



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

**ANA CAROLINA DA SILVA**

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
ANTIMICROBIANAS DA ZIRCÔNIA COM VIDRO DE  
PRATA**

2021

**ANA CAROLINA DA SILVA**

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
ANTIMICROBIANAS DA ZIRCÔNIA COM VIDRO DE  
PRATA**

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

Área: Prótese dentária. Linha de Pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientadora: Pesq III. Dra. Renata Marques de Melo Marinho  
Coorientador: Tiago Moreira Bastos Campos

São José dos Campos

2021

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2021]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Silva, Ana Carolina Da  
Caracterização microestrutural e propriedades mecânicas e antimicrobianas da zircônia com vidro de prata/ Ana Carolina Da Silva. - São José dos Campos : [s.n.], 2021.  
80 f. : il.

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

Orientador: Renata Marques de Melo Marinho Coorientador: Tiago Moreira Bastos Campos

1. Zircônia. 2. Vidro com prata. 3. Propriedades mecânicas. I. Melo Marinho, Renata Marques de , orient. II. Bastos Campos, Tiago Moreira, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Pesquisadora III Dr<sup>a</sup> Renata Marques de Melo Marinho** (Orientador)  
Universidade Estadual Paulista (Unesp)  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus São José dos Campos

**Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra**  
Universidade Estadual Paulista (Unesp)  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus São José dos Campos

**Prof. Dr<sup>a</sup> Marina Amaral**  
Universidade de Taubaté (Unitau)

São José dos Campos, 18 de janeiro de 2021

## DEDICATÓRIA

Eu dedico este trabalho aos meus pais **Edjane** e **Antônio** que foram essenciais na construção de quem sou e de tudo o que tenho hoje. Eu agradeço à Deus por ter me dado os melhores pais que alguém poderia ter. Sou extremamente abençoada por tê-los em minha vida.

Dedico também ao meu irmão **Anderson**, aos meus avós **Maria Elza**, **Isaura**, **José Cassimiro** e em especial ao meu avô materno, **José Alves** que nos deixou neste ano tão difícil. A vocês ofereço esta conquista. Estão todos em meu coração.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar eu agradeço à Deus, pois sem Ele eu não seria capaz de chegar e conquistar tudo o que sou e tenho hoje. Graças à Ele tenho uma família que sempre me motiva a conquistar meus sonhos e a alcançar minhas vitórias.

Agradeço novamente aos meus pais, ao meu irmão e a meu namorado **Fernando Júnior** por todo apoio, paciência e companheirismo. Que acompanharam lado a lado todas as minhas dificuldades e também as alegrias durante este processo. Vocês foram fundamentais para que essa etapa da minha vida tenha se concluído com sucesso. Sou extremamente grata pela vida de vocês.

Ao meu coorientador **Dr. Tiago Bastos Campos**, que a todo momento esteve ao meu lado, me auxiliando em cada dificuldade e obstáculo. Obrigada pelo apoio, dedicação e principalmente pela paciência durante este tempo.

À minha orientadora **Dra. Renata Marques de Melo Marinho** por todo suporte, paciência, dedicação, pelos conhecimentos transmitidos e por acreditar no meu potencial desde o início.

À minha querida amiga **Amanda Ribeiro** por ter convivido comigo lado a lado nesta etapa tão importante de nossas vidas. Pelo companheirismo, dedicação e cumplicidade. Tenho certeza que nossa amizade será da pós-graduação para vida.

Às queridas **Larissa Alves, Ana Beatriz Gomes de Carvalho e Ana Paula Mafetano** por terem cedido um pouco de seu tempo e suas experiências, que colaboraram para que os testes dessa pesquisa tenham se executado com

excelência. Pessoas como vocês são joias raras na pós-graduação que podemos contar. Muito obrigada!

Aos demais amigos da pós-graduação, obrigada por toda ajuda e convívio durante o curso.

Ao professor titular **Dr. Marco Antônio Bottino**, por acreditar em meu potencial e me encorajar a alcançar meus objetivos, pelos ensinamentos e pela confiança depositada em mim.

Aos professores **Dra. Marina Amaral** e **Dr. Guilherme Ferreira de Siqueira Saavedra** por aceitarem participar dessa banca e por contribuírem na minha experiência profissional.

Ao programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, coordenado pelo Professor **Dr. Alexandre Luiz Souto Borges**.

À todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, por terem contribuído em minha formação acadêmica e científica.

À todos os funcionários da Unesp (São José dos Campos), em especial, aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) em nome do Dr. Tiago Bastos Campos pelo grande auxílio na execução de alguns testes deste trabalho.

E por fim, a todos que indiretamente estiveram comigo e colaboraram para que esta etapa da minha vida profissional tenha caminhado com êxito. Muito obrigada a todos.

*” Ninguém é tão grande que não possa aprender, nem tão pequeno que não possa ensinar”.*

**ESOPPO**

## SUMÁRIO

<b>RESUMO</b> .....	<b>4</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>5</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>6</b>
1.1 Zircônia odontológica.....	6
1.2 Materiais gradados e infiltração de vidro.....	7
1.3 Incorporação de prata com finalidade terapêutica.....	8
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>11</b>
2.1 Zircônia 3Y-TZP: microestrutura e propriedades mecânicas, físicas e estéticas.....	11
2.2 Aplicabilidade da zircônia convencional na odontologia.....	13
2.3 Tratamentos de superfície e infiltração com vidro.....	14
2.4 Vidros bioativos e íons metálicos terapêuticos.....	16
2.5 Atividade microbiana.....	18
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>20</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>21</b>
4.1 Preparo do vidro com prata.....	21
4.2 Confeção das amostras e sinterização dos espécimes.....	21
4.3 Preparo dos grupos YZ + glaze, YZ + Ag 5% e YZ + Ag 4%.....	25
4.4. Preparo dos grupos infiltrados: YZ com vidro, YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%.....	28
4.5 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial.....	29
4.6 Análise de Weibull.....	31
4.7 Análise fractográfica e cálculo da tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ).....	32
4.8 Difração de Raios X (DRX).....	32
4.9 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV).....	33
4.10 Mensuração da translucidez.....	33
4.11 Esterilização dos espécimes e formação do biofilme de <i>S. mutans</i> .....	35
4.12 Contagem de Unidades Formadoras de Colônia (UFC/mL).....	35
4.13 Microscopia Eletrônica de Varredura de <i>S. mutans</i> (MEV).....	36
<b>5 RESULTADOS</b> .....	<b>37</b>

<b>5.1 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial, análise estatística de Weibull e cálculo da tenacidade à fratura (klc).....</b>	<b>37</b>
<b>5.2 Análise fractográfica.....</b>	<b>40</b>
<b>5.3 Análise de Difração de Raios X (DRX).....</b>	<b>46</b>
<b>5.4 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV).....</b>	<b>48</b>
<b>5.5 Análise da translucidez.....</b>	<b>54</b>
<b>5.6 Contagem de Unidades Formadoras de Colônias (UFC).....</b>	<b>56</b>
<b>5.7 Análise da Microscopia Eletrônica de Varredura de <i>S. mutans</i> (MEV).....</b>	<b>57</b>
<b>6 DISCUSSÃO.....</b>	<b>60</b>
<b>7 CONCLUSÃO.....</b>	<b>65</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>66</b>

Silva ACS. Caracterização microestrutural e propriedades mecânicas e antimicrobianas da zircônia com vidro de prata [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2021.

## RESUMO

Este estudo avaliou resistência à flexão biaxial, caracterizou a microestrutura e analisou a atividade antimicrobiana de uma zircônia monolítica, infiltrada por vidro e vidro com prata. Foram confeccionados 210 discos de zircônia YZ (VITA Zahnfabrik, Alemanha) com 14 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura. As amostras foram polidas com lixas de SiC #1200 e divididas em 7 grupos principais: YZ polida, YZ + glaze, YZ com Ag 5%, YZ Ag 4%, YZ com vidro, YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%. Em seguida, as amostras foram submetidas as análises de resistência a flexão biaxial (ISO 6872) em água, difração de raios X e mensuração da translucidez. Também foram realizadas análises fractográficas, microscopia eletrônica de varredura e análise das Unidades formadoras de Colônias (UFC) para o microorganismo *S. mutans*. Os valores de resistência (MPa) foram ranqueados e submetidos à ANOVA 1-fator, teste de Tukey ( $\alpha= 0,05$ ) e análise de Weibull para cálculo de módulo e resistência característica dos materiais (IC 95%). Os grupos com infiltração de vidro apresentaram maiores médias de resistência para flexão biaxial, sendo eles: YZ polida (819,0 MPa); YZ com glaze (790,8 MPa); YZ + Ag 5% (612,1 MPa); YZ + Ag 4% (519,2 MPa); YZ com vidro (1149,7 MPa); YZ com vidro + Ag 5% (791,5 MPa) e YZ com vidro + Ag 4% (928,2 MPa). Todos os grupos experimentais foram semelhantes quanto ao módulo de Weibull, com exceção do grupo YZ + Ag 5%. Os difractogramas mostraram a presença de cristais de combeita nos grupos YZ com vidro + Ag 4% e YZ com vidro + Ag 5%, além de picos de grãos monoclinicos nos outros grupos do estudo. Para a análise da translucidez foi empregado teste estatístico de Tukey ( $\alpha= 0,05$ ) o qual demonstrou que a presença de prata não resultou em diferença entre os grupos, enquanto o processo de infiltração de vidro diminuiu os valores. O MEV mostrou irregularidades na superfície dos grupos YZ + Ag 5%, YZ + Ag 4%, YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%. No grupo YZ com vidro, observou-se uma superfície predominantemente lisa assim como para o grupo YZ + glaze. A análise fractográfica dos grupos YZ + glaze, YZ + Ag 4% e 5% mostrou que a região de início da fratura foi observada na camada de glaze e na superfície da zircônia, respectivamente. Já os grupos com infiltração, as regiões que mostram a origem da fratura foram predominantemente observadas no interior da zircônia. No teste de UFC com *S. mutans* observou-se que o grupo YZ + Ag 5% apresentou menor crescimento de colônias. Sendo assim, pode-se concluir que a zircônia infiltrada com vidro apresentou maior resistência à fratura e o grupo YZ + Ag 5% teve maior capacidade antimicrobiana. A aplicação do vidro com prata sobre a zircônia não alterou a translucidez do material, enquanto a infiltração de vidro modificou a translucidez da zircônia.

Palavras-chave: Zircônia. Vidro com prata. Propriedades mecânicas.

Silva ACS. *Microstructural characterization and mechanical and antimicrobial properties of silver glass zirconia [dissertation]. São José dos Campos (SP): Paulista State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2021.*

## **ABSTRACT**

*This study evaluated resistance to biaxial flexion, characterized the microstructure and analyzed the antimicrobial activity of a monolithic zirconia, infiltrated by glass and glass with silver. 210 YZ zirconia discs (VITA Zahnfabrik, Germany) were made with 14 mm in diameter and 1.2 mm in thickness. The samples were polished with SiC # 1200 sandpaper and divided into 7 main groups: YZ polished, YZ + glaze, YZ with Ag 5%, YZ Ag 4%, YZ with glass, YZ with glass + Ag 5% and YZ with glass + Ag 4%. Then, the samples were subjected to analysis of resistance to biaxial flexion (ISO 6872) in water, X-ray diffraction and measurement of translucency. Fractographic analyzes, scanning electron microscopy and analysis of Colony-forming Units (CFU) for the *S. mutans* microorganism were also performed. The resistance values (MPa) were ranked and submitted to 1-factor ANOVA, Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ) and Weibull analysis for calculating the module and characteristic resistance of the materials (95% CI). The groups with glass infiltration showed higher means of resistance for biaxial flexion, being: polished YZ (819.0 MPa); YZ with glaze (790.8 MPa); YZ + Ag 5% (612.1 MPa); YZ + Ag 4% (519.2 MPa); YZ with glass (1149.7 MPa); YZ with glass + Ag 5% (791.5 MPa) and YZ with glass + Ag 4% (928.2 MPa). All experimental groups were similar regarding the Weibull module, with the exception of the YZ + Ag 5% group. The diffractograms showed the presence of combeite crystals in the groups YZ with glass + Ag 4% and YZ with glass + Ag 5%, in addition to peaks of monoclinic grains in the other groups of the study. For the analysis of translucency, Tukey's statistical test ( $\alpha = 0.05$ ) was used, which demonstrated that the presence of silver did not result in a difference between the groups, while the process of glass infiltration decreased the values. The SEM showed irregularities on the surface of the groups YZ + Ag 5%, YZ + Ag 4%, YZ with glass + Ag 5% and YZ with glass + Ag 4%. In the YZ group with glass, a predominantly smooth surface was observed, as well as for the YZ + glaze group. Fractographic analysis of the groups YZ + glaze, YZ + Ag 4% and 5%. showed that the fracture onset region was observed on the glaze layer and on the zirconia surface, respectively. The groups with infiltration, the regions that show the origin of the fracture, were predominantly observed inside the zirconia. In the UFC test with *S. mutans*, it was observed that the YZ + Ag 5% group had lower colonies growth. Thus, it can be concluded that the zirconia infiltrated with glass showed greater resistance to fracture and the YZ + Ag 5% group had greater antimicrobial capacity. The application of glass with silver over zirconia did not change the translucency of the material, while the infiltration of glass modified the translucency of zirconia.*

**Keywords:** Zirconia. Silver glass. Mechanical properties.

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Zircônia odontológica

Durante muitos anos as cerâmicas odontológicas foram uma frequente alternativa de escolha como material restaurador diante das reabilitações protéticas. Tal razão se dá pelo fato desses materiais apresentarem diversas vantagens, como: resistência à compressão, condutividade térmica, translucidez, biocompatibilidade aos tecidos bucais, estabilidade de cor, entre outras (Amoroso et al., 2012; Bajraktarova et al., 2018). Entretanto, quando indicadas para restaurações extensas e sujeitas a maiores cargas mastigatórias, suas propriedades se tornam limitadas (Raut et al., 2011; Kelly et al., 2011; Barão et al., 2007). Sendo assim, o desenvolvimento de novas técnicas e materiais cerâmicos foram sendo aprimorados para uma integrada aplicação odontológica (Andreiulo et al., 2011). Dentre elas, novas formas de processamento e o aumento de conteúdo cristalino surgiram como alternativa a complementar tais questões (Lima, 2018). Com isso, a introdução da zircônia ( $ZrO_2$ ) na odontologia foi de grande importância ao suprir as necessidades restauradoras em regiões sujeitas à maiores cargas mastigatórias (Andreiulo et al., 2011). Dentre as suas vantagens, destacam-se a alta resistência à tração (900 - 1200 MPa) e à compressão ( $\cong$  2000 MPa) que se somam à baixa condutividade térmica, baixa tendência ao acúmulo de placa e biocompatibilidade (Manicone et al., 2007; Lorenz et al., 2019).

Por se tratar de um biomaterial polimorfo, a zircônia se apresenta em três diferentes formas cristalográficas classificadas como: monoclinica (estável a cerca de 1170°C), tetragonal (1170 a 2370°C) e cúbica (2370°C à sua temperatura de fusão de 2680°C) (Garvie et al., 1975; Piconi et al., 1999). Dentre os estudos na área médica e de engenharia, a melhora no seu desempenho mecânico foi observada na transformação da fase tetragonal para a monoclinica. Sendo assim, para a estabilização da fase tetragonal, o óxido de ítrio pode ser aplicado com o objetivo de garantir resistência à flexão, tenacidade à fratura e melhor estabilidade química (Larsson et al., 2007; Kim et al., 2010).

Devido a composição de sua microestrutura, a zircônia apresenta algumas desvantagens que limitam sua integrada indicação. A adesão aos materiais, como por exemplo, foi comprometida devido a zircônia ser um material acido-resistente. Isto é, seu o alto conteúdo cristalino impossibilita a degradação superficial através de ácidos, sendo necessário utilizar métodos alternativos para promover uma adequada adesão (Gomes et al., 2008; Amoroso et al., 2012). Dentre eles se destacam o jateamento com partículas de óxido de alumínio combinado com monômero à base de fosfato e silicatização (Ramos, 2018). Outra desvantagem se reflete a estética, uma vez que a adição de óxidos na zircônia, promoveu característica altamente opaca, como no sistema InCeram Zircônia com 69% de óxido de alumina ( $Al_2O_3$ ) e 31% de óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) (Amoroso et al., 2012). Como solução, é aplicada cerâmicas de cobertura sobre a superfície da zircônia. Entretanto, a interação entre esses materiais gera diferenças no módulo elástico e no coeficiente de expansão térmica, podendo gerar falhas no revestimento (Sailer et al., 2016).

## **1.2 Materiais gradados e infiltração de vidro**

Para solucionar os problemas de interface entre a zircônia e os materiais, a alternativa de formar uma transição gradativa entre uma cerâmica e outra tem sido atualmente estudada. Este processo é capaz de formar uma interfase entre os materiais. Sendo assim, as distintas propriedades dos materiais se relacionariam de forma passiva, reduzindo as tensões internas, e, conseqüentemente melhorando as propriedades mecânicas (Lapaz et al., 2014). Diante deste fato, essa solução tem sido desenvolvida e testada através da aplicação de vidro ou sílica em zircônia (Zhang et al., 2010).

Toyama et al. (2019) relatam que o sucesso da infiltração de sílica em zircônia, resulta em uma camada de infiltração de aproximadamente 6  $\mu m$  de profundidade. Essa transição gradual é capaz de reduzir as concentrações de tensões na intersecção entre uma interface e uma superfície livre contribuindo para melhora na resistência a abrasão e fadiga (Lapaz et al., 2014; Ramos et

al., 2014; Alves et al., 2017). Ou seja, além de evitar a exposição de zircônia ao meio bucal, a infiltração proporciona maior resistência a fratura e lascamento, uma vez que o vidro difundido na zircônia é capaz de transferir tensões para a subsuperfície (Toyama et al., 2019; Lima, 2018). Outra vantagem da infiltração de vidro é a obtenção de uma superfície propensa ao condicionamento ácido e à silanização, o que colabora para a resistência mecânica do conjunto (Lima, 2018).

### **1.3 Incorporação de prata com finalidade terapêutica**

Uma considerável atenção também foi atraída para os vidros devido à possibilidade de serem dopados com metais antes de serem fundidos (Fiori et al., 2008; Ahmed et al., 2011). O tratamento de troca iônica, que é conhecido por modificar as propriedades químicas, ópticas, mecânicas e elétricas da estrutura do vidro tem este fim. Isto é, íons metálicos antimicrobianos como a prata podem ser incorporados na rede de vidro, pela troca dos íons de sódio (Guldiren et al., 2017).

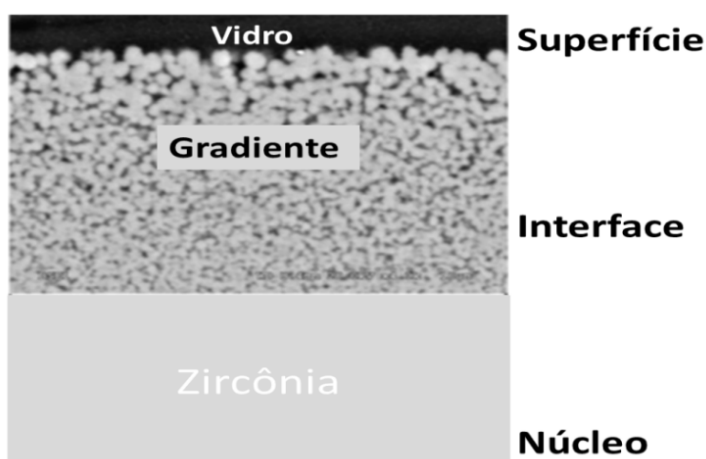
A prata é conhecida por suas características antimicrobianas e tem eficácia contra outros microorganismos eucariotas, além da biocompatibilidade quando aplicado em concentrações baixas. Acredita-se que íons de prata são capazes de inativar proteínas bacterianas (Sonai, 2008). Conforme estudos de Sokolowski et al. (2014), a adição de partículas de prata em compósitos restauradores e com fins antimicrobianos é útil, mas pode levar a uma mudança de cor, pois oxidam, e vão do amarelo claro ao marrom escuro. Entretanto, dependendo da forma de apresentação, como no caso do vidro com prata obtém-se boa estabilidade, não-toxicidade e grande absorção de luz (Cao et al., 2017).

Assim, levando em consideração que a composição do vidro é passível de modificação estrutural, nosso grupo de pesquisa sintetizou um vidro em que a prata foi adicionada na estrutura. Por sua vez, o vidro ( $\text{AgSiO}_4$ ) foi aplicado

na zircônia com o objetivo de agregar mais uma funcionalidade ao material. Isto é, a possibilidade de ter atividade antimicrobiana.

Apesar de tratar-se de prata, a técnica desenvolvida não levou à alteração da translucidez da cerâmica. Tal fato se torna de grande valia para a prática clínica como na confecção de *abutments*, braquetes cerâmicos, coroas totais e até mesmo parafusos de implantes.

Figura 1 – Imagem de microscopia eletrônica de varredura usando elétrons retroespalhados da seção transversal da zircônia



Fonte: Tiago Campos.

Na Figura 1, o vidro envolve os grãos de zircônia promovendo uma interfase resistente a delaminação da porcelana de cobertura. Além disso, a gradação do vidro permite que o módulo de superfície do conjunto seja próximo ao da dentina, reduzindo tensões sobre remanescente e preservando a estrutura do dente. Simultaneamente, as propriedades bactericidas da prata evitariam infecções por cárie secundária que pudessem levar à perda do remanescente dental (Chibinski et al., 2010). Desta forma, este novo material pode promover uma solução inovadora para os principais problemas da zircônia que é a delaminação da cerâmica de cobertura e/ou cáries secundárias do remanescente dentário.

Dentro desta perspectiva, caberá ao presente estudo analisar a microestrutura do conjunto zircônia/vidro frente a uma adequada concentração de prata que favoreça propriedades antibacterianas, mecânicas, mas também as características estéticas. Nossa hipótese de investigação é a de que o vidro com prata aumentará as propriedades mecânicas e preservará a translucidez da zircônia, além de diminuir o número de colônias formadas sobre o material.

## **2 REVISÃO DE LITERATURA**

Para o presente estudo, foi realizada uma revisão bibliográfica levantando um histórico sobre as propriedades gerais e uso da zircônia 3Y-TZP na área odontológica, assim como sua aplicação associada a infiltração vidro e de vidro com prata. A revisão de literatura foi dividida em tópicos a fim de facilitar a compreensão dos estudos levantados.

### **2.1 Zircônia 3Y-TZP: microestrutura e propriedades mecânicas, físicas e estéticas.**

A zircônia é um dióxido cristalino de zircônio o qual apresenta características intrínsecas bastante favoráveis, como estabilidade química, propriedades físicas e mecânicas. Tais características são reflexo da sua capacidade de tenacificação dada pelas transformações que ocorrem no conteúdo microestrutural. Este processo foi descoberto em 1989 por Christel, que apresentou a comunidade médica a zircônia adicionada a um estabilizador com a premissa de ser um material inovador mais eficaz que a alumina. Dentre os estabilizadores, foi selecionado o óxido de ítrio sob concentração de 3% a 4% que permitiu a produção de uma zircônia composta por grãos tetragonais metaestáveis capazes de induzir a transformação de grãos à fase monoclinica (Christel et al., 1989).

Quando ocorre o desenvolvimento de uma trinca no material, os grãos tetragonais se transformam em monoclinicos e conseqüentemente aumentam seu volume em 3 a 5 % (Assis, 2007). Tal crescimento se opõe à abertura da trinca e, por conseqüência, resiste à propagação da mesma (Mariscal, 2017). Com isso, os valores de resistência à flexão, tenacidade à fratura e dureza são substancialmente aumentados em comparação com outros materiais cerâmicos (Larsson et al., 2007). Tal fato, corrobora com estudos de Gonzaga et al. (2011), o qual relata que a tenacidade a fratura é diretamente influenciada pelo

tamanho dos grãos, uma vez que partículas maiores são capazes de deflexionar as trincas, resultando em maior tenacidade à fratura (Gonzaga et al., 2011). Todavia, quando o material é submetido à umidade e em determinadas condições de temperatura, esta transformação origina o processo de degradação em baixa temperatura (LTD – *Low-Temperature Degradation*), que ocorre em ampla faixa de temperatura (37°- 500° C) (Mariscal, 2017; Ramos, 2018). Este processo favorece o aparecimento de microfaturas ao redor dos grãos previamente transformados, originando fendas, deslocando os grãos e aumentando a rugosidade. Como consequência, as propriedades do material acabam sendo afetadas (Mariscal, 2017).

Como consequência de tais mecanismos, a resistência mecânica da zircônia quando comparada as cerâmicas feldspáticas e dissilicato de lítio torna-se significativamente maior (Amaral et al., 2008). Por outro lado, conforme Bottino et al. (2008), devido a seu alto conteúdo cristalino, as cerâmicas de zircônia enquadram-se no grupo de materiais acidorresistentes, o que a torna não passível de condicionamento com HF (ácido fluorídrico).

Dentre os materiais restauradores indiretos, a zircônia tem demonstrado grande avanço em curto prazo. Com isso, seu desenvolvimento permitiu a comercialização de diversas intensidades de translucidez, cor e resistência mecânica.

A zircônia tetragonal estabilizada por ítria (3Y-TZP: policristais de Zircônia tetragonal estabilizados com 3mol% de ítria) representa a primeira geração. Tem como propriedades alta resistência mecânica (cerca de 900 a 1200 Mpa), tenacidade à fratura (em torno de 6–8 MPa m<sup>1/2</sup> avaliada pelo método de indentação-fratura), dureza e resistência ao desgaste. Normalmente, a 3Y-TZP é uma das cerâmicas de zircônia mais comumente utilizadas na odontologia (Shiraishi et al., 2016).

Contudo, sua opacidade não confere características estéticas devido à dispersão da luz a partir dos limites dos grãos e poros desse material (Cordeiro, 2015; Klee et al., 2018).

## 2.2 Aplicabilidade da zircônia convencional na odontologia

As restaurações de zircônia se tornaram popularmente conhecidas devido à sua exclusiva propriedade mecânica que possibilitou ser indicada a restaurações protéticas permitindo alta longevidade (Ebeid et al., 2014). Sua aplicação na odontologia tem sido executada em restaurações monolítica para próteses fixas, *inlays*, *onlays*, pinos intra-canais, *brackets* ortodônticos e pilares de implantes (Telles, 2017; Bittar et al., 2019).

Quando há a necessidade de mascarar dentes escurecidos, com pinos ou núcleos metálicos, a opacidade presente na zircônia se torna bastante favorável à aplicação. Entretanto, com objetivo de reproduzir aspecto estético natural a coroa protética, camadas de cerâmicas de cobertura translúcidas são aplicadas sobre a zircônia, suprimindo esta propriedade desejada (Inokoshi et al., 2014). Contudo, estudos clínicos relatam a ocorrência de falhas neste método. As taxas de lascamento de cerâmicas de cobertura alcançam de 1 a 8% em taxas anuais, ocasionadas pela presença de trincas e fraturas nessa superfície, além do alto desgaste nos dentes antagonistas. Esta, é apresentada como sendo uma das razões mais relatadas que levam o fracasso destas restaurações. Para evitar tais complicações, a sua associação a técnicas de maquiagem individualizadas (que exige queima em forno de cerâmica tradicional), permite alcançar melhores resultados estéticos tornando este material uma atraente alternativa para restaurações protéticas (Passos et al., 2014; Bittar et al., 2019).

A maior aplicabilidade da zircônia na odontologia deve-se a utilização de recursos computacionais bem como os sistemas CAD/CAM. Com ele, confecção de coroas monolíticas em zircônia aumentou. De acordo com a literatura, a resistência a fratura dessas peças protéticas apresenta excelente desempenho, sem necessitarem da aplicação de uma cerâmica de revestimento sobre as mesmas (Harada et al., 2016).

### 2.3 Tratamentos de superfície e infiltração com vidro

Os tratamentos de superfícies das cerâmicas odontológicas são amplamente discutidos de modo a serem aplicados conforme a microestrutura do material. As cerâmicas vítreas são passíveis de serem condicionadas com ácido fluorídrico, enquanto as zircônias (cerâmicas de microestrutura policristalina) tornam essa possibilidade inviável. Tal situação é justificada pelo fato de a zircônia ser classificada como um material ácidorresistente (Bottino et al., 2008). Sendo assim, seu condicionamento é realizado de forma individualizada.

Atualmente, diversas pesquisas têm sido realizadas com o objetivo de melhorar a superfície de adesão da zircônia, assim como também a superfície de cobertura. Dentre os métodos utilizados para preparo da superfície interna da zircônia, destacam-se os métodos abrasivos e físico-químicos como: jateamento com óxido de alumínio ou partículas de alumina revestidas por sílica (silicatização), tratamento a laser, microssinagem, deposição física de vapor de plasma (PVD) ou deposição química de vapor de plasma (CVD) (May, 2015; Schunemann et al., 2019). Até o momento, a técnica frequentemente executada nas reabilitações de zircônia é o jateamento com partículas de óxido de alumínio combinado com monômero a base de fosfato. Neste método a pressão gerada é capaz de criar microrretenções mecânicas além de preparar a superfície da cerâmica para a silanização (nos casos de silicatização) (May, 2015). Entretanto, a longo prazo, quando esta técnica é associada ao uso de cimentos resinosos tradicionais, a resistência de união da zircônia ao cimento não tem efeito significativo (Kern, Weger, 1998). Como tentativa a solucionar a problemática, estudos envolvendo infiltração de sílica e/ou vidro na superfície da zircônia tem sido desenvolvidos apresentando resultados promissores (Zhang et al., 2012; Vanderlei et al., 2014), que, associado ao processo de lascamento/delaminação das cerâmicas de recobrimento se tornou uma alternativa importante a ser estudada. Tal processo é realizado através da infiltração da zircônia que promove a diminuição do módulo elástico superficial formando um material com diferentes características se comparado a seus

homólogos. Assim, passam a ser chamados de materiais “gradados” (Zhang et al., 2010; Aboushelib, 2011).

O processo de infiltração de vidro já concretizado e relatado na literatura foi o desenvolvido por Zhang e Kim (2009). Para esta técnica, foi produzido um vidro em pasta (“*slurry*”) que é aplicado sobre a superfície da zircônia a ser infiltrada (Zhang et al., 2009). Devido a criação de uma superfície gradada, essa técnica originou um conjunto de materiais com propriedades exclusivas, como aumento da resistência a flexão, proteção contra o desgaste do dente antagonista, possibilidade de ser condicionada a ácido além de distribuir as tensões da superfície para o interior da microestrutura da zircônia. A camada de vidro formada na superfície também evita que a zircônia seja exposta ao meio bucal, e, conseqüentemente retarda o processo de degradação em baixas temperaturas (Zhang et al., 2012; Ramos, 2018).

Com os resultados inovadores da infiltração, diversas pesquisas iniciaram a fim de promover uma superfície semelhante a criada por Zhang. Dentre elas, a infiltração pelo método sol-gel tem se tornado uma técnica frequentemente estudada devido a sua versatilidade. Esta técnica basicamente é executada a partir da imersão dos espécimes em uma solução líquida que se torna gel posteriormente. A baixa temperatura para processamento, facilidade no controle da espessura do revestimento e a possibilidade de adicionar agentes redutores e oxidantes em pequenas concentrações são algumas das vantagens estabelecidas (Chen et al., 2010). Um estudo elaborado por Ramos analisou os efeitos de diferentes infiltrações de sílica pelo método sol-gel. Para as infiltrações deste estudo os espécimes foram imergidos de duas a três vezes em ácido silícico obtido por TEOS (ortossilicato de tetraetila) ou ácido silícico obtido por metassilicato de sódio. O melhor resultado encontrado foi a partir da infiltração de sílica obtida através do metassilicato de sódio com duas imersões, uma vez que este processo aumentou a tenacidade a fratura interfacial da zircônia cimentada com cimento resinoso (Ramos, 2018).

Sendo assim, diante dos diversos tratamentos de superfície e das vantagens apresentadas pelo processo de infiltração, muitas pesquisas tem se empenhado a alcançar o melhor protocolo de tratamento para as cerâmicas à

base de zircônia. Entretanto, ainda não existe um consenso sobre qual o melhor método a ser utilizado.

## 2.4 Vidros bioativos e íons metálicos terapêuticos

Ao longo dos anos diversas composições de vidros bioativos tem sido desenvolvido com objetivo de aprimorar cada vez mais suas funções. Sua estrutura não é dependente de uma estequiometria específica o que permite a adição de diversas concentrações de íons com propriedades terapêuticas e fisiológicas (Brauer, 2015). Tais vidros também possuem determinada versatilidade quanto ao método de sintetização, podendo passar pelo processamento sol-gel ou pela técnica de fusão (Barrioni, 2018).

Os biovidros obtidos pelo processamento sol-gel requer baixas temperaturas para ser sintetizado. É constituído basicamente pela transformação de um sol (suspensão coloidal de partículas sólidas) em um líquido-gel e pode apresentar teor de sílica em até 90% (mol%) (Jones et al., 2013). Estes tipos de biovidros são amplamente estudados por serem obtidos através de diversas rotas além de apresentarem excelentes propriedades regeneradoras (Zheng et al., 2017; Atkinson et al., 2016). Todavia, conforme estudos de Campos et al. (2005), quando submetidos a temperaturas acima de 800 °C podem apresentar aspecto opaco.

Já os biovidros derivados da técnica de fusão devem ser fundidos sob altas temperaturas (1350 e 1500 °C), e, para que apresentem bioatividade devem apresentar teor de sílica menor que 60% (mol%) (Hoppe et al., 2013; Jones et al., 2013). Sua aplicação é destinada a diversas finalidades. Dentre elas, a utilização para preenchimento de falhas e aplicação na engenharia de tecidos tem se destacado amplamente na literatura (Barrioni, 2018).

Embora seus benefícios sejam grandes, estudo revela que durante o processo de cristalização dos vidros bioativos, sua bioatividade pode ser comprometida, devido a formação de cristais de combeita ( $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$ ). Isto é, quando em contato com o ambiente fisiológico, suas propriedades químicas

como a solubilidade, podem ser modificadas (Faure et al., 2015). Esta fase cristalina, é resultado das elevadas temperaturas requeridas durante o tratamento térmico para cristalização dos biovidros (acima de 600°C) (Hoppe et al., 2013; Bretcanu et al., 2009; Lefevbre et al., 2009). Entretanto, conforme estudos de Siqueira et al. (2011), quando cristalizada em determinadas porcentagens, a combeita pode manter a função bioativa do vidro.

O biovidro 45S5 amplamente estudado e discutido na literatura foi desenvolvido por Larry Hench na década de 60. Inicialmente sua aplicação foi direcionada a regeneração tecidual. Entretanto, este composto apresenta diversas vantagens, bem como alta bioatividade, regeneração de tecidos duros e moles, propriedades antimicrobianas e liberação de íons terapêuticos (Spirandeli et al., 2020; Hoppe et al., 2011).

Outro biovidro frequentemente discutido na literatura é o biovidro de cal de sódio. Ao longo dos anos, sua composição sofreu alterações para que suas propriedades fossem aprimoradas (Pedone et al., 2008). Sendo assim, a substituição de íons cálcio por magnésio foram se expandindo, visto que este último é capaz de aumentar a tenacidade a fratura e durabilidade química do vidro (Wilantewicz, 1998). Este composto quando associado aos íons de prata, demonstra boa capacidade de troca iônica, promovendo uma liberação lenta e gradual de prata para o meio (Gonella, 2015). Logo, a associação do biovidro com a prata pode promover significativo efeito antimicrobiano.

A adição de íons terapêuticos tem sido incorporada a estrutura dos biovidros garantindo resultados relevantes as pesquisas, podendo ser aplicados com diversas finalidades (Hoppe et al., 2011; Hum et al., 2012). O cálcio, por exemplo, favorece o processo de mineralização da matriz extracelular, enquanto o cobre e cobalto auxiliam na vascularização e angiogênese, respectivamente (Romero-Sánchez et al., 2018; Littmann et al., 2018). O manganês por sua vez, atua como um cofator de enzimas contribuindo para a inibição da reabsorção óssea (Barrioni, 2018). O flúor auxilia reduzindo a desmineralização do esmalte e dentina, conseqüentemente prevenindo a cárie dentária (Carolina et al., 2017). Outro íon metálico frequentemente estudado é a prata, que apresenta efeito bactericida, bem como um amplo espectro de

atividades antimicrobianas. Entretanto, quando utilizada em altas concentrações pode ser citotóxica (Marques et al., 2017)

## 2.5 Atividade microbiana

A cavidade bucal é colonizada por uma organização de microorganismos composta por 750 espécies diferentes que se relacionam formando uma comunidade benéfica para todos os microorganismos (Kolenbrander et al., 2010; March, 2005). Tal comunidade pode ser composta por bactérias aeróbicas, anaeróbicas, facultativas, microaerofílicas e fungos. Dentre eles, os mais comuns são *S. mutans* como espécie predominante seguida de *S. sanguinis*, *C. albicans* e *P. gingivalis* (Dal Piva, 2017).

De acordo com Kolenbrander et al. (2010), os Streptococcus são os organismos presentes em maior quantidade na cavidade oral. Sua proliferação se inicia a partir da fermentação de açúcares em ácidos orgânicos. Estes por sua vez, diminuem o pH salivar para 5 promovendo um meio de sobrevivência apenas para microorganismos ácido-resistentes, como os *S. mutans*. Desta forma, estes microorganismos dão continuidade a produção de ácidos e tendem a crescer, apresentando maior vantagem se comparada aos outros microorganismos comensais. Sendo assim, o *S. mutans* é considerado microorganismo com potencial efeito cariogênico, uma vez que permitem metabolizar açúcares e sobrevivem em ambiente ácido, além de serem capazes de se proliferarem e migrarem para outros sítios da boca (Metwalli et al., 2013).

Estudos de Marques et al. (2017) testaram a eficácia antimicrobiana da prata frente aos Streptococos. De acordo com os autores, foi testado “scaffolds” a base de cálcio dopados com prata a fim de induzir regeneração óssea e observar a atividade microbiana. Como resultados, os scaffolds induziram a proliferação de células osteoblásticas, apresentaram efeito inibitório contra estreptococos além de não apresentarem citotoxicidade.

Dentro desta perspectiva, é possível observar com base na literatura que a prata tem demonstrado efeito significativo contra os microorganismos

buciais. Entretanto, sua concentração e rotas de preparo devem ser minuciosamente estudadas.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi analisar os grupos sem infiltração-YZ polida; YZ glazeada; YZ + Ag 5%; YZ + Ag 4%, infiltrados com vidro e infiltrados com vidro dopado de prata em diferentes concentrações-YZ com vidro; YZ com vidro + Ag 5%, YZ com vidro + Ag 4%, com:

- a) Análise das propriedades mecânicas como resistência à flexão biaxial, análise de Weibull, tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ) e caracterização por difração de raios X;
- b) Análise fractográfica, da superfície e do biofilme de *S. mutans* por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- c) Contagem de Unidades Formadoras de Colônias (UFC);
- d) Mensuração da translucidez.

As hipóteses testadas foram:

- a) A zircônia infiltrada por vidro apresentará propriedades mecânicas superiores as da zircônia sem infiltração;
- b) A zircônia com vidro de prata (com e sem infiltração) apresentará maior atividade antimicrobiana a medida que a concentração de prata for maior;
- c) A zircônia com vidro de prata apresentará menor translucidez que as zircônias sem vidro de prata.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Preparo do vidro com prata

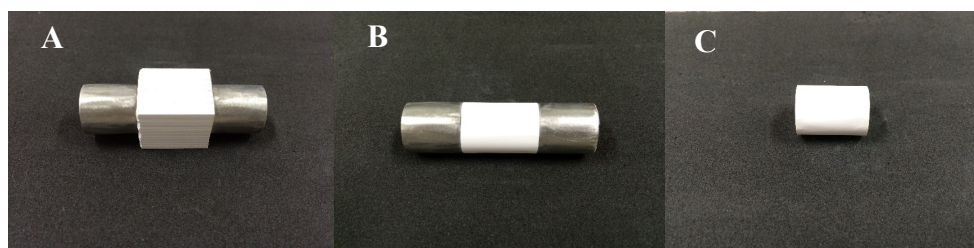
A produção do ácido silícico seguiu a metodologia de Campos et al. (2016). O ácido silícico foi obtido pela passagem de metassilicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) em solução aquosa (10% m/m) através de uma resina de troca iônica (IR120 – Rohm and Haas). Em seguida, foram adicionados os sais correspondentes para formação do vidro controle com composição final  $\text{SiO}_2$  - 68%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -11,7%,  $\text{CaO}$  3,0 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  -7,3% e  $\text{K}_2\text{O}$  -10,0 %. Essa composição foi obtida através da mistura dos nitratos correspondentes aos cátions e a solução de ácido silícico correspondente à quantidade de sílica. O vidro contendo prata consistiu de  $\text{SiO}_2$  (65%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (1,1%),  $\text{K}_2\text{O}$  (0,59 %),  $\text{Na}_2\text{O}$  (14,54%),  $\text{CaO}$  (8,93 %),  $\text{MgO}$  (3,41%) e  $\text{Ag}$  (5%). A fonte de prata utilizada foi o nitrato de prata, que oxidou durante o processo de calcinação. Dessa forma, os dois tipos de vidros foram colocados em estufa a 100 °C por 24 h e em seguida calcinados a 600 graus por 5 horas. Após tal processo, foram moídos em almofariz de alumina e peneirados (# 200 MESH).

### 4.2 Confecção das amostras e sinterização dos espécimes

Os espécimes foram obtidos a partir de blocos de zircônia Vita YZ T (VITA Zanhfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) para todos os testes.

Os blocos de zircônia pré-sinterizados foram arredondados com desgastes laterais até tomar forma cilíndrica com diâmetro de 15 mm (Figura 2).

Figura 2 - Passos para confecção dos cilindros de zircônia



Legenda: a) bloco colado ao guia para arredondar; b) cilindro arredondado; c) cilindro pronto.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

Em seguida foram seccionados em discos com 1,5 mm de espessura, com disco de corte diamantado Extec (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – Illinois, EUA), sob refrigeração.

Os discos foram posteriormente regularizados e polidos individualmente com lixa de SiC (Norton Saint-Gobain, São Paulo, BR) de granulação #1200 em máquina politriz (Buhler EcoMet 250, Lake Bluff, Illinois, USA).

Em seguida, os espécimes receberam uma sequência de polimento especial também em politriz durante 1 min, seguindo protocolo descrito no quadro 1.

Quadro 1- Protocolo adicional de polimento dos discos

Pano de polimento	Granulação da pasta diamantada
Feltro MasterTex™ (veludo sintético)	15 µm
PanoTextMet™ (pano perfurado)	6 µm

Fonte: Elaborado pelo autor.

Posteriormente, os discos foram limpos em banho ultrassônico sob imersão em álcool isopropílico durante 15 min e secos com auxílio de papel absorvente. Segundo a norma ISO 6872, os discos pré sinterizados devem apresentar dimensões 20% maiores para compensar a contração de sinterização (Figura 3).

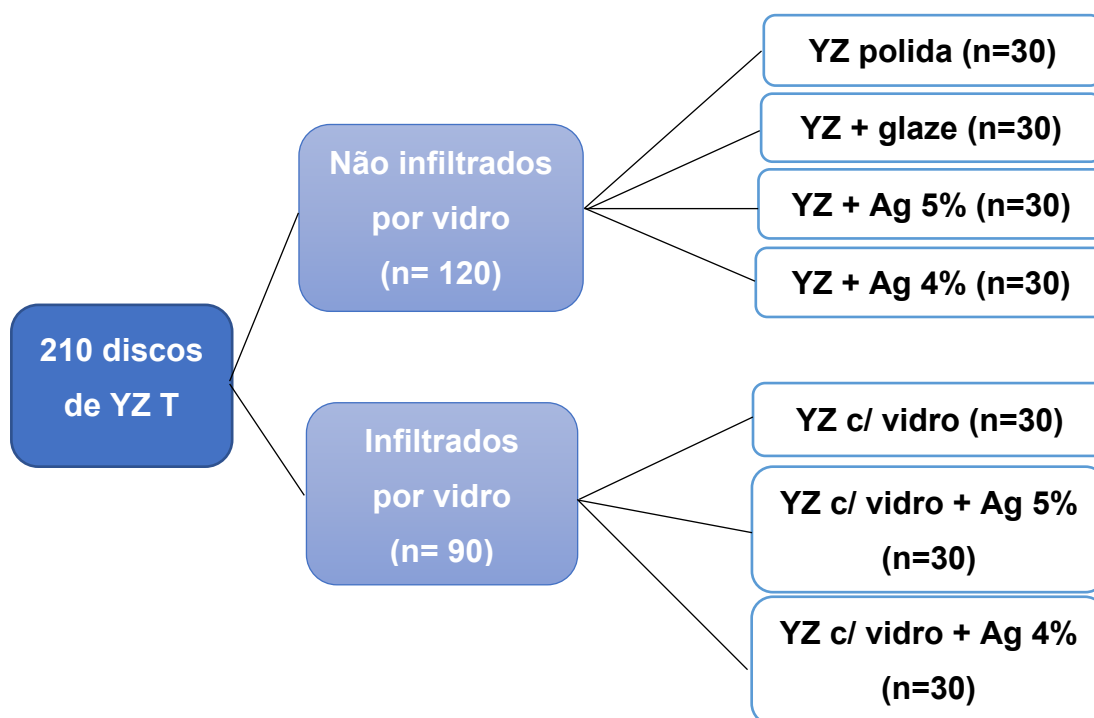
Figura 3 - Discos de zircônia YZ T pré-sinterizados



Fonte: Elaborado pelo autor.

Após tal procedimento, separou-se 30 espécimes para cada grupo, sendo 4 grupos sem infiltração de vidro e 3 infiltrados: YZ polida (controle), YZ + glaze, YZ + Ag 5% (zircônia com 5% de vidro com prata), YZ + Ag 4% (zircônia com 80% de vidro com prata e 20% de glaze), YZ com vidro, YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%, totalizando n=210 espécimes. A Figura 4 ilustra a distribuição das amostras nos grupos.

Figura 4 - Distribuição das amostras nos grupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Em seguida, os espécimes dos grupos não infiltrados por vidro foram levados ao forno (Sirona inFire HTC speed) para sinterização, conforme a recomendação do fabricante seguindo o protocolo (Quadro 2). Após a sinterização, os discos de zircônia apresentaram espessuras de 1,2 mm, conforme ilustrado na Figura 5.

Quadro 2 - Ciclo de sinterização da zircônia YZ T

Temperatura inicial (°C)	Taxa de aquecimento (°C/min)	Temperatura de queima (°C)	Tempo de queima (min)
25	17	1550	120

Fonte: VITA Zahnfabrik.

Figura 5 - Disco de zircônia YZ T sinterizado com 1,2 mm de espessura



Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.3 Preparo dos grupos YZ + glaze, YZ + Ag 5% e YZ + Ag 4%

Antes da aplicação de glaze e prata, todos os espécimes foram pesados sobre balança de precisão (OHAUS Adventurer, Baueri, São Paulo, Brasil) com exceção do grupo YZ polida que não recebeu qualquer aplicação.

Para o grupo YZ + glaze, foi misturado uma medida de concha dosadora do pó de glaze (Vita Akzent GLAZE (Akz 25), VITA Zahnfabrik, Alemanha) em 5 gotas de fluido (Vita Akzent FLUID, VITA Zahnfabrik, Alemanha) até que se obtivesse uma consistência homogênea. Após este processo, com o auxílio de pincel com ponta fina, aplicou-se sobre toda a superfície dos espécimes uma fina camada da mistura. Em seguida, todos os espécimes do grupo foram pesados a fim de controlar a quantidade de material aplicado. Após esta etapa, os discos foram levados ao forno (Vita Vacumat 6000) seguindo-se o protocolo de queima recomendado pelo fabricante (Tabela 1).

Tabela 1 - Ciclo de queima de glaze recomendado pelo fabricante

Temp. inicial °C	→ mín	↗ mín	↗ °C/mín	Temp. aprox. °C	→ mín	Vác. min	↘ °C
500	4	5	80	900	1	-	-

Fonte: VITA Zahnfabrik.

Na elaboração do grupo YZ + Ag 5%, pesou-se sobre a balança de precisão a quantidade de uma concha dosadora correspondente a 0,3 gramas de vidro com prata. Posteriormente, foi adicionado 8 gotas de Propilenoglicol P.A.-A.C.S (Labsynth Produtos Odontológicos Ltda, Diadema, São Paulo, BR), a fim de diluir a substância até que se obtivesse consistência homogênea. Em seguida, aplicou-se a mistura sobre a superfície dos espécimes da mesma forma que o grupo anterior e levou-se ao forno de queima sob o mesmo protocolo do grupo YZ + glaze.

Na elaboração do grupo YZ + Ag 4%, foi utilizado 80% de vidro com prata e 20% de glaze. Considerando-se que uma medida da colher dosadora apresentava 0,3 gramas de vidro com prata (correspondente a 5% de Prata), foi necessário calcular quantas gramas seriam necessárias para representar 80%. Logo, a partir de cálculo em regra de três, concluiu-se que 80% corresponde a 0,24 gramas de pó de vidro com prata. A partir deste mesmo cálculo, concluiu-se que para a mistura apresentar 20% de glaze, seria necessário a adição de 0,06 gramas de pó de glaze (o mesmo utilizado para o grupo YZ + glaze).

Para a diluição do pó de vidro com prata associado ao glaze, também foi utilizado líquido diluidor Propilenoglicol. Primeiramente, calculou-se qual seria a proporção ideal de líquido para diluir a quantidade de pó calculada anteriormente. Sendo assim, a partir de cálculo em regra de três, considerou-se que se para 0,1 gramas de qualquer pó se utiliza 8 gotas do líquido, logo, para 0,3 gramas de vidro com prata e glaze (0,24g + 0,06g) é necessário utilizar 24 gotas de Propilenoglicol para a mistura.

Após a análise das quantidades necessárias para a mistura, pesou-se os respectivos pós de vidro com prata e glaze sobre a balança de precisão (Figura 6) e misturou-se as substâncias juntamente com Propilenoglicol até que se obtivesse uma consistência homogênea.

Figura 6 - Pó de vidro com prata e glaze sendo medidos em balança de precisão, respectivamente

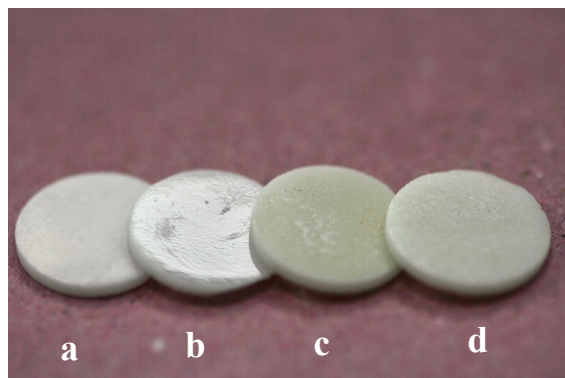


Fonte: Elaborado pelo autor.

Em seguida, com pincel de ponta fina aplicou-se a mistura sobre a superfície dos espécimes e pesou-se cada um deles. Assim, a concentração inicial do vidro com prata que era de 5%, passou a ser 4% após a dissolução.

Posteriormente, levou-se ao forno de cristalização de cerâmicas para queima de glaze conforme o mesmo protocolo de queima para o grupo YZ + glaze. A Figura 7 ilustra os espécimes após a aplicação das substâncias experimentais.

Figura 7 - Espécimes do grupo não infiltrado finalizados



Legenda: a) YZ polida; b) YZ + glaze; c) YZ + Ag 5%; d) YZ + Ag 4%  
Fonte: Elaborado pelo autor.

#### **4.4 Preparo dos grupos infiltrados: YZ com vidro, YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%**

Assim como todos os grupos anteriormente preparados, os grupos com vidro de infiltração também foram pesados previamente a aplicação de vidro.

Em seguida, com o auxílio de concha dosadora, acrescentou-se 0,3 gramas de pó de vidro de infiltração em 8 gotas de Propilenoglicol, misturando-se ambas as substâncias até que se obtivesse consistência homogênea. Após este preparo, aplicou-se a mistura com um pincel de ponta fina sobre a superfície de todos os espécimes dos grupos com infiltração. Posteriormente, as amostras foram pesadas e levadas para sinterização em forno sob o mesmo protocolo descrito no quadro 2.

Com a finalização da sinterização, separou-se 30 espécimes para o grupo YZ com vidro que não receberia aplicações posteriores, e, os 60 espécimes correspondentes aos grupos YZ com vidro + Ag 5% e YZ com vidro + Ag 4%, foram novamente pesados.

Para o grupo YZ com vidro + Ag 5%, o preparo para a aplicação do pó de vidro com prata seguiu da mesma forma que a aplicação do grupo YZ + Ag 5%. Acrescentou-se 0,1 gramas de pó de vidro com prata que foi diluído em 8

gotas de Propilenoglicol até que se obtivesse consistência homogênea. Por fim, aplicou-se a mistura sobre a superfície dos espécimes e levou-se ao forno com programação de queima de glaze sob o mesmo protocolo descrito nos grupos não infiltrados.

Assim como descrito no grupo anterior, o preparo do grupo YZ com vidro + Ag 4% também seguiu o mesmo protocolo de aplicação utilizado no grupo YZ + Ag 4%. A Figura 8 ilustra o aspecto dos espécimes dos grupos infiltrados após finalização.

Figura 8 - Espécimes infiltrados finalizados



Legenda: e) YZ com vidro; f) YZ com vidro + Ag 5%; g) YZ com vidro + Ag 4%;  
Fonte: Elaborado pelo autor.

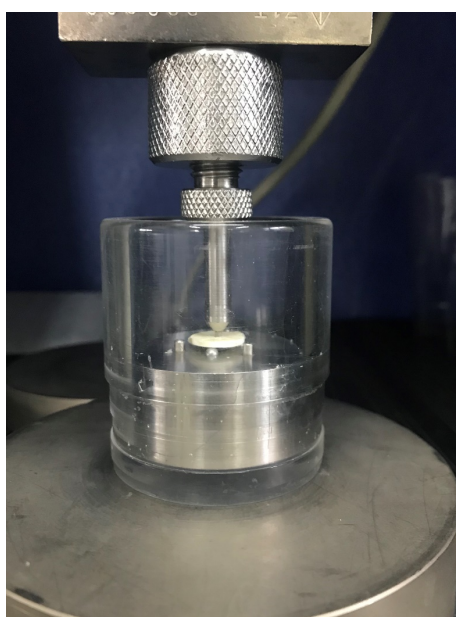
#### 4.5 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial

Para determinar resistência à flexão, 210 espécimes (n=30) foram posicionados em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, Paraná, BR).

Durante o teste de flexão biaxial o espécime foi recoberto com uma Fita adesiva do lado de compressão para que o contato com a ponta aplicadora da carga não produza defeitos e que se mantenha os fragmentos em posição. Em seguida, preencheu-se o suporte de vidro com água e posicionou-se o espécime

na base circular iniciando a aplicação de carga (Figura 9). O carregamento axial de compressão foi aplicado utilizando célula de carga de 1000 kgf e velocidade de 1 mm/min até fraturar o espécime. Os valores obtidos no teste foram em Newton (N).

Figura 9 - Ensaio de flexão biaxial



Legenda: Dispositivo para flexão biaxial com uma amostra em posição imersa em água.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

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

$$S = -0,2387P \left( X - \frac{Y}{d^2} \right)$$

Onde S é a tensão máxima de tração em Pascal, P é a carga total aplicada para se provocar a fratura, em Newton, e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm. X e Y foram determinados pelas equações:

$$X = (1 + \nu) \log \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[ \frac{1 - \nu}{2} \right] \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2$$

$$Y = (1 + \nu) \left[ 1 + \ln + \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2$$

Onde  $\nu$  é o coeficiente de Poisson;  $r_1$  é o raio do suporte circular, em mm,  $r_2$  é o raio da área sob carga em mm;  $r_3$  é o raio da amostra, em mm;  $d$  é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm.

#### 4.6 Análise de Weibull

Depois que os dados de flexão biaxial foram computados, foi realizado a análise de Weibull, utilizando-se a distribuição de dois parâmetros:

$$P_f = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_m} \right)^m \right]$$

$$\ln (1 - P_f) = - \left( \frac{\sigma}{\sigma_m} \right)^m$$

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - P_f} \right) \right] = n \ln \sigma - m \ln \sigma_\theta$$

Nessa distribuição, a resistência característica  $\sigma$  é o parâmetro de localização, no qual uma grande  $\sigma$  desloca os dados para a direita, enquanto uma pequena  $\sigma$  desloca a distribuição para a esquerda. Este parâmetro corresponde à resistência onde a probabilidade de falha ( $P_f$ ) corresponde a 63,2%. O módulo de Weibull ( $m$ ), corresponde à forma do gráfico da distribuição.

Quanto mais contida (menor a inclinação da reta) a distribuição, menor a dispersão dos dados e maior o módulo, fazendo com que o material seja mais confiável.

As diferenças estatísticas significantes entre a resistências características foram determinadas pela sobreposição dos intervalos de confiança de 95%.

As médias de resistência à flexão biaxial foram ainda analisados com Anova 1 fator e teste de Tukey.

#### **4.7 Análise fractográfica e cálculo da tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ )**

Após o teste de flexão biaxial, duas amostras fraturadas de cada grupo foram analisadas em secção transversal sob microscópio eletrônico de varredura (SEM, TESCAN VEGA 3 model, FR) localizado no ITA (Instituto Tecnológico de Aeronáutica), campus de São José do Campos, para determinação das origens e marcas de fratura. Selecionaram-se as amostras representativas de cada grupo e, nestas, medimos o defeito originador da fratura para calcular  $K_{Ic}$ , conforme a equação:

$$K_{Ic} = \theta\gamma\sqrt{a}$$

Onde “ $\theta$ ” é a resistência à fratura em MPa, “ $\gamma$ ” é uma constante relacionada à geometria do defeito e “ $a$ ” é a altura do defeito.

#### **4.8 Difração de Raios X (DRX)**

Os espécimes (n=2) foram analisados por difração de raios X (DRX) com o intuito de caracterizar as fases formadas durante a sinterização com o vidro com prata. Para essa análise foi utilizado o difratômetro de raios-X (XRD);

Model X'pert Powder, PANalytical, Almelo, NL) localizado no ITA (Instituto de Tecnologia Aeronáutica, campus de São José Campos).

Foi utilizado radiação  $\text{CuK}\alpha$  a 20-40 °, com um tamanho de passo de varredura de 0,01 e radiação  $\text{CuK}\alpha$ .

A identificação das fases cristalinas foi dada após a comparação dos espectros experimentais com espectros de difração padrões do banco de dados JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) e ICSD (Inorganic Crystal Structure). Um programa chamado HighScore Plus ajudou com as atribuições dos espectros.

#### **4.9 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV)**

Uma amostra de cada grupo foi selecionada para a caracterização da morfologia da superfície fraturada. Para isso, foi usado o mesmo microscópio eletrônico de varredura: o MEV (SEM, TESCAN VEGA 3 model, FR) utilizado para análise fractográfica.

#### **4.10 Mensuração da translucidez**

Para a análise da translucidez ( $n=5$ ), foi utilizado o espectrofotômetro colorimétrico (CM-2600D, Konica Minolta, Ramsey, Nova Jérсия, EUA) e sistema de mensuração de translucidez de acordo com a CIE-Lab (Comissão Internacional de Iluminação,  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ), que coordena a leitura através de um iluminador de 2 graus e uma fonte de luz padrão D65 (Figura 10). Os parâmetros “L”, “a” e “b” correspondem respectivamente a lightness, redness e greeness (modelo CIE, Commission Internationale de l’Eclairage), com anteparos preto (preto  $L^* = 1,8$ ,  $a^* = 1,3$ ,  $b^* = -1,5$ ) e branco ( $L^* = 95,7$ ,  $a^* = -1,3$ ,  $b^* = 2,6$ ) (Kaizer et al., 2017).

Neste estudo, utilizou-se a área de leitura/iluminação SAV – Small Area View, na qual a área de leitura é de 3 mm e a iluminação é 6 mm. A determinação

da alteração de translucidez ( $T_p$ , parâmetro de translucência) foi calculada de acordo com a fórmula:

$$T_p = [(L_b^* - L_p^*)^2 + (a_b^* - a_p^*)^2 + (b_b^* - b_p^*)^2]^{1/2}$$

As letras subscritas “p” referem-se às coordenadas de cor sobre o fundo preto e as letras subscritas “b” referem-se ao fundo branco. As coordenadas de cor dos fundos foram: branco (L:84.95; a:-0.38; b:2.93) e preto: (L:25.58; a:-0.15; b:-0.24) (Caneppele et al., 2013).

Antes da mensuração de cada espécime, foi realizada a calibração do espectrofotômetro colorimétrico conforme as recomendações do fabricante.

Para a leitura de cada amostra, com o auxílio de um microbrush, aplicou-se na superfície dos discos padrões com fundo de cor branca e preta (leneta) um contato óptico, o Propilenoglicol 400 (LabSynth, São Paulo, SP, BR). Posteriormente, o aparelho foi ajustado para realizar 3 leituras consecutivas, calculando automaticamente os valores médios de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ .

Figura 10 – Espectrofotômetro colorimétrico utilizado na mensuração da translucidez



Fonte: Imagem disponibilizada pelo fabricante.

Para realização da análise estatística da translucidez, foi utilizado o teste Anova 1 fator e teste de Tukey empregando um nível de significância estatístico de 5%.

#### 4.11 Esterilização dos espécimes e formação do biofilme de *S. mutans*

Para esterilização dos espécimes, cinquenta e seis amostras de 4,0 x 4,0 x 1,6 mm<sup>3</sup> (n=8) foram posicionados dentro de fluxo laminar, onde permaneceram sob a luz ultravioleta por 15 min de cada lado de 4,0 x 4,0 mm e foram manipulados com instrumental também estéril. Posteriormente, os espécimes foram colocados em caldo BHI (infusão de cérebro coração) por 24h em estufa a 37°C. A ausência de turvação garantiu a eficácia do processo de esterilização. O biofilme testado foi composto por *S. mutans* (UA 159).

Suspensões-padrão foram preparadas com densidade óptica relativa a 106 células/mL. Para isto, os *S. mutans* foram semeados em ágar BHI – Brain Heart Infusion (Difco, Detroit, EUA) e incubados em estufa a 37°C com 5% de CO<sub>2</sub>. Após a incubação, as colônias de microrganismos foram suspensas em solução fisiológica estéril (NaCl a 0,9%) e a quantidade de células suspensas foi verificada em espectrofotômetro (B582, Micronal, São Paulo). Para isto, os parâmetros de densidade óptica e comprimento de onda utilizados foram de 0,560 e 398 nm, respectivamente. Estes parâmetros foram pré-estabelecidos por meio de uma curva padrão com as unidades formadoras de colônias por mililitro (UFC/mL) versus absorvância. Posteriormente, os espécimes foram colocados em uma placa com 96 poços adicionados a 150 µL de solução salina (PBS) e 50 µL de *S. mutans* previamente suspensos. Para avaliar a formação de biofilme maduro, as placas foram seladas e incubadas a 37°C em estufa de CO<sub>2</sub> durante 24h.

#### 4.12 Contagem de Unidades Formadoras de Colônia (UFC/mL)

Anteriormente a contagem de UFC, as amostras (n=8) foram lavadas substituindo-se 200µL do caldo de cada poço por solução fisiológica estéril e então

as placas foram agitadas por 5 min (agitador orbital, Solab, Piracicaba) para se remover células bacterianas não aderidas. Em seguida, os espécimes foram individualmente transferidos para novos poços com 100µL de solução salina estéril (NaCl a 0,9%) e sonicados (Sonoplus HD 2200, 30W, Bandelin Electronic, Berlin, Germany) por 30s para remoção dos biofilmes das superfícies.

Uma série de diluições decimais e alíquotas de 0,1 ml das diluições de  $10^4$ ,  $10^6$  e  $10^8$  foram realizadas e semeadas, em duplicatas, em placas de Petri com meio seletivo (sacarose (MSBS) para o crescimento das unidades formadoras de colônias de *S. mutans*. As placas foram incubadas em estufa a 37°C por 24h e, em seguida, foram contadas (à mão) e o número de UFC/mL, determinado.

#### **4.13 Microscopia Eletrônica de Varredura de *S. mutans* (MEV)**

Para a análise da quantificação de *S. mutans*, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (Sem, Tescan Vega 3 model, FR) a fim analisar morfologicamente a superfície dos materiais contaminados com biofilme homotípico (n=2).

Os espécimes contaminados foram fixados utilizando o protocolo de imersão em solução de glutaraldeído 2,5% por 1h em temperatura ambiente e desidratadas subsequentemente por uma série de passagens em concentrações crescentes de álcool etílico (10%, 25%, 50%, 75%, 80% e 90% por 20 min cada e 100% durante 1 hora).

Todos os espécimes foram fixados em um porta-amostras com fita adesiva dupla-face de carbono (SPI, West Chester, PA, EUA) e, então, foram metalizados com liga de ouro-paládio (Polaron SC 7620 Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, Reino Unido) por 130s, corrente de 10-15 mA, vácuo de 130 mTorr, taxa de metalização: 3,5 nm/min e camada de Pd-Au de aproximadamente 80 Å. O MEV foi operado entre 15 e 30 kV e spot de 3 a 6.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial, análise estatística de Weibull e cálculo da tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ )

Após a fratura dos espécimes em máquina de teste universal (EMIC), os resultados obtidos foram tabelados com dados de média e desvio padrão, módulo de Weibull, resistência característica, intervalo de confiança e tenacidade à fratura para cada grupo testado (Tabela 2). Para o cálculo da tenacidade à fratura, foi utilizado como referência o guia fractográfico de Quinn (2016).

Tabela 2 - Dados de resistência à flexão biaxial (MPa), teste de Tukey, parâmetros de Weibull e  $K_{Ic}$  (MPa  $\sqrt{m}$ .)

(continua)

Grupos	Médias da RFB, (DP) e teste de Tukey*	m (IC)	$\sigma_0$ (IC)	$K_{Ic}$
YZ polida	819,0 <sup>C</sup> (105,6)	9,2 A (6,8 – 12,2)	864,2 C (829,5 – 900,4)	4,8
YZ + glaze	790,8 <sup>C</sup> (102,7)	8,0A (6,1 – 10,4)	836,1C (797,4 – 876,7)	4,29
YZ + Ag 4%	519,2 <sup>D</sup> (53,6)	10,3 A (7,9 – 13,3)	542,8 D (523,0 – 563,5)	1,58
YZ + Ag 5%	612,1 <sup>D</sup> (90,16)	6,9 A (5,3 – 8,9)	651,2 E (616,4 – 688,1)	2,29

(continuação)

<b>YZ c/ vidro</b>	1149,7 <sup>A</sup> (178,1)	8,4 <sup>A</sup> (6,2 – 11,2)	1220,7 <sup>A</sup> (1167,4 – 1276,42)	-
<b>YZ c/ vidro + Ag 4%</b>	928,2 <sup>B</sup> (160,4)	7,8 <sup>A</sup> (5,7 – 10,7)	989,0 <sup>B</sup> (941,5 – 1039,0)	5,20
<b>YZ c/ vidro + Ag 5%</b>	791,5 <sup>C</sup> (169,8)	5,4 <sup>B</sup> (4,0 – 7,2)	859,6 <sup>C</sup> (801,8 – 921,7)	5,25

Legenda: Média dos dados de resistência a flexão biaxial (RFB) em MPa, desvio padrão (DP) e Teste de Tukey, módulo de Weibull (m), resistência característica ( $\sigma_0$ ), intervalo de confiança (IC) dos grupos e tenacidade à fratura (K<sub>Ic</sub>) (n=30). \* médias seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente.

Fonte: Elaborado pelo autor.

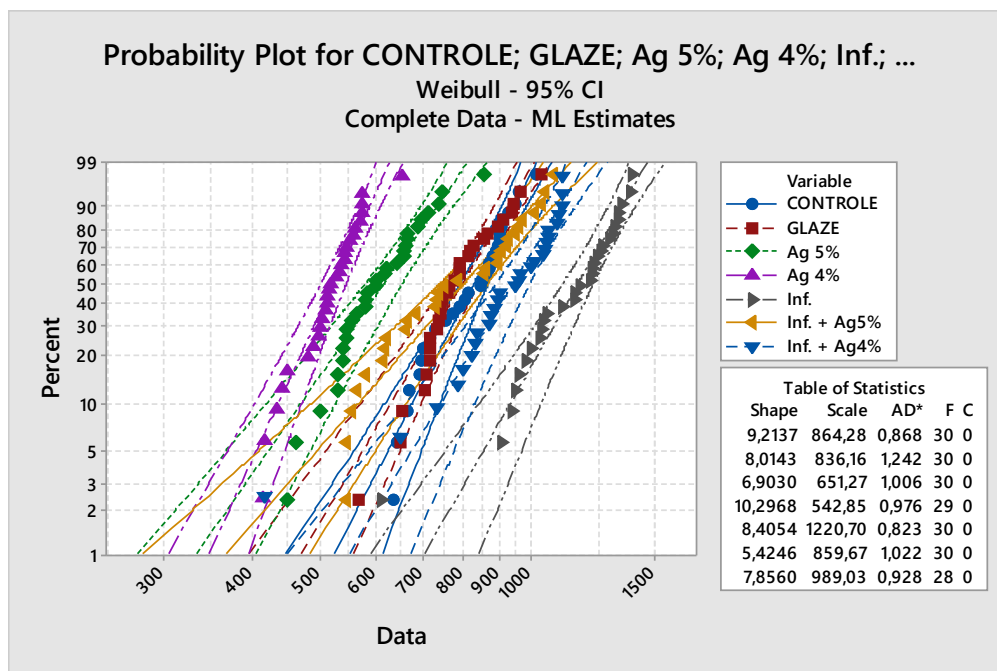
A partir destes dados, foi possível notar que os grupos que receberam infiltração de vidro (YZ com vidro e YZ com vidro + Ag 4%) resistiram a maiores cargas para fratura com exceção do grupo YZ com vidro + Ag 5%.

A partir da análise de Anova 1-fator da resistência à flexão biaxial, foi observado diferença entre os tratamentos (p-valor = 0,000 < 0,05). De acordo com teste de Tukey (5%), apesar de ambos apresentarem as maiores resistências a fratura, os grupos YZ com vidro e YZ com vidro + Ag 4% foram estatisticamente diferentes entre si.

O gráfico a seguir (Figura 11) representa a estatística de Weibull com a distribuição dos valores em uma reta. Quanto mais inclinada a reta, menor o módulo e menor a homogeneidade estrutural.

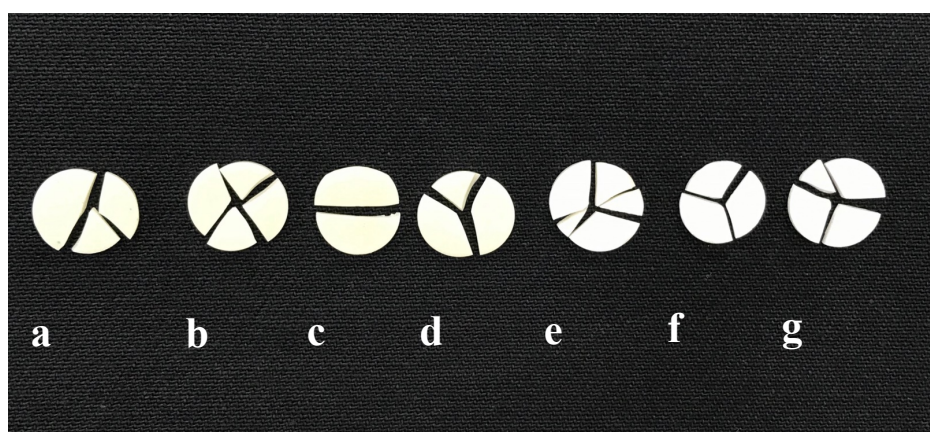
A partir da Figura 12 podemos observar as fraturas dos discos em diferentes números de pedaços, de 2 a 5.

Figura 11 - Gráfico de Weibull para os dados de resistência à flexão biaxial em MPa



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12- Imagem das fraturas dos discos em 2 até 5 partes



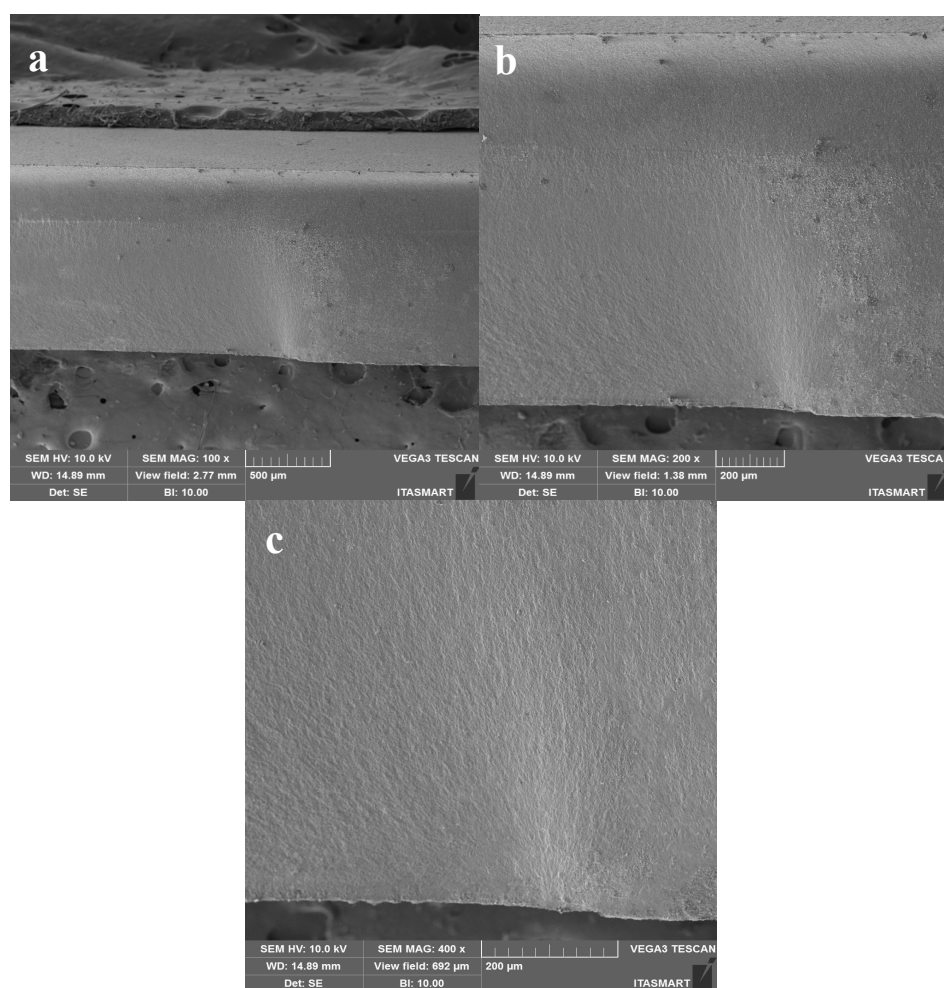
Legenda: a) YZ polida; b) YZ + glaze; c) YZ + Ag 5%; d) YZ + Ag 4%; e) YZ c/ vidro; f) YZ c/ vidro + Ag 5%; g) YZ c/ vidro + Ag 4%.

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.2 Análise fractográfica

As Figuras 13-19 ilustram a fractografia dos grupos experimentais. Os defeitos originadores das fraturas foram predominantemente estruturais e na superfície. A localização dos defeitos foi observada a partir das regiões de espelho que indicavam a origem do defeito.

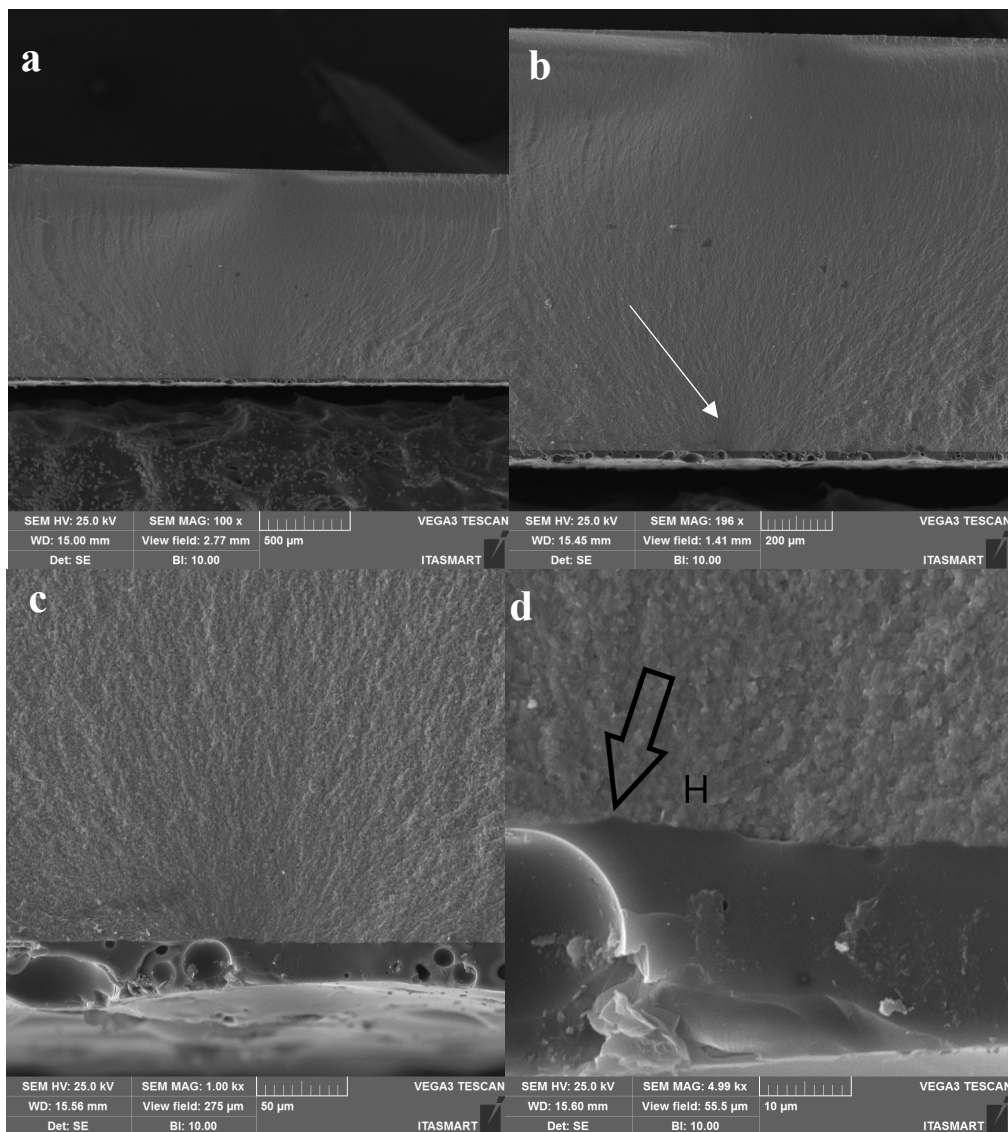
Figura 13 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ polida



Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura em 100x; b) YZ polida sob aumento de 200x; c) YZ polida sob aumento de 400x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

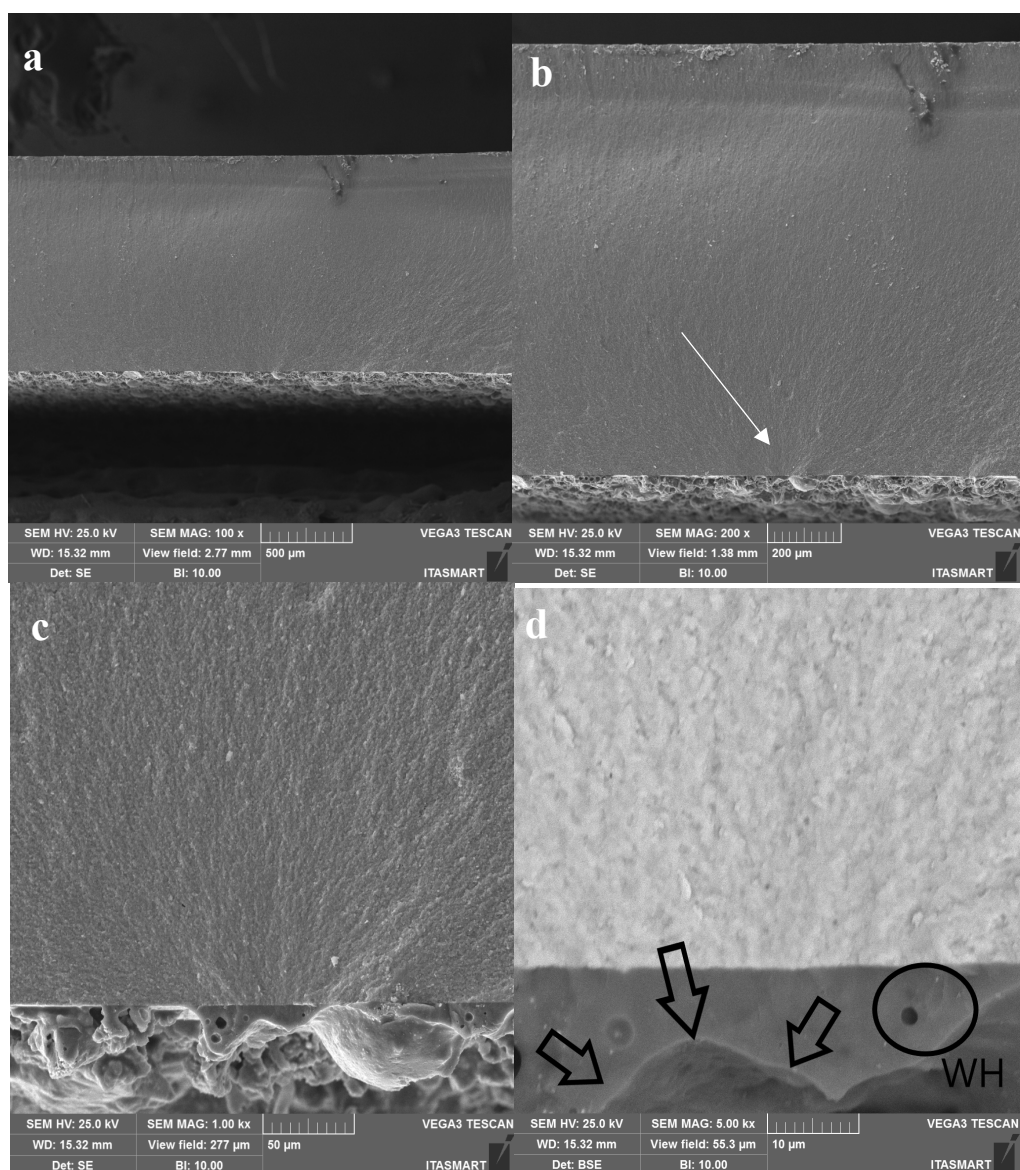
Figura 14 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ + glaze



Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura em 100x; b) YZ + glaze sob aumento de 200x; c) YZ + glaze sob aumento de 1000x; d) YZ + glaze sob aumento de 5000x onde a seta indica a origem da fratura e 'H' corresponde aos hackles próximos ao defeito.

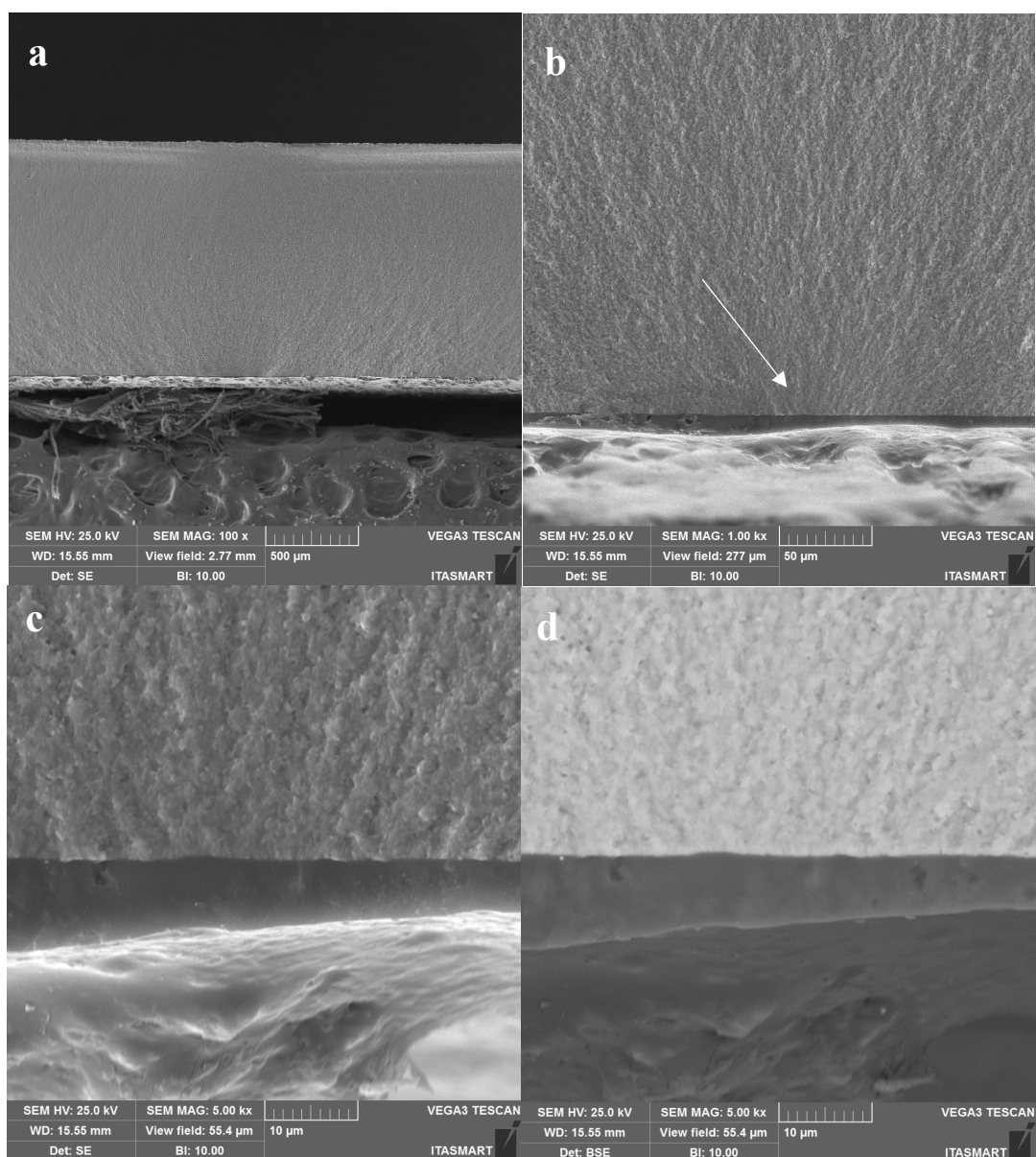
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 15 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ + Ag 5%



Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura em 100x; b) YZ + Ag 5% sob aumento de 200x; c) YZ + Ag 5% em sob aumento de 1000x; d) YZ + Ag 5% em BSE sob aumento de 5000x onde as setas indicam a origem da fratura na região do vidro com prata a 5%.  
 Fonte: Elaborado pelo autor.

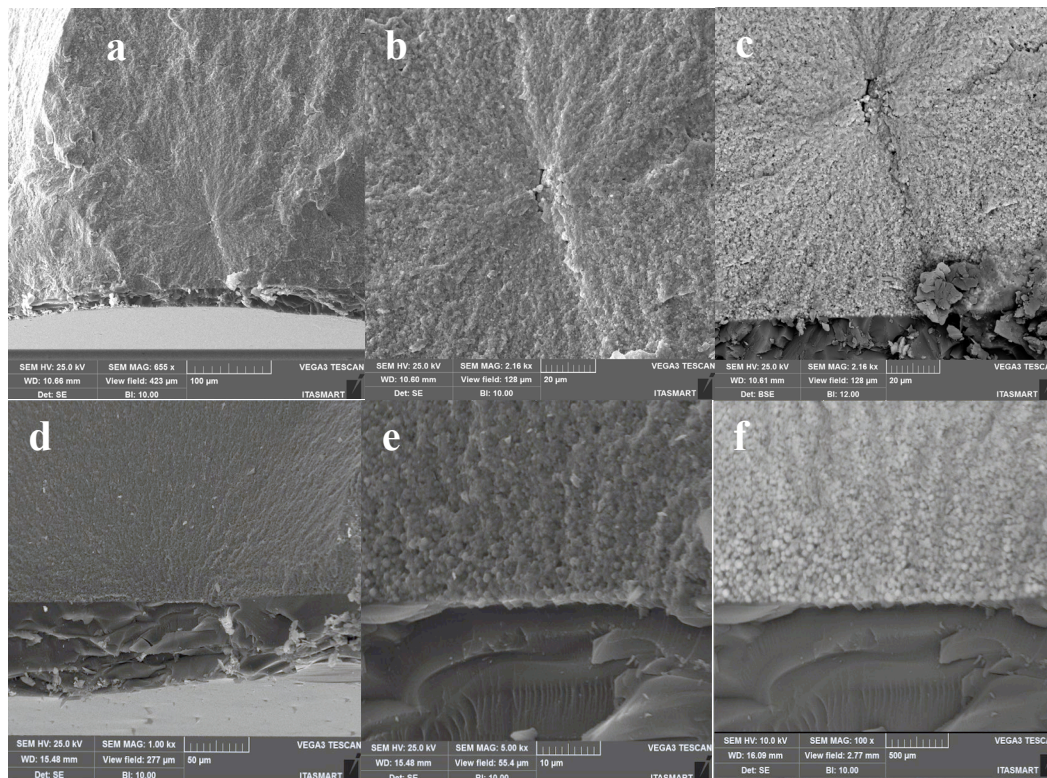
Figura 16 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ + Ag 4%



Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura sob aumento de 100x; b) YZ + Ag 4% sob aumento de 400x; c) YZ + Ag 4% sob aumento de 5000x; d) YZ + Ag 4% em BSE sob aumento de 5000x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

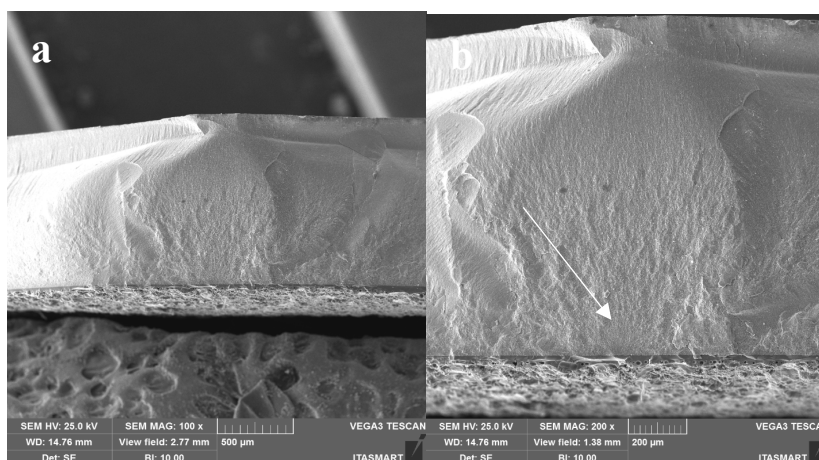
Figura 17 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ com vidro

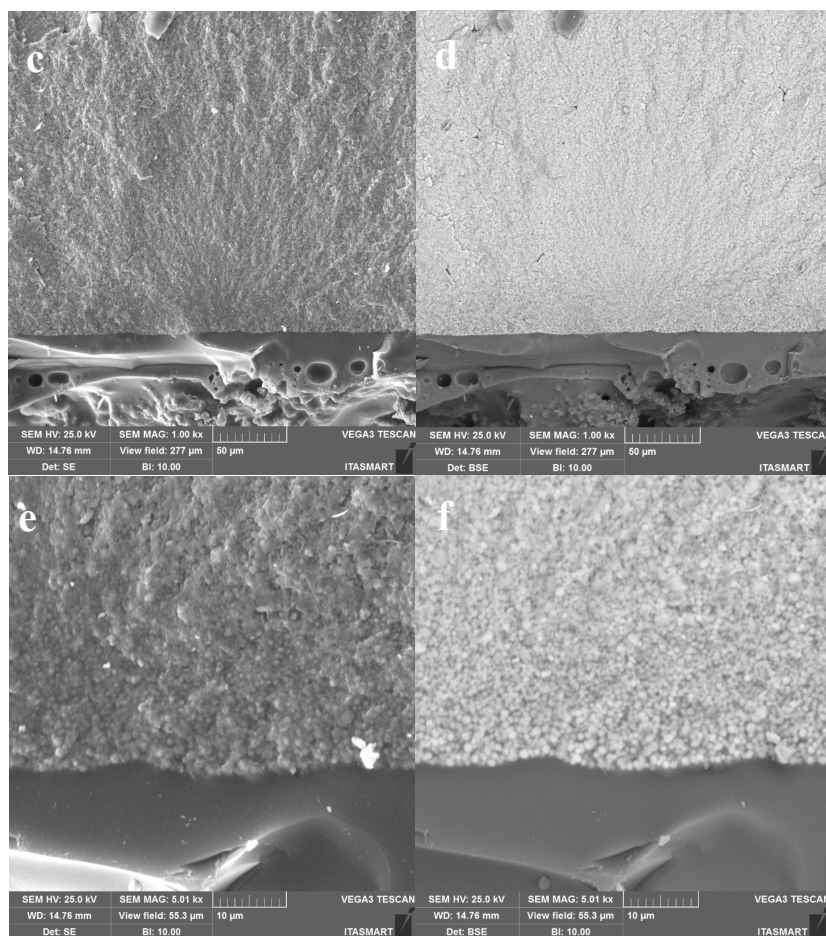


Legenda: a) sob aumento de 655x nota-se a zona de origem da fratura no interior da zircônia; b) YZ c/ vidro sob aumento de 2016x; c) YZ c/ vidro em BSE sob aumento de 2016x; d) YZ c/ vidro sob aumento de 1000x; e) YZ c/ vidro sob aumento de 5000x; f) YZ c/ vidro em BSE sob aumento de 5000X.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 18 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ inf. + Ag 5%

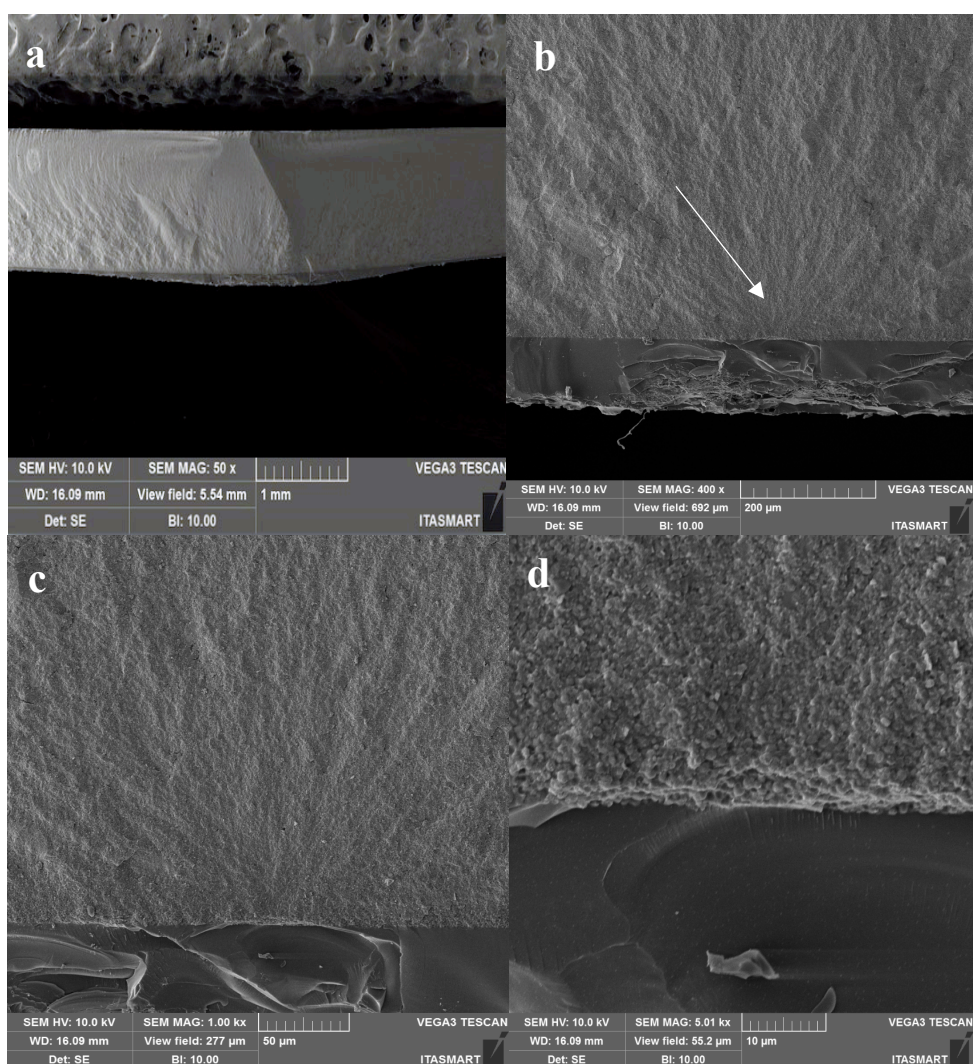




Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura sob aumento de 100x; b) YZ inf. + Ag 5% sob aumento de 200x; c) YZ inf. + Ag 5% sob aumento de 1000x; d) YZ inf. + Ag 5% em BSE sob aumento de 1000x; e) YZ inf. + Ag 5% sob aumento de 5000x; f) YZ inf. + Ag 5% em BSE sob aumento de 5000x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 19 – Imagens da superfície de fratura de uma amostra do grupo YZ inf. + Ag 4%



Legenda: a) nota-se a zona de origem da fratura sob aumento de 50x; b) YZ inf. + Ag 4% sob aumento de 400x; c) YZ inf. + Ag 4% sob aumento de 1000x; d) nota-se a infiltração de vidro + Ag 4% sob aumento de 5000x.

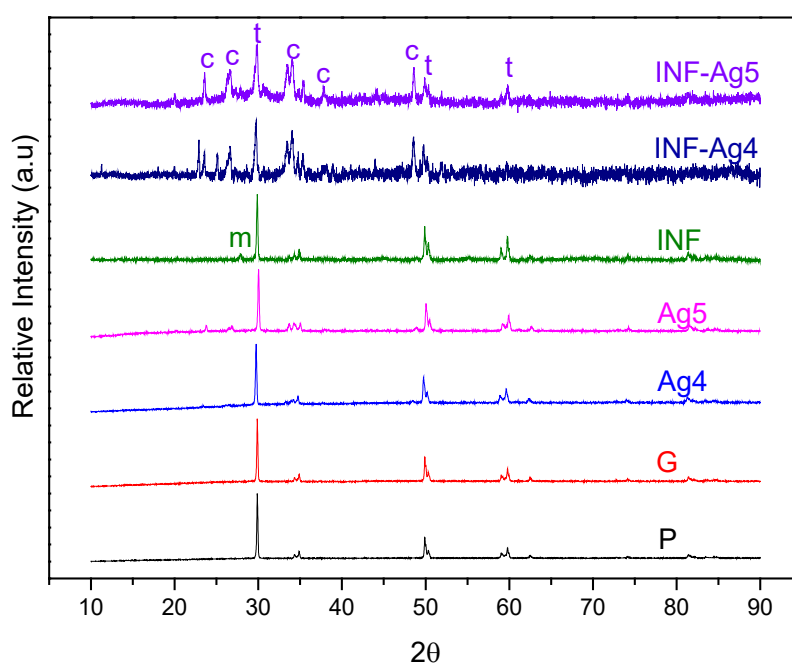
Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.3 Análise de Difração de Raios X (DRX)

A Figura 20 apresenta os difratogramas de raios-X dos grupos em estudo. Pode-se analisar que os difratogramas de todos os grupos apresentaram picos característicos de zircônia tetragonal. Entretanto, nos grupos YZ com vidro, YZ + Ag 5%, YZ + Ag 4%, YZ + glaze e YZ polida foi observado também a presença de uma fase monoclinica.

Outra característica relevante a ser observada foi a presença de picos de cristais bioativos de combeita encontrados exclusivamente no grupo YZ com vidro + Ag 4% e 5%.

Figura 20 – Difratrogramas de raios X de uma amostra de cada grupo



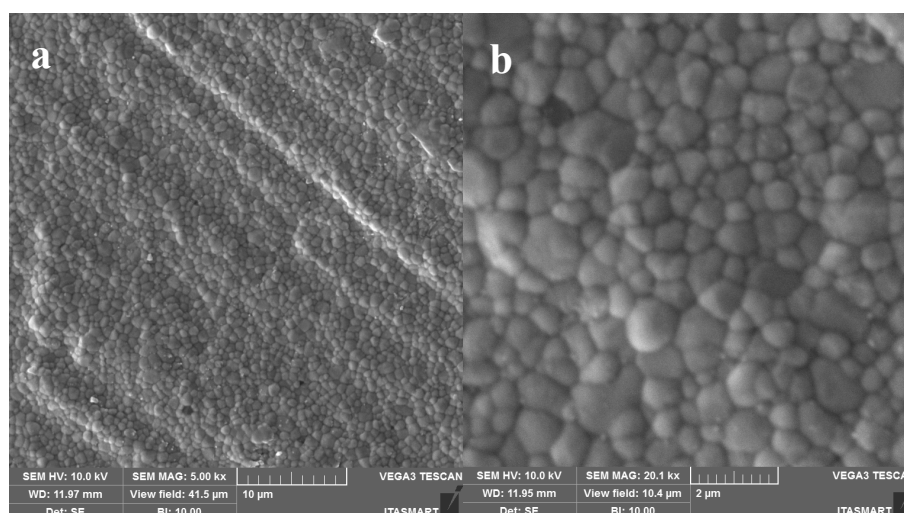
Legenda: YZ com vidro + Ag 5% (INF-Ag5); YZ com vidro + Ag 4% (INF-Ag4); YZ com vidro (inf); YZ + Ag 5% (Ag5); YZ + Ag 4% (Ag4); YZ + glaze (G); YZ polida (P). Os picos abaixo de t: correspondem a zircônia tetragonal, c: cristais bioativos de Combeita, m: zircônia monoclínica.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.4 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV)

Os primeiros grupos a terem suas superfícies analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura foram os que não receberam a aplicação do vidro de infiltração.

Na Figura 21, as imagens (A) e (B) mostram a superfície da zircônia do grupo YZ polida, a qual pode-se observar os grãos da microestrutura em maior aumento.

Figura 21 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ polida

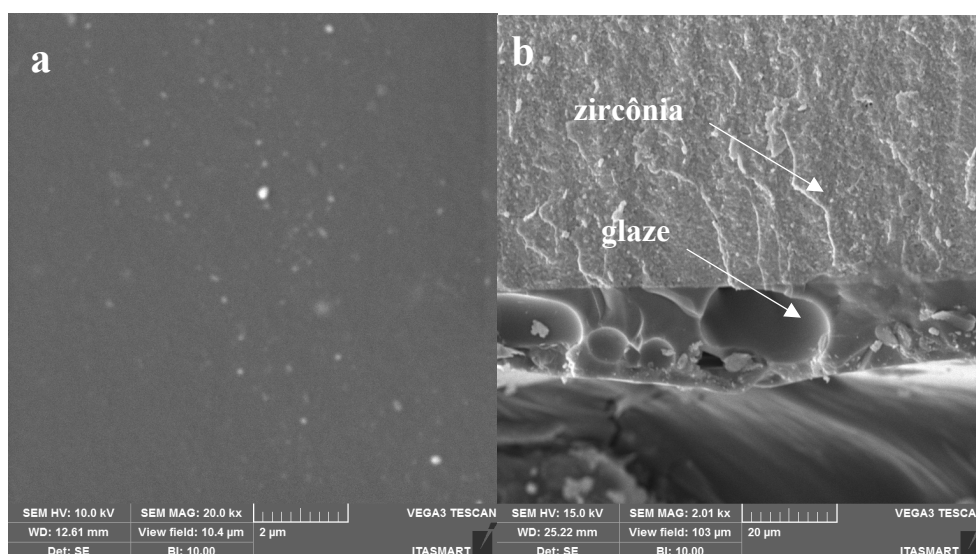


Legenda: a) observa-se sob aumento de 5000x a superfície da zircônia; b) nota-se os grãos da microestrutura sob aumento de 20.000x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 22, a imagem (A) do grupo YZ + glaze mostra a secção transversal da amostra, a qual é possível observar a formação de bolhas na camada de glaze. Na imagem (B), confirma-se sobre uma vista superficial a presença das mesmas.

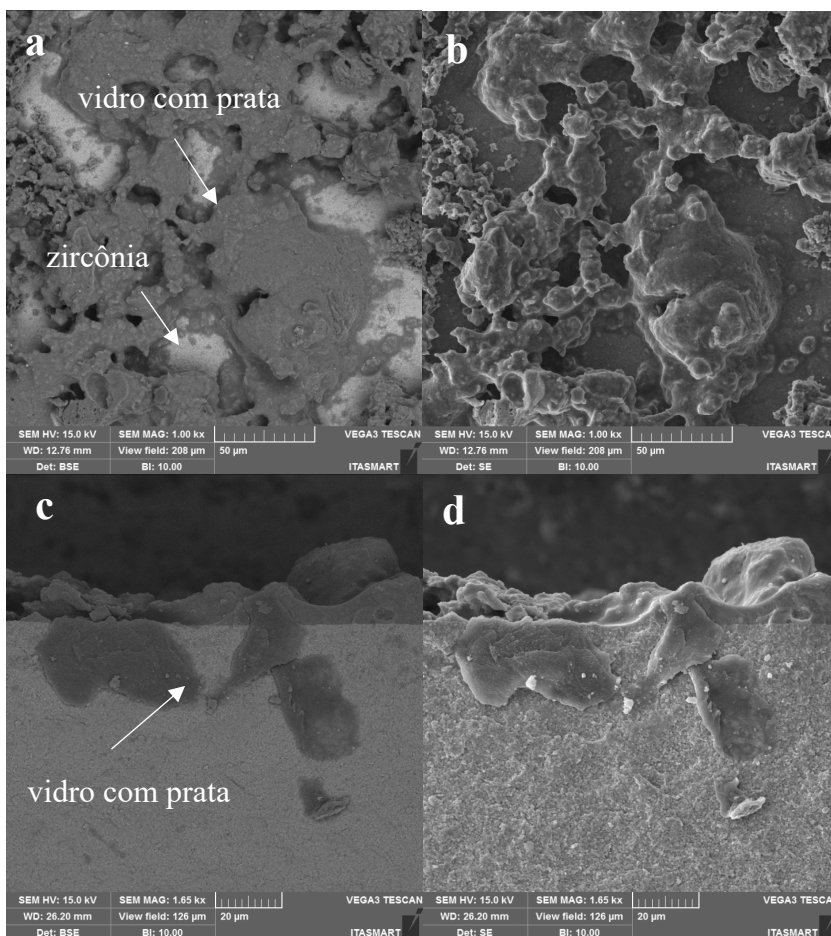
Figura 22 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ + glaze



Legenda: a) observa-se sob aumento de 2000x a presença de bolhas secção transversal do grupo YZ + glaze; b) sob aumento de 20.000x nota-se a superfície do glaze.  
 Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 23, a imagem A observada a partir de elétrons retroespalhados (BSE) e B por elétrons secundários (SE,) mostram uma superfície irregular composta por vidro com prata sobre a zircônia. Nas imagens (C) e (D) deste mesmo grupo, nota-se a infiltração do vidro com prata no interior da zircônia.

Figura 23 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ + Ag 5%

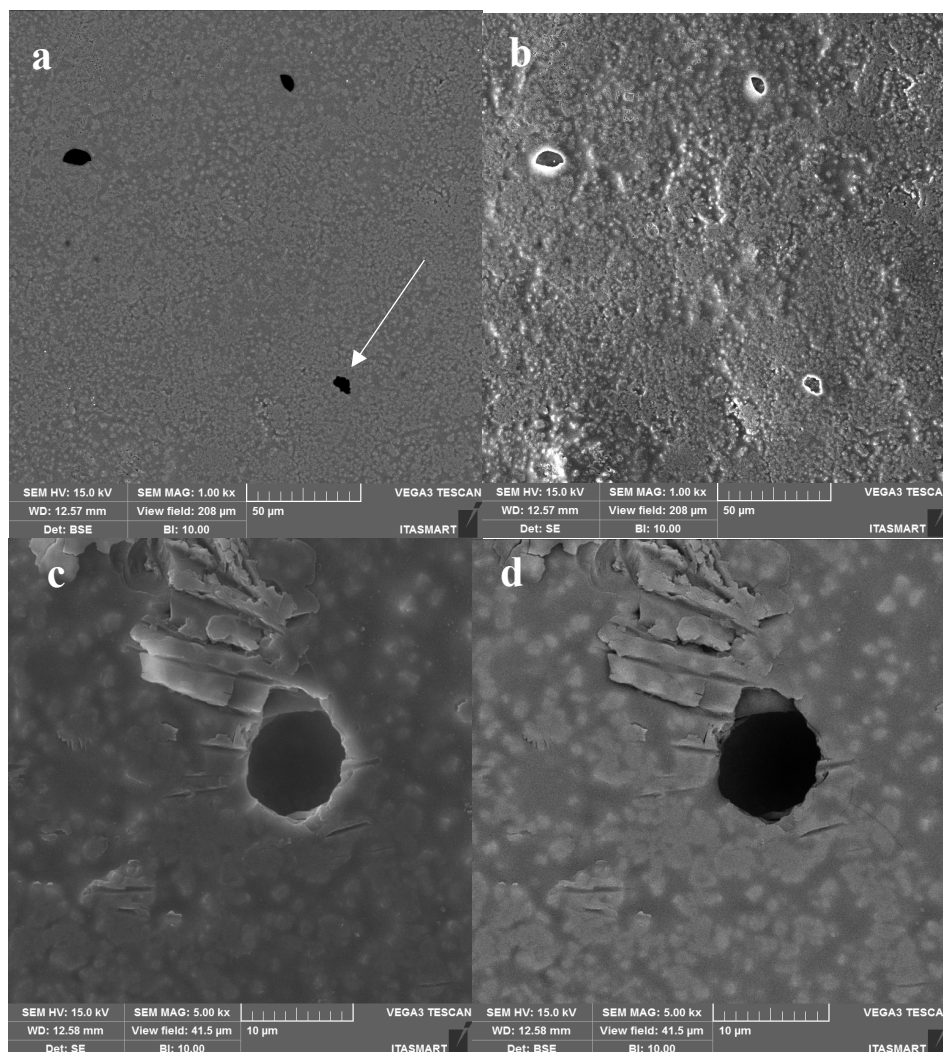


Legenda: a) YZ + Ag 5% em SE sob aumento de 1000x com setas indicando a presença de vidro de vidro com prata sob a superfície da zircônia; b) YZ + Ag 5% em BSE; c) YZ + Ag 5% em BSE sob seção transversal com aumento de 1650x, onde a seta indica a interiorização do vidro com prata na zircônia; d) YZ + Ag 5% em SE.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 24, a microscopia do grupo YZ + glaze 4% apresentou diversos defeitos de superfície, observados nas imagens (A-D).

Figura 24 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ + Ag 4%

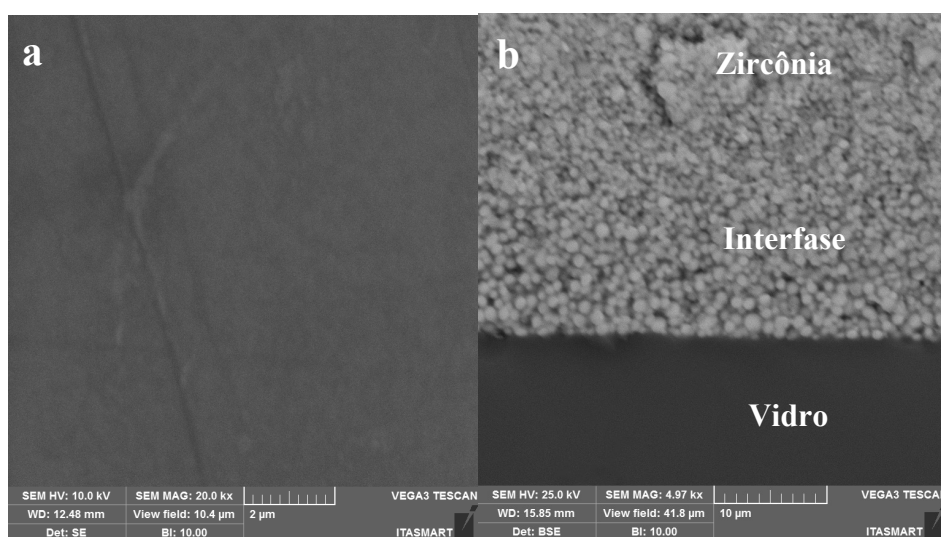


Legenda: a) YZ + Ag 4% em BSE sob aumento de 1000x com as setas indicando a presença de defeitos no recobrimento do glaze com prata a 4%; b) YZ + Ag 4% em SE; c) YZ + Ag 4% em SE sob aumento de 5000x mostrando o defeito em maior amplitude; d) YZ + Ag 4% em BSE.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na análise dos grupos com infiltração, a Figura 25 mostra a microscopia da superfície do grupo YZ com vidro. A imagem (A) não mostrou defeitos de infiltração, e, sob secção transversal, notou-se a característica de um material gradado, formando uma interfase vidro-zircônia em sua microestrutura, como demonstrada na imagem (B).

Figura 25 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ com vidro

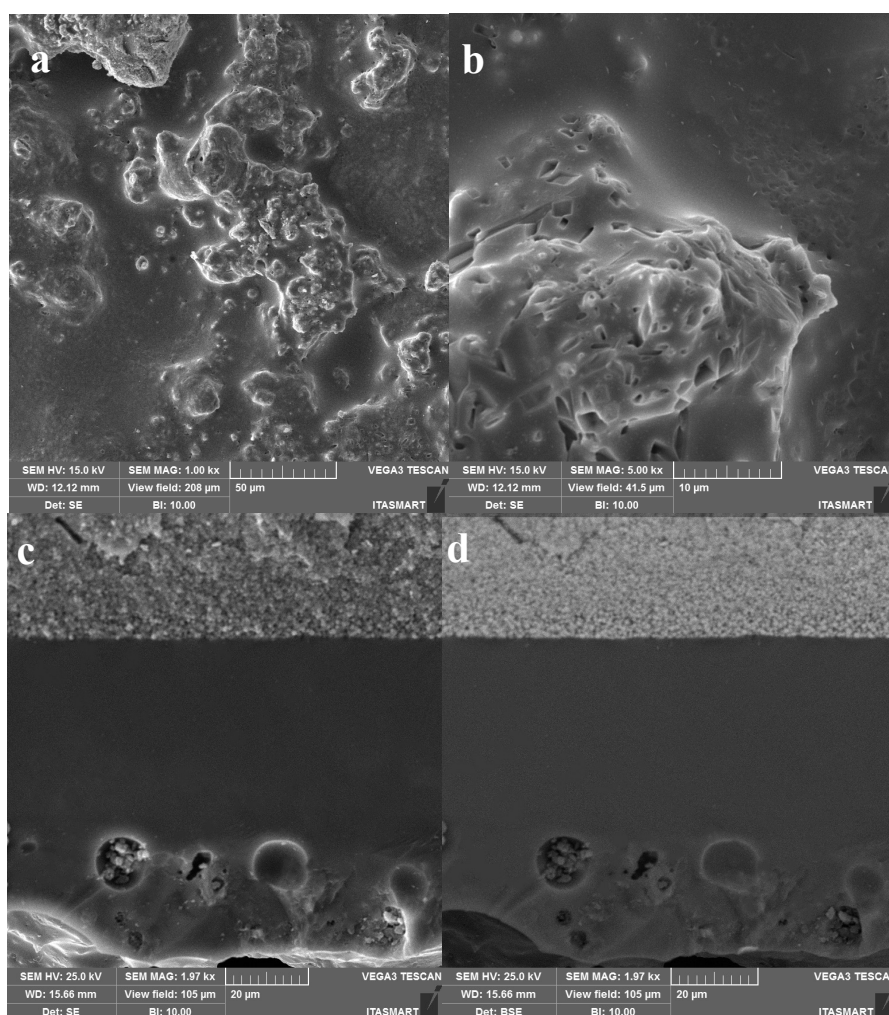


Legenda: a) YZ c/ vidro sob aumento de 20.000x mostrando superfície infiltrada sem defeitos; b) Sob aumento de 4.970x nota-se um material gradado formando interfase vidro-zircônia originada pela infiltração de vidro.

Fonte: Elaborado pelo autor.

No grupo YZ com vidro + Ag 5%, a Figura 26 mostra uma superfície irregular promovida pelo vidro com prata (A) e (B). Também foi possível observar o processo de infiltração envolvendo os grãos de zircônia. Entretanto, conforme as imagens (C) e (D), foram encontrados defeitos na superfície interna da mistura de vidro com prata.

Figura 26 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ com vidro + Ag 5%

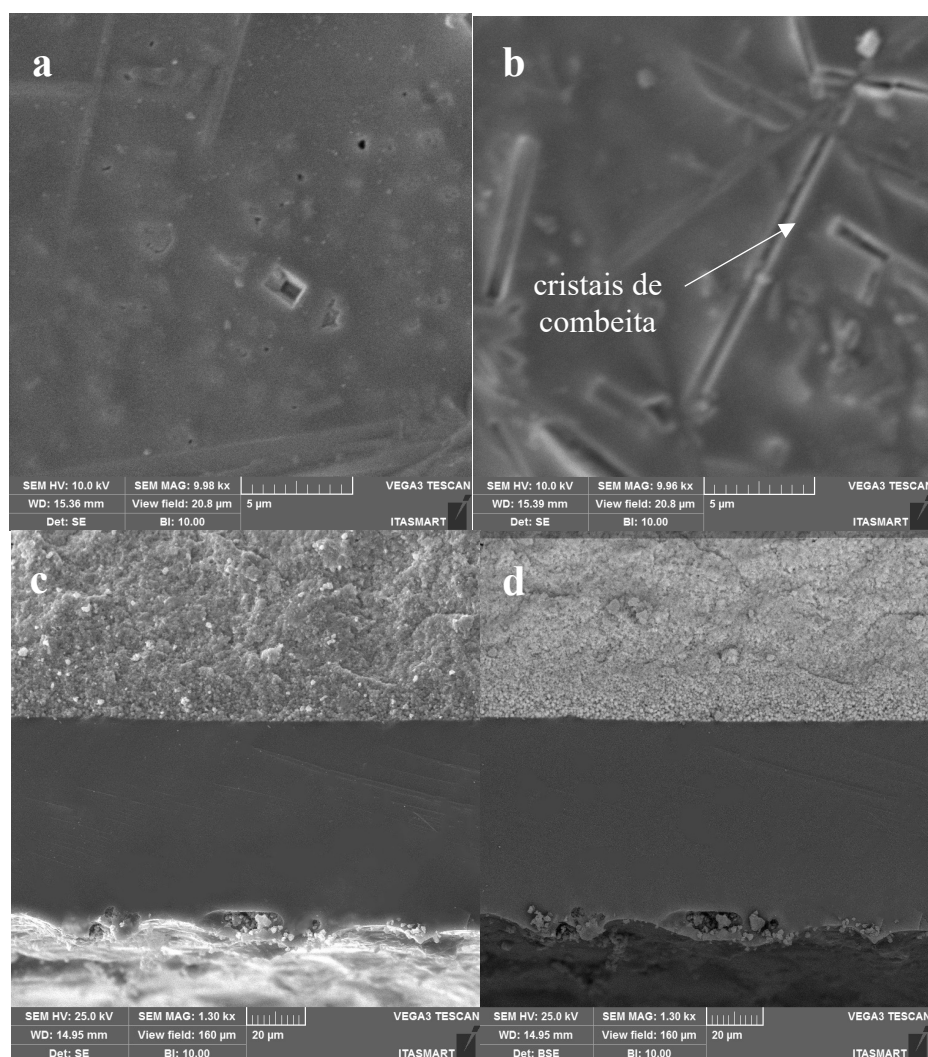


Legenda: a) sob aumento de 1000x observa-se irregularidades na superfície do grupo com infiltração de vidro + Ag 5%; b) superfície sob aumento de 5000x; c) em SE sob aumento de 1970x, observa-se defeitos dentro da mistura de vidro com prata a 5%; d) YZ c/ vidro + Ag 5% em BSE.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 27, as imagens (A) e (B) mostram irregularidades na superfície das amostras do grupo YZ com vidro + Ag 4%. Nas imagens (C) e (D), foi possível observar que a infiltração também ocorreu, assim como nos grupos anteriores. Entretanto, os defeitos foram encontrados na superfície mais externa da camada de glaze com prata a 4%

Figura 27 –Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura do grupo YZ com vidro + Ag 4%



Legenda: a) sob aumento de 10.000x observa-se irregularidades na superfície do grupo com infiltração de vidro e prata a 4%; b) observa-se os cristais de combeita formados na superfície; c) YZ c/ vidro + Ag 4% em SE sob aumento de 1300x, nota-se defeitos na superfície da mistura de vidro com prata a 4%; d) YZ c/ vidro + Ag 4% em BSE.

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.5 Análise da translucidez

Após a análise da translucidez, os resultados adquiridos foram tabelados com valores de média, desvio padrão ( $p < 0,05$ ) e teste estatístico de Tukey. A estatística foi elaborada comparando os grupos com e sem infiltração entre si (Tabela 3 e 4).

As diferenças relevantes foram observadas nos grupos com vidro de infiltração, uma vez que todos apresentaram baixo valor de translucidez, ao contrário dos grupos sem infiltração de vidro. Os grupos com infiltração apresentaram semelhança estatística entre si assim como os grupos sem infiltração.

Tabela 3 - Média e desvio padrão do valor de translucidez dos grupos sem vidro de infiltração analisados por ANOVA 1 fator e Tukey, com nível de significância estatística de 5%

<b>GRUPOS</b>	<b>AMOSTRAS</b>	<b>MÉDIA ± DP</b>	<b>GRUPOS HOMOGÊNEOS</b>
YZ + glaze	5	10,76 ± 0,55	A
YZ + Ag 4%	5	10,10 ± 0,57	A B
YZ polida	5	9,93 ± 0,41	A B
YZ + Ag 5%	5	9,07 ± 0,80	B

Legenda: Dados que não compartilham a mesma letra são significativamente diferentes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 4 - Média e desvio padrão do valor de translucidez dos grupos com vidro de infiltração analisados por ANOVA 1 fator e Tukey, com nível de significância estatística de 5%

<b>GRUPOS</b>	<b>AMOSTRAS</b>	<b>MÉDIA ± DP</b>	<b>GRUPOS HOMOGÊNEOS</b>
YZ c/ vidro	5	3,46 ± 0,14	A
YZ c/ vidro + Ag 4%	5	3,30 ± 0,29	A
YZ c/ vidro + Ag 5%	5	3,07 ± 0,34	A

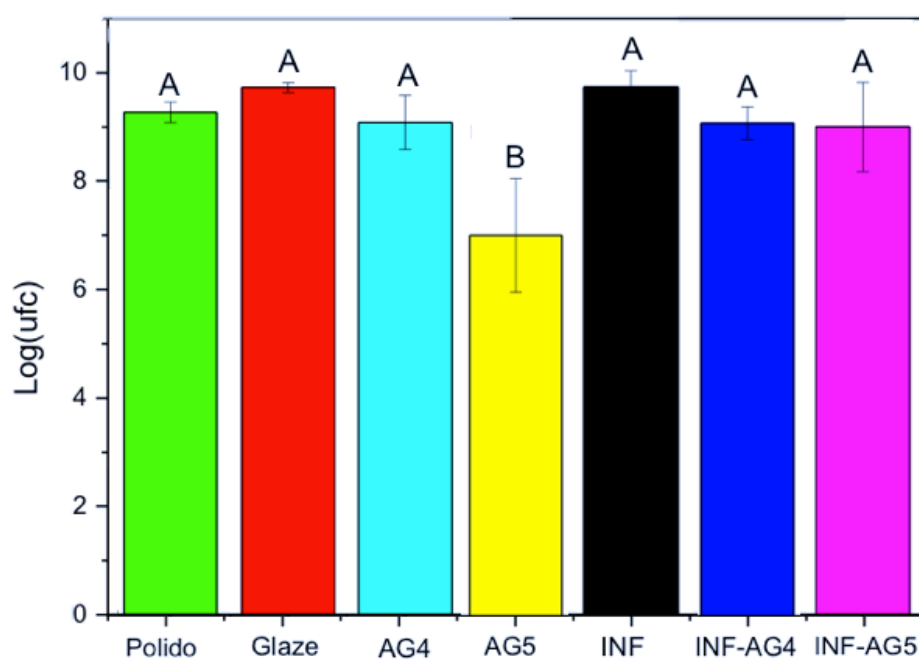
Legenda: Dados que não compartilham a mesma letra são significativamente diferentes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.6 Contagem de Unidades Formadoras de Colônias (UFC)

Após a análise da formação de colônias nos materiais experimentais, foi observado que sobre o grupo YZ + Ag 5%, o crescimento microbiano foi significativamente menor para *S. mutans* (Figura 28). Entretanto, para os outros grupos do estudo, o crescimento microbiano foi estatisticamente semelhante para todos.

Figura 28 – Gráfico da distribuição de formação de colônias de *S. mutans* nos grupos deste estudo em Log



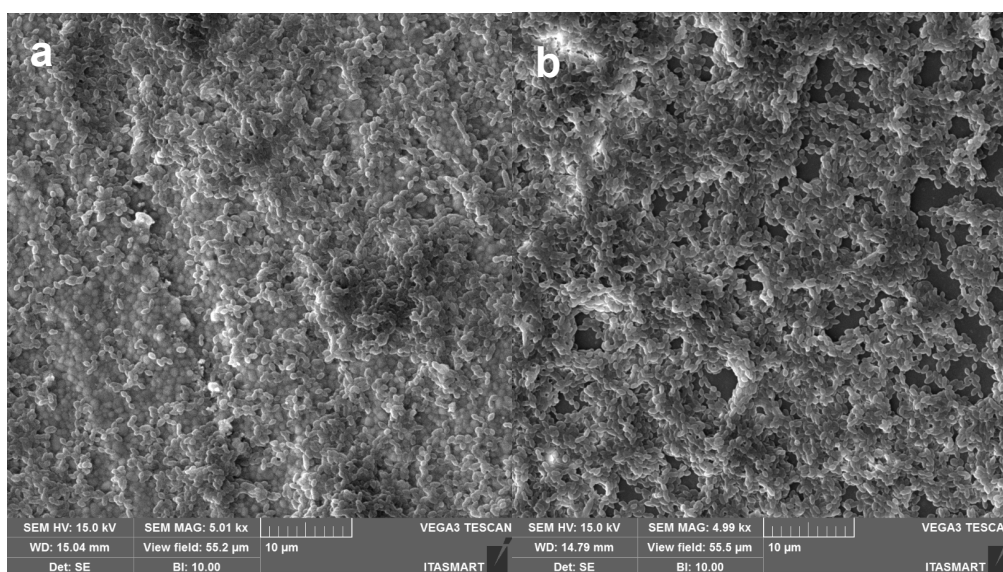
Legenda: Dados que não compartilham a mesma letra são significativamente diferentes.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

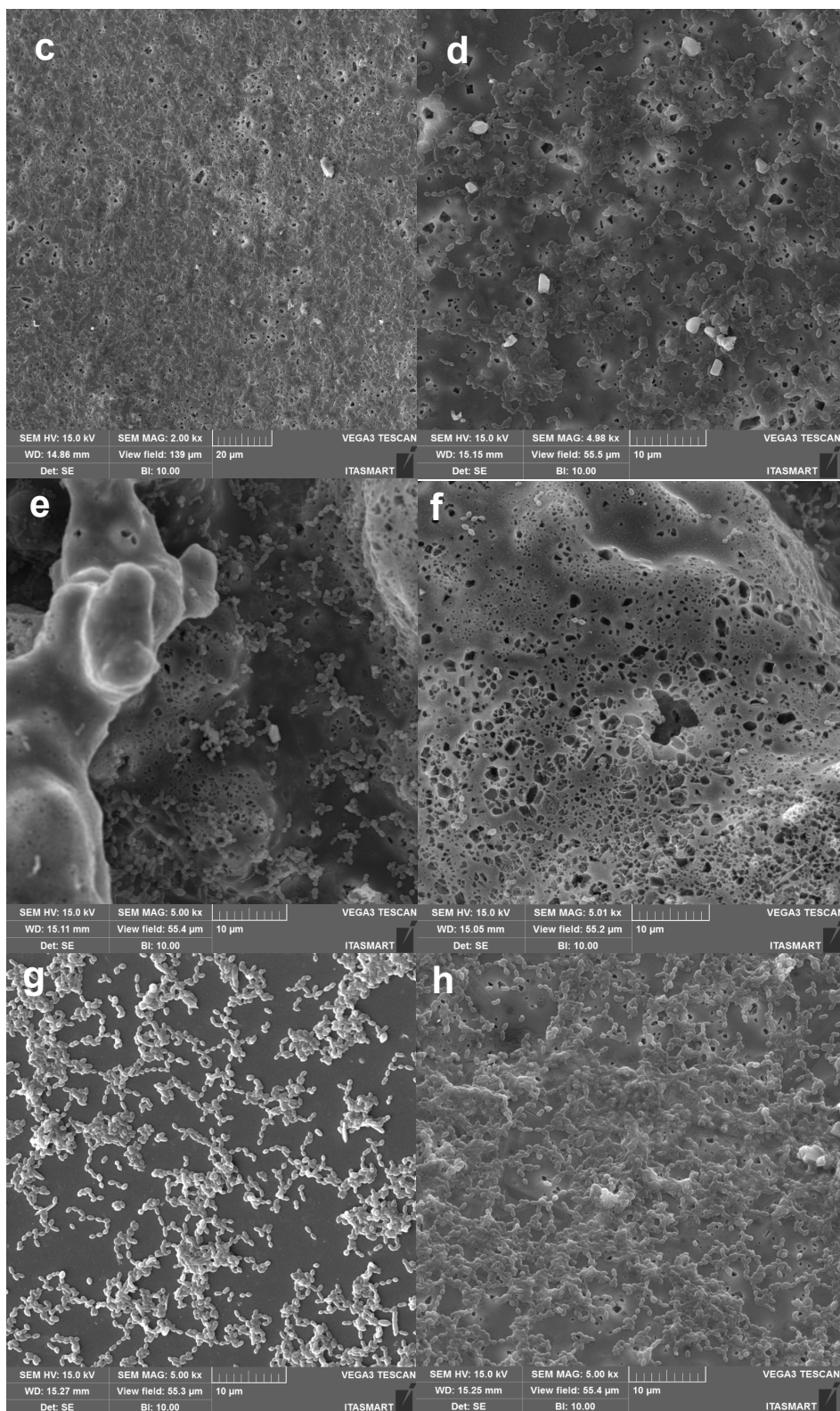
## 5.7 Análise da Microscopia Eletrônica de Varredura de *S. mutans* (MEV)

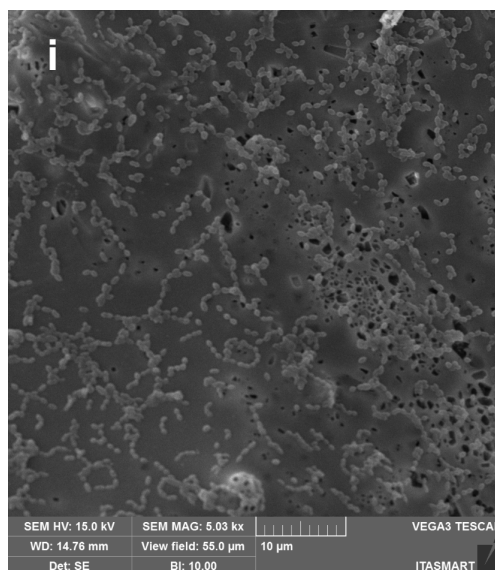
Na análise microscópica de *S. mutans*, foi possível observar que os grupos que continham prata em sua composição apresentaram menor quantidade de bactérias na superfície.

Na Figura 29, foi possível observar que o biofilme dos grupos YZ polida e YZ + glaze se apresentaram em maior espessura com sobreposição das bactérias. Já os grupos YZ com vidro de infiltração, YZ + Ag 5% e YZ c/ vidro + Ag 5% apresentaram menor quantidade de microorganismos.

Figura 29 – Imagens de microscopia Eletrônica de varredura de *S. mutans* sobre os espécimes do estudo







Legenda: a) *S. mutans* sobre o espécime do grupo YZ polida; b) YZ + glaze; c) YZ + Ag 4% sob aumento de 2000X; d) YZ + Ag 4% sob aumento de 5000X; e) YZ + Ag 5%; f) YZ + Ag 5%; g) YZ c/ vidro; h) YZ c/ vidro + Ag 4%; i) YZ c/ vidro + Ag 5%.

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 6 DISCUSSÃO

No presente estudo, foi analisado o desempenho mecânico e antimicrobiano da zircônia frente a infiltrações de vidro e diferentes concentrações de vidro com prata.

De acordo com os resultados obtidos, foi observado que os grupos se comportaram de diferentes formas em algumas avaliações e semelhantes em outras. Sendo assim, foi possível responder a todas as questões do estudo.

A formulação do vidro com prata desta pesquisa obtida através do biovidro de cal de sódio, promoveu atividade antibacteriana para o grupo YZ + Ag 5% diante de *S. mutans*, como mostrado no teste de UFC (Figura 28) e através da análise em microscopia (Figura 29 – imagem E e F). Este resultado pode ser justificado pelo fato do biovidro ter liberado maiores quantidades de íons de prata ao meio. Entretanto, a rugosidade de certos grupos com prata refletiu diretamente na quantidade de microorganismos presentes nas superfícies das amostras. Nos grupos YZ polida (Figura 29 - imagem A) e YZ + glaze (Figura 29 - imagem B) é possível observar a formação de biofilme espesso com sobreposição dos microorganismos. Já o grupo apenas com vidro de infiltração, apesar de não apresentar prata em sua composição, foi observado menor quantidade de microorganismos devido a presença de uma superfície lisa formada pelo vidro (Figura 29 - imagem G). Nos grupos YZ + Ag 4% e 5% (Figura 29 - imagem D e E, respectivamente), nota-se quantidade semelhante de *S. mutans* entre ambos os grupos, uma vez que a presença de prata era comum entre eles. Tal fato corrobora com estudos de Carreira e et al. (2009), que relatam a redução de 93,7% de *S. mutans* quando em contato com partículas de prata em concentração de 47 ppm durante 30 min. Já para os grupos que tiveram infiltração de vidro e adição de prata na superfície, o grupo YZ com vidro + Ag 5% por apresentar superfície relativamente mais retentiva, apresentou quantidades semelhantes de bactérias quando comparado aos dois grupos anteriores. Este fato não se assemelha ao grupo YZ com vidro + Ag 4%, uma vez que a menor concentração de prata não foi capaz de inibir os *S. mutans* visualmente observados em MEV (Figura 29 – imagem H). Por esta

razão, pode-se justificar que a interação do glaze comercial em contato com o biovidro de cal de sódio promoveu uma alteração microestrutural ao mesmo. Este por sua vez, possivelmente teve sua reação de troca iônica (que permite a liberação de íons de prata ao meio) prejudicada reduzindo a inibição da proliferação do microorganismo (Guldiren et al., 2017).

Já na análise de UFC dos grupos YZ inf + Ag 4% e 5%, o crescimento microbiano sob ambos os grupos pode ser explicado pela interação do vidro de infiltração com o vidro de prata a 4 e 5%. Isto é, conforme estudos de Barrioni (2018), vidros com baixo teor de modificadores de rede (íons cálcio por exemplo) apresentam baixa bioatividade. Tal vidro, é representado neste estudo pelo vidro de infiltração desenvolvido por Campos et al. (2021). Em contrapartida, os biovidros com alto teor de modificadores (biovidro de cal de sódio), são capazes de liberar íons para o meio e apresentar bioatividade (Barrioni, 2018). Sendo assim, o vidro de infiltração associado ao biovidro de cal de sódio reduziu sua eficácia antimicrobiana, comprometendo os grupos YZ com vidro + Ag 4% e YZ com vidro + Ag 5%.

Os resultados microbiológicos deste estudo se tornam de extrema relevância clínica, uma vez que os *S. mutans* são considerados microorganismos altamente cariogênicos capazes de se proliferar e migrar para outros sítios bucais (Metwalli et al., 2013). A ação antimicrobiana da prata é justificada por estudo de Godoy-Gallardo et al. (2014) o qual relatam que a mesma interage diretamente com as bactérias Gram-positivas se ligando a suas bases de DNA. Consequentemente, inibe a proliferação das mesmas. Desta forma, o aparecimento de cáries secundárias e a possível perda de remanescente dental podem ser evitadas quando em contato com agente antibacteriano, neste caso o biovidro com prata. Por esta razão, a viabilidade de uso clínico do material de estudo pode ser aceita.

De acordo com Klein (2009), o vidro com prata em concentrações de 5 a 20% em mol, pode apresentar coloração avermelhada até amarela (Klein, 2009). Todavia, a formulação e concentração do vidro com prata desenvolvido neste estudo não alterou a translucidez da cerâmica, assim como mostra os dados da Tabela 3. Conforme estudo de Paravina et al. (2019), a perceptibilidade e aceitabilidade visual são parâmetros extremamente

importantes ao definir a translucidez, cor e branqueamento dos materiais odontológicos. Sendo assim, de acordo com os autores os valores de translucidez  $>1.3$  e  $\leq 4.4$  correspondem a uma combinação aceitável clinicamente. Tais valores corroboram com a translucidez medida nos grupos com vidro de infiltração (Tabela 4). Já para os grupos sem infiltração, os valores de translucidez foram significativamente maiores (Tabela 3), se enquadrando na categoria de translucidez inaceitável do estudo ( $>8.8$ ,  $\leq 13.2$ ). Dentro desta perspectiva, foi possível notar que o vidro com prata não alterou a translucidez do material, enquanto que a infiltração de vidro colaborou para a mudança da mesma. De acordo com Zhang et al. (2009), a translucidez promovida pela infiltração de vidro é resultado da transição gradual da cor do vidro para o interior da cerâmica, a qual é altamente opaca. Apesar de tal característica, os autores afirmam que os resultados da infiltração correspondem a uma estética adequada.

A partir do teste de difração de raios X, foi possível notar que a infiltração não alterou as fases cristalográficas do material. Conforme mostra a Figura 20, observou-se uma discreta presença de fase monoclinica nos grupos sem infiltração e YZ com vidro, sugestivo de resultado do processo de polimento. Entretanto, esta alteração não foi significativamente relevante. Outro fato observado se reflete a presença de cristais de combeita nos grupos YZ com vidro + Ag 4% e 5%. A presença deste composto corrobora com estudos de Cabal et al. (2014) o qual relatam a combeita como cristais bioativos provenientes de biovidros. No caso deste presente trabalho, os cristais de combeita são originados do biovidro cal de sódio. Este por sua vez, é constituído por íons de cálcio, sódio e silício, que são elementos fundamentais para formação da combeita.

Conforme estudos de Kirsten et al. (2015), o coeficiente de expansão térmica do biovidro de cal de sódio ( $15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) e da zircônia ( $10.8$  a  $12,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) são incompatíveis. Essa justificativa ajuda a explicar os resultados de resistência a flexão biaxial testados neste estudo, uma vez que os grupos YZ + Ag 4% e 5% (Tabela 2) apresentaram resistência à fratura significativamente menor em relação aos outros grupos, além de serem estatisticamente semelhantes. Acredita-se que esta baixa resistência suportada por ambos os

grupos foi influenciada pela camada de vidro com prata a 4% e 5%, uma vez que as imagens em MEV demonstram rugosidades superficiais de tais grupos (Zucuni et al., 2019). Os defeitos iniciadores das fraturas eram causados por irregularidades no vidro com prata. Isso também foi responsável pela diminuição do  $K_{Ic}$  nos grupos YZ + Ag 4% e 5%

A partir da Figura 22, foi possível observar a presença de bolhas no interior da camada de glaze, o que possivelmente tenha comprometido o desempenho mecânico do material. O tratamento térmico para cristalização do vidro com prata seguiu a temperatura preconizada pelo fabricante para queima de glaze comercial. Todavia, a temperatura utilizada não promoveu o amolecimento suficiente deste vidro para que o mesmo recubra completamente a superfície da cerâmica. A partir das Figuras 23 e 24 é possível notar que o vidro com prata (YZ + Ag 5% e YZ + Ag 4%, respectivamente) não se distribuiu uniformemente sobre as superfícies de ambos os grupos. Este fato também pode ser justificado devido a associação do biovidro de cal de sódio com o glaze comercial. Este último pode ter alterado as propriedades do biovidro.

Assim como o grupo YZ + glaze, o grupo YZ + Ag 5% também apresentou diversos defeitos de superfície. Entretanto, o grupo YZ + glaze suportou maiores forças de tração e apresentou origem de fratura localizada na superfície da zircônia (Figura 14). Já o grupo YZ + Ag 5% a região de origem foi observada na camada de vidro com prata (Figura 15 - imagem D). Sobre esta perspectiva, nosso grupo de pesquisa buscou aplicar um vidro de infiltração sobre a zircônia a fim de formar um material gradado com o objetivo de melhorar o desempenho mecânico do material.

Zhang et al. (2012) explicam que a gradação da zircônia pode resistir até quatro vezes mais ao lascamento se comparada a zircônia com cerâmica de cobertura. De acordo com os dados obtidos no teste de resistência a flexão biaxial, a Tabela 2 mostra que o grupo YZ com vidro apresentou maior resistência sendo estatisticamente diferente de todos os grupos do estudo. Entretanto, o módulo de Weibull foi semelhante entre todos. A camada gradada (interfase) formada entre a superfície do vidro e a zircônia (Figura 25), é capaz de transferir as tensões da superfície para o interior da microestrutura do material. Esta por sua vez, suporta consideravelmente as forças de tração

garantindo resistência ao material, o que corrobora com os resultados de Zhang et al. (2012). Visto que a infiltração de vidro aumentou a resistência mecânica do material, nota-se a partir da Tabela 2 que todos os grupos que receberam infiltração de vidro suportaram as maiores cargas, com exceção do grupo YZ com vidro + Ag 5%.

Diante dos resultados obtidos, nota-se que é preciso otimizar a temperatura de cristalização do biovidro de cal de sódio associado a prata de forma que sofra maior amolecimento e que o mesmo recubra uniformemente toda a superfície da zircônia. Sendo assim, suas propriedades de troca iônica se manteriam e não gerariam defeitos superficiais que levaram a redução da resistência mecânica do material de estudo.

## 7 CONCLUSÃO

Pode-se concluir que:

- a) A zircônia infiltrada por vidro apresentou propriedades mecânicas superiores as da zircônia sem infiltração;
- b) O grupo com maior inibição contra *S. mutans* foi YZ + Ag 5%;
- c) A aplicação de vidro com prata não alterou a translucidez da zircônia, enquanto a infiltração de vidro modificou;
- d) A confiabilidade dos grupos foi a mesma, independentemente da aplicação de vidro de infiltração ou vidro com prata.

## REFERÊNCIAS

- Aboushelib MN. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *J Adhes Dent.* 2011 Jun;13(3):255-60. doi:10.3290/j.jad.a1924.
- Ahmed AA, Ali AA, Mahmoud DAR, El-Fiqi AM. Study on the preparation and properties of silver-doped phosphate antibacterial glasses (Part I). *Sol St Sci.* 2011;13(5):981-92. doi:10.1016/j.solidstatesciences;2011.
- Alves LMM, Campos TMB, Melo RM. Resistência à flexão biaxial, rugosidade e dureza de zircônias: efeito da infiltração de sílica e da simulação do desgaste fisiológico. *Anais do 34º Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica;2017;Campinas. Brasil. In: Braz Oral Res.* 2017;(31):264.
- Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008 Apr;85(1):1-9. doi:10.1002/jbm.b.30908. PMID: 17680669.
- Amoroso AP, Ferreira MB, Torcato LB, Pellizzer EP, Mazaro JVQ, Genari Filho H. Cerâmicas odontológicas: propriedades, indicações e considerações clínicas. *Rev Odont Araçatuba.* 2012;33(2):19-25.
- Andreiulo R, Gonçalves SA, Dias KRHC. A zircônia na odontologia restauradora. *Rev Bras Odontol.* 2011;68(1):49-53. doi:http://dx.doi.org/10.18363/rbo.v68n1.p.49.
- Assis JMK. Estudo comparativo de compósitos alumina zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE);2007.
- Atkinson I, Anghel EM, Predoana L, Mocioiu OC, Jecu L, Raut I, et al. Influence of ZnO addition on the structural, in vitro behavior and antimicrobial activity of sol-gel derived CaO-P2O5-SiO2 bioactive glasses. *Ceram Int.* 2016;42(2):3033-45. doi:https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.090.
- Bajraktarova EV, Stevkovska KV, Kapuveska B, Givoski N, Misevska BC, Grozdanov A. Contemporary dental ceramic materials, a review: chemical composition, physical and mechanical properties, indications for use. *Maced J Med Sci.* 2018;6(9):1742. doi:10.3889/oamjms.2018.378.
- Barão VA, Gennari FH, Goiato MC, Santos DM, Pesqueira AA. Factors to achieve aesthetics in all-ceramic restorations. *J Craniofac Surg.* 2007;21(6):2007-12. doi:10.1097/SCS.0b013e3181f535d4.

Barrioni BR. Síntese e caracterização estrutural e biológica de vidros bioativos com capacidade de liberação controlada de íons metálicos Mn e Co com potencial efeito terapêutico osteogênico e angiogênico para aplicações na engenharia de tecidos [tese]. Belo Horizonte (MG):Universidade Federal de Minas Gerais;2018.

Bittar BF, Miranda, JS, Simões AC, Ramos NC, Machado JPB, Zhang Y, et al. Effect of extrinsic pigmentation and surface treatments on biaxial flexure strength after cyclic loading of a translucent ZrO<sub>2</sub> ceramic. *Dent Mat.* 2019;35(11):1644-53. doi:10.1016/j.dental.2019.08.117.

Bottino MA, Faria R, Valandro F. Percepção: estética em prótese livre de metal em dentes naturais e implantes. São Paulo: Artes Médicas; 2008.

Brauer DS. Bioactive glasses-structure and properties. *Ang Chem Int Ed.* 2015;54:4160–81. doi:<https://doi.org/10.1002/anie.201405310>.

Bretcanu O, Chatzistavrou X, Paraskevopoulos K, Conradt R, Thompson I, Boccaccini AR. Sintering and crystallisation of 45S5 bioglass® powder. *J Eur Ceram Soc.* 2009;29(16):3299-306. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.06.035>.

Cabal B, Alou L, Cafini F, Couceiro R, Sevillano D, Esteban L, et al. A new biocompatible and antibacterial phosphate free glass-ceramic for medical applications. *Sci Rep.* 2014;4:5440. doi:10.1038/srep05440.

Campos SD, Campos ÉA, Silveira CB, Bini RA. Biomaterials based on Na<sub>2</sub>O-CaO-SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> prepared with sawdust or corn glucose: effects on porosity and crystallinity. *Cer.* 2005;51(319):274-9. doi:<https://doi.org/10.1590/S0366-69132005000300016>.

Campos TM, Ramos NC, Machado JP, Bottino MA, Souza RO, Melo RM. A new silica-infiltrated Y-TZP obtained by the sol-gel method. *J Dent.* 2016 May;48:55-61. doi:10.1016/j.jdent.2016.03.004.

Campos TMB, Marinho RMM, Ribeiro ADOP, Montanheiro TLA, Silva AC, Thim GP. Microstructure and mechanical properties of fully sintered zirconia glazed with an experimental glass. *J Mec Beh Biom Mat.* 2021;113:104093. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.104093>.

Caneppele TM, Borges AB, Torres CR. Effects of dental bleaching on the color, translucency and fluorescence properties of enamel and dentin. *Eur J Esthet Dent.* 2013;8(2):200-12. PubMed PMID:23712341.

Cao R, Yang H, Deng X, Zhang S, Xu X. In-situ synthesis of amorphous silver silicate/carbonate composites for selective visible-light photocatalytic decomposition. *Sci Rep.* 2017 Nov 8;7(1):15001. doi:10.1038/s41598-017-15405-6.

Carolina CE, Agda AA, Gonzalez I, Macedo AA, Pereira WMM. Structural analysis of fluorine-containing bioactive glass nanoparticles synthesized by sol-gel route assisted by ultrasound energy. *J Biomed Mat Res.* 2017;1-7. doi:10.1002/jbm.b.33846.

Carreira CM, Pereira CA, Bombana AC, Jorge AOC. Eficácia antimicrobiana das nanopartículas de prata sobre esporos, leveduras e bactérias. Artigo apresentado no XIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e IX Encontro Latino Americano de Pós-Graduação—Universidade do Vale do Paraíba. São José dos Campos, 2009.

Chen QZ, Li Y, Jin LY, Quinn JM, Komesaroff PA. A new sol-gel process for producing Na<sub>2</sub>O-containing bioactive glass ceramics. *Acta Biom.* 2010;6(10):4143-53. doi:https://doi.org/10.1016/j.actbio.2010.04.022.

Chibinski ACR, Wambier DS. Avaliação clínica dos níveis salivares de estreptococos mutans na fase preparatória do meio bucal em pré-escolares. *Int J Dent.* 2010;9(2):68-73.

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 Jan;23(1):45-89. doi:10.1002/jbm.820230105.

Cordeiro VV. Aproveitamento de resíduo de zircônia oriundo do processo CAD/CAM visando aplicação em prótese odontológica [tese]. Paraíba: Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia;2015.

Dal Piva AMO. Formação de biofilme in vitro e viabilidade de fibroblastos gengivais humanos (FMM-1) em novos materiais cerâmicos [dissertação]. São José dos Campos (SP):Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia;2017.

Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mat.* 2014;30(12):e419–e24. doi:10.1016/j.dental.2014.09.003; 2014.

Faure J, Drevet R, Lemelle A, Jaber NB, Tara A, El Btaouri H, et al. A new sol-gel synthesis of 45S5 bioactive glass using an organic acid as catalyst. *Mat Sci Eng C.* 2015;47:407-12. doi:https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.11.045.

Fiori MA, Paula MMS, Bernardin AM, Riella HG, Angioletto E. Bactericide glasses developed by Na<sup>+</sup>/Ag<sup>+</sup> ionic exchange. *Mater Sci Eng C.* 2008;1569–73. doi:10.1016/j.msec.2008.12.014.

Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nat.* 1975;258:703-704.

- Godoy-Gallardo M, Rodríguez-Hernández AG, Delgado LM, Manero JM, Javier Gil F, Rodríguez D. Silver deposition on titanium surface by electrochemical anodizing process reduces bacterial adhesion of *Streptococcus sanguinis* and *Lactobacillus salivarius*. *Clin Or Imp Res*. 2015;26(10):1170-9. doi:<https://doi.org/10.1111/clr.12422>.
- Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cer*. 2008;54(331):319-25. doi: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132008000300008>.
- Gonella F. Silver doping of glasses. *Ceram Int*. 2015;41(5):6693-701. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.02.058>.
- Guldiren D, Aydın S. Antimicrobial property of silver, silver-zinc and silver-copper incorporated soda lime glass prepared by ion exchange. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2017;1(78):826-32. doi:10.1016/j.msec.2017.04.134.
- Harada K, Raigrodski AJ, Chung KH, Flinn BD, Dogan S, Mancl LA. A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations. *J Prost Dent*. 2016;116(2):257-63, doi:10.1016/j.prosdent.2015.11.019.
- Hoppe A, Güldal NS, Boccaccini AR. A review of the biological response to ionic dissolution products from bioactive glasses and glass-ceramics. *Biomaterials*. 2011 Apr;32(11):2757-74. doi:10.1016/j.biomaterials.2011.01.004.
- Hoppe A, Meszaros R, Stahli C, Romeis S, Schmidt J, Peukert W, et al. In vitro reactivity of cu doped 45S5 Bioglass derived scaffolds for bone tissue engineering. *J Mater Chem*. 2013;1(41):5659-74. doi:<https://doi.org/10.1039/C3TB21007C>.
- Hum J, Boccaccini AR. Bioactive glasses as carriers for bioactive molecules and therapeutic drugs: a review. *J Mater Sci Mater Med*. 2012;23:2317–33. doi: <https://doi.org/10.1007/s10856-012-4580-z>.
- Inokoshi M, Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res*. 2014;93(4):329-34. doi:10.1177/0022034514524228.
- Jones JR. Review of bioactive glass: from Hench to hybrids. *Acta Biomater*. 2013 Jan;9(1):4457-86. doi:10.1016/j.actbio.2012.08.023.
- Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int*. 2017 Oct 1;43(14):10999-11005. doi:10.1016/j.ceramint.2017.05.141. Epub 2017 May 19. PubMed PMID:29097830; PubMed Central PMCID:PMC5662116.

Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*. 2011;56(1):84-96.

doi:<https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2010.01299.x>.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998;14:64-71. doi:10.1016/S0109-5641(98)00011-6.

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. doi:10.1177/0022034509354193.

Kirsten A, Hausmann A, Weber M, Fischer J, Fischer H. Bioactive and thermally compatible glass coating on zirconia dental implants. *J Dent Res*. 2015;94(2):297-303. doi:<https://doi.org/10.1177/0022034514559250>.

Klein IS. Estudo da incorporação de partículas metálicas em vidros fosfato contendo tungstênio [dissertação]. Araraquara, SP: Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de Araraquara;2009.

Kolenbrander PE, Palmer RJ Jr, Periasamy S, Jakubovics NS. Oral multispecies biofilm development and the key role of cell-cell distance. *Nat Rev Microbiol*. 2010 Jul;8(7):471-80. doi:10.1038/nrmicro2381.

Klee D, Volpato MAC, Landmeier CP. Zircônia monolítica: uma nova possibilidade na Prótese Dentária. *Prot News*. 2018;5:334-7.

Lapaz IS, Ramos NC, Campos TMB, Cesar PF, Bottino MA, Melo RM. Crescimento subcrítico de trincas de uma cerâmica feldspática reforçada por polímero (híbrida). In: Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica, 2014, Águas de Lindóia. *Brazilian Oral Research*. 2014;28:125.

Larsson C, Holm L, Lövgren N, Kokubro Y, Steyern PVV. Fracture strength of four-unit Y-TZP FPD cores designed with varying connector diameter. An in-vitro study. *J Oral Rehabil*; 2007;34(9):702-9. doi:10.1111/j.1365-2842.2007.01770.x.

Lefevbre L, Gremillard L, Chevalier J, Zenati R, Bernache-Assolant D. Sintering behaviour of 45S5 bioactive glass. *Acta Biom*. 2008;4(6):1894-903. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.05.019>.

Lima V. Tratamentos superficiais de sistemas cerâmicos para união a cimentos resinosos. *Rev Fac Odont*. 2018;23(1). doi:<https://doi.org/10.5335/rfo.v23i1.7876;2018>.

Littmann E, Autefage H, Solanki AK, Kallepitis C, Jones JR, Alini M, et al. Cobalt-containing bioactive glasses reduce human mesenchymal stem cell chondrogenic differentiation despite HIF-1 $\alpha$  stabilisation. *J Eur Ceram Soc*. 2018;38:877–86. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.08.001>.

- Lorenz J, Giuliani N, Holscher W, Schwiertz A, Schwarz F, Sader R. Prospective controlled clinical study investigating long-term clinical parameters, patient satisfaction, and microbial contamination of zirconia implants. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2019;21(2):263-71. doi:10.1111/cid.12720.
- Manicone PF, Rossi PI, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-26. Doi:10.1016/j.jdent.2007.07.008.
- March PD. Dental plaque: biological significance of a biofilm and community life-style. *J Clin Periodontol*. 2005;32(6):7-15. doi:10.1111/j.1600-051X.2005.00790.x.
- Mariscal EM. Efeito do envelhecimento mecânico e degradação hidrotérmica sobre a microestrutura, propriedades ópticas e mecânicas da zircônia monolítica indicada para próteses sem cobertura de porcelana [tese]. Araraquara (SP):Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de Araraquara;2017.
- Marques CF, Perera FH, Marote A, Ferreira S, Vieira SI, Olhero S, et al. Biphasic calcium phosphate scaffolds fabricated by direct write assembly:mechanical, anti-microbial and osteoblastic properties. *J Eur Ceram Soc*. 2017;37:359-68. doi:https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.08.018.
- May MM. Avaliação de tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP sobre a resistência de união a um cimento resinoso [dissertação]. Santa Maria (RS):Universidade Federal de Santa Maria (UFSM);2015.
- Metwalli KH, Khan SA, Krom BP, Jabra-Rizk MA. *Streptococcus mutans*, *Candida albicans*, and the human mouth: a sticky situation. *PLoS Pathog*. 2013;9(10):e1003616. doi:10.1371/journal.ppat.1003616.
- Paravina RD, Pérez MM, Ghinea R. Acceptability and perceptibility thresholds in dentistry: a comprehensive review of clinical and research applications. *J Esth Rest Dent*. 2019;31(2):103-12. doi:https://doi.org/10.1111/jerd.12465.
- Passos SP, Torrealba Y, Major P, Linke B, Flores-Mir C, Nychka JA. In vitro wear behavior of zirconia opposing enamel: a systematic review. *J Prosthodont*. 2014 Dec;23(8):593-601. doi: 10.1111/jopr.12167. Epub 2014 Jun 24. Erratum in: *J Prosthodont*. 2014 Dec;23(8):681. PMID:24957813.
- Pedone A, Malavasi G, Menziani MC, Segre U, Cormack AN. Role of magnesium in soda-lime glasses: Insight into structural, transport, and mechanical properties through computer simulations. *J Phys Chem*. 2008; 112:11034–41. doi:https://doi.org/10.1021/jp8016776.
- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi:10.1016/s0142-9612(98)00010-6. PMID:9916767.

Quinn GD. A nist recommended practice guide: fractography of ceramics and glasses. Special publication 960-16e2. Washington, DC: National Institute of Standards and Technology;2016.

Ramos NC. Efeito de infiltrações de sílica pelo método sol-gel em uma zircônia odontológica: microestrutura, propriedades mecânicas, resistência de união e energia interfacial para fratura [tese]. São José dos Campos (SP):Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia;2018.

Ramos NC, Campos TMB, Machado JPB, Souza ROA, Bottino MA, Melo RM. Novo método sol-gel para infiltrar sílica em uma zircônia odontológica. *Águas de Lindóia. Braz Or Res.* 2014;28:412.

Raut A, Rao PL, Ravindranath T. Zirconium for esthetic rehabilitation: an overview. *Indian J Dent Res.* 2011 Jan-Feb;22(1):140-3. doi:10.4103/0970-9290.79979. PMID:21525692.

Romero-Sánchez LB, Marí-Beffa M, Carrillo P, Medina MÁ, Díaz-Cuenca A. Copper-containing mesoporous bioactive glass promotes angiogenesis in an in vivo zebrafish model. *Acta Biomater.* 2018 Mar 1;68:272-85. doi:10.1016/j.actbio.2017.12.032.

Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. Corrigendum to "All-ceramic or metal-ceramic tooth- supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I:Single crowns (SCs)" [*Dental Materials* 31 (6) (2015) 603-623]. *Dent Mater.* 2016 Dec;32(12):e389-e90. doi:10.1016/j.dental.2016.09.032. Epub 2016 Oct 7. Erratum for: *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):603-23. PMID:27726969.

Schunemann FH, Galárraga-Vinueza ME, Magini R, Fredel M, Silva F, Souza JC, et al. Zirconia surface modifications for implant dentistry. *Mat Sci Eng:C.* 2019;98:1294-305. doi:https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.01.062.

Shiraishi T, Watanabe I. Thickness dependence of light transmittance, translucency and opalescence of a ceria-stabilized zirconia/alumina nanocomposite for dental applications. *Dent Mat.* 2016;32(5):660–7. doi:10.1016/j.dental.2016.02.004.

Siqueira RL, Peitl O, Zanotto ED. Gel-derived SiO<sub>2</sub>-CaO-Na<sub>2</sub>O-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> bioactive powders: synthesis and in vitro bioactivity. *Mat Sci Eng:C.* 2011;31(5):983-91. doi:https://doi.org/10.1016/j.msec.2011.02.018.

ŁSokołowski J, Szyrkowska MI, Kleczewska J, Kowalski Z, Sobczak-Kupiec A, Pawlaczyk A, et al. Evaluation of resin composites modified with nanogold and nanosilver. *Acta Bioeng Biomech.* 2014;16(1):51-61. PMID:24708202.

Sonai GG. Preparação e caracterização de nanopartículas de Prata em meio aquoso e orgânico, com impregnação em borrachas de silicone contendo trans  $[RuCl_2(vpy)_4]$  para fins antimicrobianos [tcc]. Florianópolis (SC):Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC);2008.

Spirandeli BR, Campos TMB, Ribas RG, Thim GP, Trichês ES. Evaluation of colloidal and polymeric routes in sol-gel synthesis of a bioactive glass-ceramic derived from 45S5 bioglass. *Ceram Int.* 2020;46(12):20264-71. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.05.108>.

Telles JC. Zircônia translúcida: uma revisão de literatura [tcc]. Santa Cruz do Sul(RS):Universidade de Santa Cruz do Sul;2017.

Toyama DY, Alves LMM, Ramos GF, Campos TMB, Vasconcelos G, Borges ALS et al. Bioinspired silica-infiltrated zirconia bilayers: strength and interfacial bonding. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019;89:143–9. doi:10.1016/j.jmbbm.2018.09.013.

Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent.* 2014 Jan-Feb;39(1):50-63. doi:10.2341/12-269-L.

Wilantewicz T. The effects of lithium, boron, and magnesium oxides on the mechanical properties of silicate glasses [tese]. Alfred (NY). Alfred University, 1998.

Zhang Y, Chai H, Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res.* 2012 Mar;91(3):311-5. doi:10.1177/0022034511434356.

Zhang Y, Ma L. Optimization of ceramic strength using elastic gradients. *Acta Mater.* 2009 May 1;57(9):2721-9. doi:10.1016/j.actamat.2009.02.037.

Zhang Y, Kim JW. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2009;25(6), 781-790. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.01.002>.

Zhang Y, Kim JW. Graded zirconia glass for resistance to veneer fracture. *J Dent Res.* 2010 Oct;89(10):1057-62. doi:<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.01.002>.

Zheng K, Boccaccini AR. Sol-gel processing of bioactive glass nanoparticles: a review. *Adv Colloid Interface Sci.* 2017 Nov;249:363-73. doi:10.1016/j.cis.2017.03.008.

Zucuni CP, Dapieve KS, Rippe MP, Pereira GKR, Bottino MC, Valandro LF. Influence of finishing/polishing on the fatigue strength, surface topography, and roughness of an yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals

subjected to grinding. J Mech Behav Biomed Mater. 2019 May;93:222-9.  
doi:10.1016/j.jmbbm.2019.02.013.