciso por ter a capacidade de avaliar a fratura exatamente ao longo da interface entre os materiais⁴⁴⁻⁴⁹. Taxas altas indicam uma maior união da interface, já que é necessário mais energia por unidade de superfície de trinca para causar a fratura.

Pode-se observar que a taxa de liberação de energia não se alterou nos grupos experimentais (com desgaste e com tratamentos térmicos regenerativos, Tabela 6), indicando que tais procedimentos não influenciam a interface zircônia/porcelana de cobertura no sentido de aumentar a resistência adesiva. Numericamente, observou-se uma diferença entre os trabalhos de fratura médios do controle ($6,8 \text{ J/m}^2$) e do grupo desgastado ($8,3 \text{ J/m}^2$). Embora essa diferença não tenha sido estatisticamente significativa, pode-se sugerir que essa pequena alteração de energia seja devida às alterações superficiais de rugosidade e conformação provocadas pelo desgaste. No presente trabalho, o tipo de desgaste utilizado não foi suficiente para melhorar a adesão, diferentemente do observado por

Qeblawi et al.²⁸ (2010), que notaram melhora de adesão após realização de desgaste superficial. Os autores não avaliaram o padrão de rugosidade nem as alterações morfológicas provocadas pelo desgaste, provavelmente foi diferente do presente estudo. Esta informação ainda é controversa na literatura, como demonstrado por Lundberg et al.³¹ (2017), que por meio de uma revisão de literatura mostraram que o desgaste não exerce melhora na interface adesiva, mas o jateamento seria um método mais eficiente para essa finalidade, por ter uma modificação superficial e em rugosidade maior. Segundo os autores³¹, o desgaste pode ser realizado com diferentes metodologias, granulometria, força, o que pode fornecer resultados diferentes na adesão.

Em relação ao tratamento térmico em si, também não foi observada alteração estatisticamente significativa. Numericamente, o trabalho de fratura médio do grupo que recebeu o tratamento térmico a 1000 °C por 30 min (5,7 J/m²) foi menor do que o do grupo que recebeu o tratamento a 900 °C por 30 min (8,0 J/m²). Este menor valor numérico pode ser oriundo das modificações observadas nas imagens de MEV (D1000), como por exemplo o arredondamento dos cantos vivos dos defeitos superficiais. Vale lembrar que nenhuma dessas alterações foi estatisticamente significativa

Os valores de G obtidos no presente estudo foram semelhantes aos obtidos no estudo de Göstemeyer et al.⁴⁹ (2012) e Wang et al.⁴⁴ (2014), que também estudaram a união da interface entre zircônia e porcelana. Tais valores para a interface zircônia/porcelana são menores do que para junções metalocerâmicas⁴⁸. Suansuwan et al.⁴⁸ (1999) obtiveram valores próximos à 72,7 J/m² para as amostras de porcelana com infraestrutura de ouro, 58,5 J/m² para as com infraestrutura de paládio, 39,4 J/m² para as com ligas de níquel-cromo e 16,6 J/m² para as de titânio. Yamada et al.⁴⁶ (2004), que estudaram um tratamento à base de ouro para aumento de energia de interface em espécimes de titânio/porcelana, obtiveram valores próximos a 80 J/m². Estes valores, mesmo sem nenhum tratamento, são maiores que os obtidos para a zircônia, por isso a chance de delaminação nas próteses com infraestrutura de zircônia é mais alta. Esses valores maiores para próteses metalocerâmicas podem ser explicados pela ligação química existente entre as

porcelanas e o núcleo metálico⁴³, o que não é visto nas infraestruturas de zircônia, assim como observado por Vidotti e colaboradores em 2017⁴³.

Vários trabalhos e métodos vêm sendo realizados, buscando-se a diminuição de falhas da interface zircônia/porcelana^{31,37}, com resultados satisfatórios para a realização de jateamento³¹ e aplicação de laser⁴¹ na superfície de zircônia antes da aplicação da porcelana. Mais recentemente, um método de ultrassom foi testado por Bastos⁴⁰ e colaboradores (2020), porém não obtiveram aumento da adesão. Para a avaliação da interface, o método de determinação do trabalho de fratura foi realizado de forma criteriosa no presente estudo, tendo-se o cuidado para que os corpos estivessem com as superfícies paralelas (Figura 6), que os entalhes fossem feitos da forma mais padronizada possível (Figura 7) e que a trinca estivesse saindo da extremidade do entalhe e propagado ao longo da interface (Figura 13). Podem-se obter resultados confiáveis em relação ao trabalho de fratura da interface zircônia/porcelana, com grande exatidão, porém é um teste com grande complexibilidade em sua realização e vários pilotos e calibrações foram realizados para sua correta execução.

Analizando-se os espécimes após a fratura (Figuras 11 e 12), corroboraram-se os dados do trabalho de fratura, pois após a fratura, mesmo a porcelana aparentemente ter se soltado por completo da zircônia, ao serem analisadas as imagens, observou-se uma grande quantidade de porcelana e *liner* aderidos na zircônia. De forma geral, quando as microestruturas são observadas com contraste composicional, através de elétrons retroespalhados (backscattered electrons – BSE) no MEV, notou-se uma semelhança entre todos os grupos, ou seja, nenhum grupo apresentou mais ou menos áreas sem porcelana que outro.

Apesar das limitações do estudo, como os espécimes não possuem o formato de coroas, e cargas estáticas não produzirem valores de longo prazo, resultados conclusivos foram obtidos sobre o desgaste e o tratamento térmico. Portanto, o tratamento térmico pós-desgaste pode ser realizado nos dois protocolos avaliados sem prejudicar a adesão da porcelana de cobertura e melhorando a recuperação da fase tetragonal da zircônia, o que é benéfico para a longevidade do material. Em geral, estudos com corpos de prova em formato de coroas e estudos clínicos ainda precisam ser realizados para a avaliação das propriedades avaliadas.

Quando se faz um desgaste em uma infraestrutura de zircônia, recomenda-se a realização de um tratamento térmico previamente à aplicação da porcelana de cobertura, para recuperar a capacidade tenacificadora do material, sem que se prejudique a união da interface zircônia/porcelana de cobertura o que em longo prazo sugere ser uma abordagem segura na diminuição de eventos de fratura.

7 CONCLUSÃO

Considerando os dados obtidos e as limitações do estudo, é possível concluir que:

1. O desgaste aumentou a quantidade de fase monoclinica na superfície da zircônia e os tratamentos térmicos regenerativos foram capazes de reverter essa transformação para a fase tetragonal;
2. O desgaste aumentou a rugosidade superficial da zircônia e os tratamentos térmicos não exerceram nenhuma influência sobre esta propriedade;
3. O desgaste promoveu riscos superficiais, deformações plásticas e microtrincas e os tratamentos térmicos tiveram uma influência sutil no arredondamento das superfícies, principalmente o de 1000 °C por 30 min;
4. O trabalho de fratura na interface zircônia/porcelana de cobertura não sofreu influência após os desgastes e tratamentos térmicos regenerativos.

REFERÊNCIAS*

1. Helmer JO, Driskell TD. Research on bioceramics. Symposium on use of ceramics as surgical implants. South Carolina: Clemson University; 1969.
2. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(2): 130-51.
3. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999; 20(1): 1-25.
4. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008; 24(3): 299-307.
5. Garvie RC, Nicholso PS. Structure and thermomechanical properties of partially stabilized zirconia in Cao-Zro2 system. *J Am Ceram Soc*. 1972; 55: 152-7.
6. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res*. 1989; 23(1): 45-61.
7. Taira M, Nomura Y, Wakasa K, Yamaki M, Matsui A. Studies on Fracture-Toughness of Dental Ceramics. *J Oral Rehabil*. 1990; 17(6): 551-63.
8. Hayashi K, Matsuguchi N, Uenoyama K, Sugioka Y. Reevaluation of the Biocompatibility of Bioinert Ceramics Invivo. *Biomaterials*. 1992; 13(4): 195-200.
9. Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials*. 2007; 28(17): 2695-705.
10. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006; 27(4): 535-43.
11. Andreiuolo R, Gonçalves SA, Dias KRHC. A zircônia na Odontologia Restauradora. *Rev Bras Odon RJ*. 2011; 68(1): 49-53.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver.

12. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33(1): 9-18.
13. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 304-13.
14. Pereira GK, Amaral M, Simoneti R, Rocha GC, Cesar PF, Valandro LF. Effect of grinding with diamond-disc and -bur on the mechanical behavior of a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 37: 133-40.
15. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 76(2): 440-8.
16. Güngör BM, Yılmaz H, Karakoca Nemli S, Turhan Bal B, Aydın C. Effect of surface treatments on the biaxial flexural strength, phase transformation, and surface roughness of bilayered porcelain/zirconia dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2015;113(6):585-95.
17. Karakoca S, Yılmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009; 91(2): 930-7.
18. Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010; 89(1): 91-5.
19. Canneto JJ, Cattani-Lorente M, Durual S, Wiskott AH, Scherrer SS. Grinding damage assessment on four high-strength ceramics. *Dent Mater.* 2016; 32(2): 171-82.
20. Ramos GF, Pereira GK, Amaral M, Valandro LF & Bottino MA. (2016) Effect of grinding and heat treatment on the mechanical behavior of zirconia ceramic *Braz Oral Re.* 2016; 30(1): 1-8.
21. Nakamura K, Kanno T, Milleding P, Ortengren U. Zirconia as a dental implant abutment material: a systematic review. *Int J Prosthodont.* 2010; 23(4): 299-309.
22. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater.* 2009; 25(3): 383-91.

23. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res.* 2007; 18(3): 86-96.
24. Anusavice KJ. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2012; 28(1): 102-11.
25. Sonza QN, Della Bona A, Borba M. Effect of the infrastructure material on the failure behavior of prosthetic crowns. *Dent Mater.* 2014; 30(5): 578-85.
26. Bonfante E, Rafferty B, Zavanelli R, Silva N, Rekow E, Thompson V, et al. Thermal/mechanical simulation and laboratory fatigue testing of an alternative yttria tetragonal zirconia polycrystal core veneer all ceramic layered crown design. *Eur J Oral Sci.* 2010; 118(2): 202–9.
27. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J.* 2008; 27: 448–54.
28. Qeblawi DM, Munoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010; 103: 210-20.
29. Lee TH, Lee SH, Her SB, Chang WG, Lim BS. Effects of surface treatments on the susceptibilities of low temperature degradation by autoclaving in zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2012; 100(5): 1334-43.
30. Abdullah AO, Hui Y, Sun X, Pollington S, Muhammed FK, Liu Y. Effects of different surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic materials to zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2019; 11(1): 65-74.
31. Lundberg K, Wu L, Papia E. The effect of grinding and/or airborne-particle abrasion on the bond strength between zirconia and veneering porcelain: a systematic review. *Acta Biomater Odontol Scand.* 2017; 3(1): 8-20.
32. Polli GS, Hatanaka GR, Abi-Rached FO, Góes MS, Reis JMDSN. Fatigue behavior and surface characterization of a Y-TZP after laboratory grinding and regeneration firing. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 88: 305-12.
33. Subaşı MG, Demir N, Kara Ö, Ozturk AN, Özel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. *J Adv Prosthodont.* 2014; 6(6): 462-7.

34. Hatanaka GR, Polli GS, Fais LMG, Reis JMDSN, Pinelli LAP. Zirconia changes after grinding and regeneration firing. *J Prosthet Dent.* 2017; 118(1): 61-8.
35. Candido LM, Fais L, Ferreira EB, Antonio SG, Pinelli L. Characterization of a Diamond Ground Y-TZP and Reversion of the Tetragonal to Monoclinic Transformation. *Oper Dent.* 2017; 42(4): 407-17.
36. Polli GS, Hatanaka GR, Abi-Rached F de O, Pinelli LA, Góes M de S, Cesar PF, Reis JM. Effect of Grinding and Resintering on the Fatigue Limit and Surface Characterization of a Y-TZP Ceramic. *Braz Dent J.* 2016; 27(4): 468-75.
37. Li, Si-Lian; Zhang, Qian; Wu, Fan-Fu; Hu, Jia-Yi; Wang, Qiang. Research progress on all ceramic zirconia core/veneer interface: a review. *Sci Adv Mater.* 2020; 12(1): 5-14.
38. Lee YH, Park CJ, Cho LR, Ko KH, Huh YH. Effects of Lithium and Phosphorus on the Efficacy of a Liner for Increasing the Shear Bond Strength Between Lithium Disilicate and Zirconia. *J Adhes Dent.* 2018; 20(6): 535-40.
39. Toyama DY, Alves LMM, Ramos GF, Campos TMB, de Vasconcelos G, Borges ALS, de Melo RM. Bioinspired silica-infiltrated zirconia bilayers: Strength and interfacial bonding. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019; 89: 143-9.
40. Bastos NA, Lisboa-Filho PN, Tabatac A, Francisconi PASF, Furusea AY, Honóriod HM, Borges AFS. Effect of alternative sonochemical treatment on zirconia surface and bond strength with veneering ceramic. *Mat Sci and Eng B.* 2020; 252:1-9.
41. Liu D, Matinlinna JP, Tsoi JK, Pow EH, Miyazaki T, Shibata Y, Kan CW. A new modified laser pretreatment for porcelain zirconia bonding. *Dent Mater.* 2013; 29(5): 559–65.
42. Nakamura T, Wakabayashi K, Zaima C, Nishida H, Kinuta S, Yatani H. Tensile bond strength between tooth-colored porcelain and sandblasted zirconia framework. *J Prosthodont Res.* 2009; 53(3):116–9.
43. Vidotti HA, Pereira JR, Insaurralde E, Praça LF, Delben JR, do Valle AL. Influence of thermal and mechanical fatigue on the shear bond strength of different all-ceramic systems. *J Clin Exp Dent.* 2017; 9(8): e952-e957.
44. Wang GQ, Zhang S, Bian C, Kong H. Interface toughness of zirconia/veneer system and effect of liner application. *J Prosthet Dent.* 2014; 112(3): 576-83.

45. Charalambides PG, Lund J, Evans AG, McMeeking RM. A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces. *J Appl Mech.* 1989; 56: 77–82.
46. Yamada K, Onizuka T, Sumii T, Swain MV. The effect of Goldbonder™ on the adhesion between porcelain and pure titanium. *J Oral Rehabil.* 2004; 31(8): 775-84.
47. Elsaka SE. Effect of surface pretreatments on the bonding strength and durability of self-adhesive resin cements to machined titanium. *J Prosthet Dent.* 2013; 109(2):113-20.
48. Suansuwan N, Swain MV. New approach for evaluating metal-porcelain interfacial bonding. *Int J Prosthodont.* 1999; 12:547-52.
49. Göstemeyer G, Jendras M, Borchers L, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Effect of thermal expansion mismatch on the Y-TZP/veneer interfacial adhesion determined by strain energy release rate. *J Prosthodont Res.* 2012; 56(2): 93-101.
50. Gualtieri A, Norby P, Hanson J & Hriljac. Rietveld refinement using synchrotron X-ray powder diffraction data collected in transmission geometry using an imaging-plate detector: application to standard m-ZrO₂. *J Appl Crystallogr.* 1996; 29(6): 707-13.
51. Bondars B, Heidemane G, Grabis J. Powder diffraction investigations of plasma sprayed zirconia *Journal of Materials Science.* 1995; 30(6): 1621-25.
52. Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr.* 1969; 2: 65-71.
53. International Organization for Standardization. ISO 6872: Dentistry – ceramic materials. 3rd. Ed. Geneva: ISO; 1997.
54. Kim DJ, Jung HJ, Cho DH. Phase-transformations of Y₂O₃ and Nb₂O₅ doped tetragonal zirconia during low-temperature aging in air. *Solid State Ion.* 1995; 80:67-73.

Autorizo a reprodução deste trabalho

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 07 de fevereiro de 2020.

Lucas Miguel Candido