



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



Ana Clara Bortolucci Saggioro

**Processamento cerâmico de resíduos de zircônia fresada pelo
sistema CAD-CAM: caracterização microestrutural e mecânica**

Araraquara

2024



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



Ana Clara Bortolucci Saggioro

Processamento cerâmico de resíduos de zircônia fresada pelo sistema CAD-CAM: caracterização microestrutural e mecânica

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, no exame de para obtenção de Título de Doutor em Reabilitação Oral.

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

Coorientador: Prof. Dr. Rafael Salomão, Escola de Engenharia de São Carlos- USP.

Araraquara

2024

S129p Saggioro, Ana Clara Bortolucci
Processamento cerâmico de resíduos de zircônia fresada pelo sistema CAD-CAM: caracterização microestrutural e mecânica / Ana Clara Bortolucci Saggioro. -- Araraquara, 2024
60 p. : tabs., fotos

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araraquara
Orientadora: Lígia Antunes Pereira Pinelli
Coorientador: Rafael Salomão

1. Zircônio. 2. Cerâmica. 3. Reciclagem. 4. Materiais dentários. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Ana Clara Bortolucci Saggioro

Processamento cerâmico de resíduos de zircônia fresada pelo sistema CAD-CAM: Caracterização microestrutural e mecânica

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor

Presidente e orientador Prof^a Dr^a Lígia Antunes Pereira Pinelli

2º Examinador Prof. Dr. Rogério Margonar

3º Examinador Prof^a Dr^a Daniela Atili Brandini de Weert

4º Examinador Prof^a Dr^a Renata Garcia Fonseca

Araraquara, 05 de Julho de 2024.

DADOS CURRICULARES

Ana Clara Bortolucci Saggioro

NASCIMENTO: 09/07/1993 – Jaú – SP

FILIAÇÃO: Pai – Benedito Luiz Saggioro
Mãe – Sueli Maria Bortolucci Saggioro

- | | |
|-------------|---|
| 2011 - 2016 | Graduação em Odontologia- Faculdade de Odontologia de Araraquara- UNESP. |
| 2018 - 2019 | Mestrado em Reabilitação Oral, Área de Prótese, Faculdade de Odontologia de Araraquara- UNESP. |
| 2020-2024 | Doutorado em Reabilitação Oral, Área de Prótese, Faculdade de Odontologia de Araraquara- UNESP. |
| 2022-2024 | Especialização em Prótese Dentária, Sociedade Educacional Herrero, Faculdade Herrero/Unidade de Pós-Graduação |

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho à Deus, por colocar em minha vida as melhores pessoas para me guiar e estar ao meu lado, prontas para me ajudar a passar pelos desafios apresentados na minha vida e na minha pesquisa.

AGRADECIMENTOS

A UNESP, Pós-graduação em Odontologia e Departamento de Materiais Odontológicos e Próteses. Que me receberam para a realização dessa pesquisa.

À minha orientadora Lígia, uma verdadeira joia colocada no meu caminho, capaz de trazer o brilho nas dúvidas e incertezas enfrentadas nessa jornada. Espero ser eternamente sua aprendiz. Muito obrigada pela paciência e por toda a sabedoria que me passou que vai muito além de como fazer ciência.

Ao meu coorientador Rafael Salomão, que foi um grande professor de cerâmicas e química, e que me ajudou e socorreu no desenvolvimento dessa pesquisa. Obrigada por estar sempre disposto a me ajudar a resolver os desafios que encontramos e a paciência de explicar tão didaticamente as dúvidas que surgiram.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, nas pessoas da diretora Prof^a Dr^a Patricia P. Nordi Sasso Garcia e vice-diretora Prof^a Dr^a. Elaine Pereira da Silva Tagliaferro, por proporcionar não somente oportunidades acadêmicas, mas também oportunidade de conhecer pessoas maravilhosas

A Profa. Dra. Ana Carolina Pero, Chefe do Departamento de Materiais Odontológicos e Próteses, e ao Prof. Dr. Paulo Cerri,

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia pelo constante apoio e atenção.

Aos professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Próteses, pelos ensinamentos transmitidos e pelo carinho e respeito e exemplo que sempre me dedicaram.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Próteses, por todo carinho e acolhimento que recebi de todos.

Aos funcionários da pós-graduação José Alexandre, Cristiano e Alessandra, pela paciência e profissionalismo.

Aos funcionários da biblioteca pela paciência e profissionalismo.

Aos Funcionários Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo-USP que me acolheram, em especial ao Seu João, que foi extremamente solícito quando precisei utilizar o laboratório.

Ao Professor Murilo Camuri Crovace da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) pelo auxílio na execução da prensagem isostática.

Ao Leandro Fernandes, por toda a dedicação e ensinamentos que me passou durante essa jornada.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica da Faculdade de Odontologia de Araraquara- Unesp.

Aos meus colegas Bruna, Luana, Taísa, Suellen e Bruno, meus grandes amigos e companheiros de pós-graduação, obrigado por estarem ao meu lado nessa aventura.

Aos meus pais Sueli e Benedito, que estiveram ao meu lado em toda essa jornada, acendendo aquela vela nos momentos mais difíceis e em cada vitória.

Aos meus irmãos, Lucas e André, e minha cunhada Mariana que sempre me deram exemplo de profissionalismo e perseverança.

Aos meus sobrinhos Manuela e João Lucas, que ao sorrirem me lembram o motivo pelo qual escolhi a odontologia como profissão

Aos meus avós Neusa e Osvaldo, que sempre estiveram ao meu lado e me ensinaram a respeitar todos e fazer o bem sem olhar a quem.

Aos meus avós Pina e Zequinha (in memoriam) que me ensinaram que a felicidade está nas pequenas coisas e nas pessoas que nos rodeiam.

Aos meus tios, primos e família que sempre me inspiraram a ser uma pessoa melhor, em todos os âmbitos da minha vida. Em especial meu tio Airton e minhas tias Maria Angela e Angela Maria, que me inspiraram a seguir o meu caminho profissional.

Ao meu primo Felipe, que mais que primo é um irmão, e sua esposa Ana Paula, que me ensinaram a ver o mundo por um ângulo diferente, a descobrir novos caminhos, novas oportunidades que antes eu acreditava estar fora de meu alcance.

Ao Luiz Avanço e sua família, que me acolheram em sua casa, me dando alegrias incontáveis e me socorrendo de problemas do dia a dia mais difíceis até a simples captura de um pequeno e torpe grilo. Obrigada por serem minha família de Araraquara.

Aos meus amigos Maria Carolina, Willian, Vinícius, Laís, André, Fabio, Felipe, Patrícia e Alexandre por estarem ao meu lado nos altos e baixos, estando perto e longe, por toda a alegria proporcionada e principalmente agradeço por nossa amizade.

À

FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2010/19274-5), pelo apoio financeiro essencial para a realização dessa pesquisa.

À CAPES:

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

“De certa forma não posso acreditar que haja tantas alturas para serem escaladas por um homem que sabe o segredo dos sonhos tornarem-se realidade. Esse segredo especial pode ser resumido em quatro C’s. Eles são curiosidade, coragem, confiança e consistência. E o maior de todos eles é a Confiança. Quando você acredita em uma coisa, você acredita nela até o fim.”

Walt Disney*

* Miss Teenage America, organization. Miss Teenage America tells how to make the good things happen. New York: Abelard-Schuman; 1976. p. 425.

Saggiaro ACB. Processamento cerâmico de resíduos de zircônia fresada pelo sistema CAD-CAM: caracterização microestrutural e mecânica. [Tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

RESUMO

A zircônia (ZrO_2) é uma cerâmica utilizada na produção de próteses por manufatura subtrativa que gera grande quantidade de resíduos. A coleta e o reaproveitamento desse material mostram potencial de reutilização tanto em odontologia quanto em outras áreas como refratários e abrasivos. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi propor um método de processamento cerâmico para aproveitamento do descarte gerado pela fresagem de zircônias. Três grupos foram confeccionados: controle (ZZC, ZrO_2 fresada), ZrO_2 reciclada prensada uniaxialmente (ZZUNI) e ZrO_2 reciclada prensada isostaticamente (ZZISO). Para os grupos experimentais, blocos já fresados foram cominuídos em moinho de esferas (90 rpm) por 168 h para confecção dos espécimes. As suspensões foram secas em estufa (60 °C/ 24h) e prensadas uniaxialmente (113 MPa/1 min) ou uniaxialmente e isostaticamente (200 MPa/1 min) em discos (18 mm Ø X 2 mm) (n=15/grupo). Foi realizada pré-sinterização (1000 °C/2 h), polimento manual e sinterização (1450 °C/3 h) (12 mm Ø X 1,5 mm). Os espécimes foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX), densidade aparente e relativa, porosidade total, dureza, resistência à flexão biaxial (RFB, 5kN, 0,5 mm/min) e módulo de Weibull (m). Os dados de RFB e dureza foram analisados pelo teste Anova um fator seguido pelo pós-teste de Tukey ($p < 0,05$). As imagens de MEV mostram o grupo ZZC com microestrutura mais homogênea. A fase tetragonal foi a mais predominante em todos os grupos, sem presença de contaminantes. A densidade relativa (%) /porosidade total (%) foi ZZC= 94,7/4,5 %; ZZUNI= 63,8/36,2 % e ZZISO= 80,4/ 19,7%. A dureza (GPa) foi: ZZC= 7,59, ZZUNI= 7,08 e ZZISO= 8,01, sem diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os valores de RFB (MPa) foram: ZZC= 931,50; ZZUNI= 872,01 e ZZISO= 854,56, sem diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os valores de m foram ZZC= 6,79; ZZUNI= 6,85 e ZZISO= 6,63. Concluiu-se que o método proposto para a reciclagem de zircônia foi eficaz para reproduzir as características do grupo controle e pode ser utilizado por empresas para reaproveitar esse material e devolvê-lo ao mercado.

Palavras-chave: Zircônio. Cerâmica. Reciclagem. Materiais dentários

Saggiaro ACB. Ceramic processing of zirconia waste generated by CAD/CAM milling: microstructural and mechanical characterization [Tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

ABSTRACT

Zirconia (ZrO_2) is a ceramic material used in the production of prostheses through subtractive manufacturing, which generates a large amount of waste. The collection and reuse of this material show potential for reuse in dentistry as well as in other areas such as refractories and abrasives. Therefore, the aim of this study was to propose a ceramic processing method for utilizing the waste generated by zirconia milling. Three groups were prepared: control (ZZC, milled ZrO_2), uniaxially pressed recycled ZrO_2 (ZZUNI), and isostatically pressed recycled ZrO_2 (ZZISO). For the experimental groups, already milled blocks were comminuted in a ball mill (90 rpm) for different milling times, with 168 h adopted for specimen fabrication. The suspensions were dried in an oven ($60^\circ\text{C}/24\text{h}$) and uniaxially pressed (113 MPa/1 min) or uniaxially and isostatically pressed (200 MPa/1 min) into discs (18 mm $\varnothing$ X 2 mm) ($n=15/\text{group}$). Pre-sintering ($1000^\circ\text{C}/2\text{ h}$), manual polishing, and sintering ($1450^\circ\text{C}/3\text{ h}$) were performed (12 mm $\varnothing$ X 1.5 mm). The specimens were evaluated by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), apparent and relative density, total porosity, hardness, biaxial flexural strength (BFS, 5kN, 0.5 mm/min), and Weibull modulus (m). RF and hardness data were analyzed by one-way ANOVA followed by Tukey's post-test ($p < 0.05$). SEM images showed the ZZC group with a more homogeneous microstructure. The tetragonal phase was the most predominant in all groups, with no presence of contaminants. The relative density (%) / total porosity (%) was ZZC= 94.7/4.5%; ZZUNI= 63.8/36.2%; and ZZISO= 80.4/19.7%. The hardness (GPa) was: ZZC= 7.59, ZZUNI= 7.08, and ZZISO= 8.01, with no statistically significant difference between the groups. BFS values (MPa) were: ZZC= 931.50; ZZUNI= 872.01; and ZZISO= 854.56, with no statistically significant difference between the groups. The m values were ZZC= 6.79; ZZUNI= 6.85; and ZZISO= 6.63. It was concluded that the proposed method for zirconia recycling was effective in reproducing the characteristics of the control group and can be used by companies to reuse this material and reintroduce it to the market.

Keywords Zirconium. Ceramics. Recycling. Dental materials

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 PROPOSIÇÃO	13
2.1 Objetivos Específicos	13
3 REVISÃO DA LITERATURA	15
4 MATERIAL E MÉTODO	31
4.1 Etapa 1	31
4.1.1 Tempo de moagem e cálculo do tamanho de partículas	32
4.1.2 Difração de raios X	32
4.1.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	32
4.1.4 Determinação da densidade e porosidade total	33
4.1.5 Dureza vickers	33
4.2 Etapa 2	34
4.2.1 Confecção dos espécimes	34
4.2.1.1 Espécimes controle (ZZC)	34
4.2.1.2 Espécimes experimentais (ZZUNI e ZZISO)	35
4.2.2 Caracterização dos materiais	37
4.2.3 Dureza Vickers	37
4.2.4 Resistência à flexão braxial	37
4.2.5 Módulo de Weibull	38
4.2.6 Análise dos resultados	38
5 RESULTADO	39
5.1. Etapa 1	39
5.1.1 Tempo de moagem e cálculo do tamanho de partículas	39
5.1.2 Difração de raios X	41
5.1.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	42
5.1.4 Densidade e porosidade total	43
5.1.5 Dureza Vickers	44
5.2 Etapa 2	45
5.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	45
5.2.2 Difração de raios X	46
5.2.3 Densidade e porosidade	47
5.2.4 Dureza Vickers	48
5.2.5 Resistência à flexão biaxial	48
5.2.6 Módulo de Weibull	49

6 DISCUSSÃO	53
7 CONCLUSÃO	56
REFERÊNCIAS	57

1 INTRODUÇÃO

Próteses odontológicas produzidas a partir de materiais cerâmicos conseguem reabilitar pacientes com elevada qualidade estética associada a uma resistência satisfatória^{1,2} contudo, são ainda consideradas de custo elevado. Diversos materiais podem ser empregados nessa aplicação, como o dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), alumina (Al_2O_3) e zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (ZrO_2)^{2,3}, sendo esta a mais utilizada quando há necessidade de elevados níveis de resistência à flexão (800 a 1000 MPa)^{1,4-6}, dureza (12 a 13 GPa)^{7,8}, módulo elástico entre 200 e 215 GPa e tenacidade à fratura entre 6 e 8 MPa^{9,10}. A zircônia é um material polimórfico, com três fases cristalinas: monoclinica (m), tetragonal (t) e cúbica(c)^{4,5,11} que mudam de acordo com fatores termomecânicos e estão diretamente relacionadas à propriedade de tenacificação, devido a elas, quando submetida a um estresse mecânico sofrerem tenacificação, por meio de propagação estável de microtrincas e campos de tensões compressivas, ao invés de evoluir para fraturas catastróficas^{2,12}.

A zircônia parcialmente estabilizada com ítria domina o mercado odontológico e desde 2015, os fabricantes têm modificado o material, criando várias opções para o cirurgião-dentista. Tais modificações focam principalmente na quantidade de ítria (3-5 % mol), mudando assim a estrutura cristalina do material formando mais grãos cúbicos a medida que aumenta a quantidade de ítria e modificando suas propriedades óticas e mecânicas¹³.

Com mais laboratórios aderindo aos sistemas CAD/CAM (computer-aided design/ computer-aided manufacturing) e com as boas propriedades das zircônias, as próteses feitas com este material são cada vez mais utilizadas. O processo CAD/CAM é uma tecnologia onde as peças são obtidas pelo desgaste controlado de material^{14,15}, considerado um método subtrativo, e que reduz falhas de fabricação de próteses dentárias confeccionadas por outros métodos como, por exemplo, porosidades, com um melhor controle de qualidade¹⁶. O método de fresagem macia, ou a

seco, é o mais utilizado para zircônia, e tem como vantagem a velocidade de fresagem, a redução na força de corte e menor desgaste das brocas, obtendo uma melhor qualidade de superfície fresada¹⁷. Por não necessitar de resfriamento, não há a utilização de água, o que evita a absorção de umidade no material e gera resíduos sólidos e particulados provenientes do disco usinado, com um descarte de aproximadamente 80% da massa inicial do material¹⁸. Essa informação levanta uma importante questão sobre reutilização e reciclagem de materiais.

Gouveia et al.¹⁹, em 2017, realizaram um estudo onde aproveitaram o pó gerado pelo desgaste da zircônia durante a fabricação das peças protéticas. Nesse estudo, o rejeito em pó foi misturado nas proporções de 0 %, 5 %, 10 % e 50 % às partículas de zircônia ainda não processada gerando estruturas com resistência à flexão biaxial de aproximadamente 420 MPa, enquanto a zircônia comercial alcança por volta de 926 MPa. Em relação ao pó produzido como subproduto do desgaste realizado durante o processamento via CAD/CAM, deve-se considerar as contaminações que podem ocorrer, já que em um laboratório protético a fresadora não é apenas utilizada para o desgaste de zircônia, de modo que outros resíduos podem estar presentes. Há também a contaminação pelo material das fresas que desgastam a cerâmica. Portanto, seria mais interessante a reciclagem do bulk, ou seja, dos resíduos sólidos que sobram do disco usinado, pois tem menor chance de estarem contaminados.

O elemento zircônio (Zr) não é encontrado em sua forma pura na natureza, suas formas mais comuns são silicato de zircônio (ZrSiO_4) e a baddeleyita (ZrO_2) ambas pouco abundantes em forma isolada²⁰. A forma mais comum de se obter esse material é como subproduto da mineração de outras rochas que contenham em sua composição o elemento Zr, como um tipo específico de granito²⁰. Em rochas básicas a proporção de Zr é de 4 mg/kg, em rochas intermediárias 150 mg/kg, em rochas sílicas 200 mg/kg, em rochas alcalinas 820 g/kg e em carbonatitos 1.120 mg/kg²⁰ o que demonstra a grande variação desse elemento de acordo com a rocha minerada. O valor econômico intrínseco desse resíduo é impulsionado pelo seu potencial de reciclagem, conforme tentado por várias

empresas¹⁹. Do ponto de vista ambiental, há benefícios claros na reutilização e reciclagem desse material, já que ele não é encontrado de forma natural; os maiores sítios desse material são encontrados na Austrália, África do Sul e Moçambique, sendo que o maior produtor é a China. É um material finito que é considerado sempre uma mineração secundária, mesmo em seus maiores sítios, estima-se que para cada 1 kg de ZrSiO_4 minerados se consome 4 MJ de energia e é emitido 0,32 kg de CO_2 , sendo assim o descarte desse material nobre resulta em perda e acarreta custos²¹.

O fato de a zircônia ser utilizada em outros produtos fora da odontologia como agentes abrasivos, componentes usados com tubos de vácuo, materiais cirúrgicos, materiais de revestimento térmico, joias e biomateriais fez com que ocorresse um aumento da mineração com a produção de 850 toneladas métricas em 2000 para 1400 toneladas métricas em 2019²⁰.

Os benefícios na reutilização dos blocos descartados vão além do ponto de vista ambiental, já que com os resíduos reciclados seria possível reduzir o custo do material uma vez que o processamento de reciclagem é mais barato que a extração e purificação do material minerado¹³. Dessa forma o custo de próteses em zircônia também poderia ser reduzido o que facilita o acesso a mais pessoas ao uso de próteses livres de metal. Deve-se levar em conta ainda que a zircônia com alta pureza, como a para uso biomédico, é de difícil acesso para outros setores industriais, assim se o material reciclado não se mostrar adequado para o uso odontológico, pode ser utilizado em setores alternativos, como fabricação de joias e materiais de revestimento térmico, mantendo um alto valor econômico e evitando perda financeira¹⁹.

A reutilização da zircônia vai ao encontro também com a Lei 12.305/2010²² no qual o governo brasileiro traçou estratégias para o manejo dos resíduos sólidos. Na seção II, artigo 30, foi instituída a responsabilidade compartilhada pelo ciclo de vida dos produtos, abrangendo fabricantes, importadores, distribuidores e comerciantes a fim de compatibilizar interesses econômicos e sociais e promover o aproveitamento de resíduos sólidos ao direcioná-los para sua cadeia

produtiva ou para outras cadeias produtivas, o que diminui o desperdício de materiais, e estimula o desenvolvimento de mercado, produção e o consumo de produtos derivados de materiais reciclados e recicláveis. Essa estratégia também compactua com os objetivos para o desenvolvimento sustentável (ODS) das Nações Unidas, particularmente as de números 9 e 12^{23,24}. A meta 9.4, que trata da modernização da infraestrutura das indústrias a fim de torná-las sustentáveis, com eficiência aumentada no uso de recursos até 2030, e a meta 12.4 onde busca assegurar padrões de produção e de consumo sustentáveis e alcançar o manejo ambientalmente sustentável de todos os resíduos, ao longo de todo o ciclo de vida destes e reduzir a liberação deste para o ar, água e solo.

Frente ao exposto, torna-se oportuno avaliar a utilização do descarte de blocos fresados de zircônia para confecção de novos blocos visando o reaproveitamento de um material considerado nobre. Entre os desafios a serem enfrentados destaca-se a avaliação do efeito das impurezas sobre as propriedades do novo produto e o desenvolvimento de uma rota de reciclagem efetiva e com custos competitivos.

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo principal deste estudo foi propor um método de processamento cerâmico para aproveitamento do descarte gerado pela fresagem de zircônias odontológicas capaz de fornecer blocos com características próximas dos produtos pré-sinterizados comerciais.

2.1 Objetivos Específicos

Etapa 1 - Caracterizar uma zircônia comercial (ICE-Zirkon Transluzent) na sua forma bulk (resíduo em pedaço) e em pó (moído do *bulk*) em relação à:

- Determinar as fases cristalinas por meio de difração de raios X;
- Avaliar a microestrutura da zircônia (*bulk*) por meio de microscopia eletrônica de varredura;
- Densidade aparente, densidade relativa (*bulk*) e porosidade total (*pó*) pelo método de Arquimedes;
- Densidade real do material (*pó*) por picnometria de hélio.
- Dureza do *bulk* conforme recebido de fábrica;
- Tamanho de partículas em diferentes tempos de moagem analisado por granulômetro à laser.

Etapa 2 - Confeccionar discos de zircônia 100% derivada de resíduos provenientes do bulk, ZZUNI (Processamento 100% de descarte de Ice Zirkon com prensagem uniaxial) e ZZISO (Processamento 100% de descarte de Ice Zirkon com prensagem isostática) e compará-los com a zircônia comercial Ice Zirkon Transluzent (grupo controle, ZZC):

- Microestrutura da zircônia pós-processamento cerâmico de reciclagem por meio de microscopia eletrônica de varredura;
- Determinar as fases cristalinas antes e após a sinterização dos espécimes, por meio de difração de raios X;
- Densidade aparente, densidade relativa (*bulk*) e porosidade total (*pó*) pelo método de Arquimedes;

- Avaliar as propriedades mecânicas por meio dos testes de resistência à flexão biaxial, módulo de Weibull, e dureza.

A hipótese nula a ser testada é a de que não há diferença na resistência à flexão e na dureza dos materiais avaliados.

3 REVISÃO DA LITERATURA

Piconi e Maccauro⁴ (1999) estudaram a zircônia como biomaterial e possível aplicação em diversas áreas da saúde e tem sido estudado principalmente como biomaterial há cerca de vinte anos e é atualmente utilizado em próteses de quadril (THR). Os autores evidenciam a zircônia apresenta vantagens mecânicas quando comparada a outros materiais cerâmicos, graças aos mecanismos de transformação e durabilidade que operam em sua microestrutura. Os pesquisadores também informam que os desenvolvimentos recentes têm se concentrado na química dos precursores, processos de conformação e sinterização, bem como acabamento superficial dos componentes, visando a aplicação em outros dispositivos médicos.

Guazzato et al.⁷ (2004) realizaram um estudo dividido em duas partes com o objetivo de comparar a resistência, tenacidade à fratura e microestrutura de diversos materiais totalmente cerâmicos. Eles realizaram a comparação de três cerâmicas vítreas prensadas a quente (IPS-Empress, Empress 2 e uma nova cerâmica experimental) e cerâmicas infiltradas com vidro de alumina (In-Ceram Alumina). Foram realizados testes de resistência à tração e tenacidade à fratura em 10 corpos de prova em forma de barra, bem como análise da microestrutura por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos mostraram diferenças significativas nas propriedades mecânicas entre os materiais avaliados, mas não na microestrutura. Os autores concluíram que a durabilidade e as propriedades mecânicas estão relacionadas com microestrutura do material, e que os resultados podem ser úteis para clínicos na escolha de materiais para restaurações dentárias produzidas totalmente em cerâmica.

Guazzato et al.⁸. (2004) realizaram um estudo com o objetivo de estudar a resistência, tenacidade à fratura e microestrutura de quatro diferentes materiais de cerâmica pura: DC Zirkon, uma zircônia experimental parcialmente estabilizada com ítria, In-Ceram Zirconia e In-Ceram Zirconia prensada a seco. Os métodos utilizados pelos

pesquisadores para avaliar as propriedades incluíram testes de flexão em três pontos e medições de resistência à indentação para a tenacidade à fratura, além de investigações com microscopia eletrônica de varredura (MEV), dimensões e formas dos grãos e o padrão de trincas e difração de raios X para determinar a fração de volume de cada fase. Os resultados mostraram que a zircônia parcialmente estabilizada com ítria experimental apresentou a maior resistência e tenacidade à fratura, seguida pela DC-Zirkon, In-Ceram Zirconia e In-Ceram Zirconia prensada a seco, respectivamente. A investigação microscópica revelou que a transformação da fase tetragonal para monoclinica e a relação entre a matriz vítrea e a fase cristalina são importantes para os mecanismos de fortalecimento e tenacidade dessas cerâmicas. Os autores concluíram que as cerâmicas à base de zircônia são materiais mais resistentes do que as vitrocerâmicas convencionais, o que pode ter influência positiva no desempenho clínico de restaurações de cerâmica pura. Portanto, a escolha do material adequado pode ser crítica para o sucesso clínico das restaurações de cerâmica.

Em 2006, Chevalier¹ fez uma extensa revisão sobre o uso de zircônia como biomaterial e aplicações biomédicas onde grande destaque foi dado ao seu processo de envelhecimento e seus efeitos em longo prazo. A transformação de grãos tetragonais para monoclinicos ocorre primeiramente em grãos isolados na superfície pelo mecanismo de estresse e corrosão. Isso desencadeia uma sequência de eventos que ocorrem de um grão para seu vizinho através do aumento do volume, gerando assim microfraturas. Foi discutido pelo autor como os diferentes métodos de produção afetam a microestruturas da zircônia e impactam no envelhecimento do material, concluindo que é necessário avaliar o processo de envelhecimento com técnicas avançadas e padrões modificados para aumentar a confiabilidade médica.

O estudo de Eichler et al.²⁵ (2007) analisa a resistência à fratura, as origens da fratura e a degradação hidrotérmica de 3Y-TZP com tamanhos de grão variando entre 110 e 480 nm. Testes de resistência à fratura biaxial demonstraram que a resistência à fratura aumenta com o tamanho do grão, sendo influenciada pela mudança concomitante na

tenacidade à fratura. A degradação hidrotérmica foi investigada por meio de fractografia, microscopia Raman e seu impacto na resistência à fratura. Para tamanhos de grão de até 200 nm, a degradação hidrotérmica da resistência é limitada. Grãos maiores apresentam falhas prematuras ou aumento na resistência. Uma zona de transformação superficial foi identificada como responsável por esses fenômenos.

Denry e Kelly⁵ revisaram (2008) as aplicações da zircônia na odontologia. Destacando que a zircônia parcialmente estabilizada com ítria é a composição mais utilizada e suas propriedades mecânicas estão diretamente ligadas ao tamanho de seus grãos. Consequentemente, as condições de sinterização desse material têm grande impacto nas propriedades finais do produto. As zircônias para uso odontológico obtidas por meio de sistema CAD/CAM têm programação de sinterização entre 1350 °C e 1550 °C. De acordo com os autores, essas zircônias têm maior teor de grãos monoclinicos o que afeta as propriedades mecânicas do material. Também discutiram sobre a zircônia parcialmente estabilizada com magnésio que, de uma forma geral, não obteve bons resultados no mercado, pois tem maiores tamanhos médios de grãos quando estabilizados por magnésio, o que afeta suas propriedades mecânicas, além de necessitarem de temperaturas de sinterização maiores (1680 °C e 1800 °C).

O processo de reciclagem de policristais de zircônia tetragonal estabilizados com ítria a 3 mol% (3Y-TZP), sinterizados a temperaturas entre 1450°C e 1550°C, foi investigado por Kamiya et al.,²⁶ em 2007, por meio de degradação em baixa temperatura de cerâmica de zircônia sob condições hidrotérmicas. O tratamento hidrotérmico a temperaturas entre 200°C e 240°C provocou a desintegração espontânea dos corpos sinterizados 3Y-TZP. Observou-se que o pó de zircônia obtido por hidrotermólise consistia em partículas primárias e agregados de partículas. Uma análise detalhada por meio de difração de raios X revelou a formação de uma fase cúbica de zircônia nos corpos sinterizados 3Y-TZP, que parecia inibir a desintegração das partículas agregadas até o nível de partícula primária. O pó 3Y-TZP recuperado foi então sinterizado novamente por meio de uma rota convencional e, as

propriedades mecânicas e a microestrutura das amostras sinterizadas foram examinadas em comparação com as do material original. O 3Y-TZP reciclado densamente sinterizado a uma temperatura mais alta apresentou maior tenacidade à fratura do que o 3Y-TZP original.

Em 2008, Beuer et al.¹⁷, realizaram um estudo onde discute os diversos procedimentos CAD/CAM, seja no consultório, laboratório ou em centros de produção. Os diversos benefícios das restaurações dentárias produzidas com CAD/CAM incluem acesso a materiais novos, praticamente sem defeitos, pré-fabricados e controlados industrialmente, além de aumento na qualidade, reprodutibilidade e armazenamento de dados em conformidade com uma cadeia de produção padronizada. Há também melhoria na precisão, planejamento e eficiência. Com os contínuos desenvolvimentos em hardware e software de computador, novos métodos de produção e conceitos de tratamento estão surgindo, prometendo uma redução adicional nos custos.

Um estudo detalhado, realizado por Khamman et al.²⁷, em 2008, considerando o papel do tempo de moagem e da condição de queima na formação de fases e no tamanho das partículas do produto final. As amostras de pó foram caracterizadas principalmente por meio de técnicas de DRX, MEV e difração a laser. Observou-se que a temperatura de calcinação necessária para a formação da fase desejada era menor com tempos de moagem mais longos. Além disso, ao escolher adequadamente o tempo de moagem e a condição de calcinação, foi possível preparar nanopós de perovskita de alta pureza com sucesso, utilizando um método simples de reação no estado sólido.

Em 2008, Wang et al.¹⁰ estudaram os diferentes efeitos de tratamentos de superfície na resistência à flexão de uma zircônia. Vinte barras de zircônia (17 x 2 x 1 mm) foram preparadas por corte e polimento manual de blocos de zircônia ou por tecnologia CAD/CAM. Esses grupos passaram por diferentes tratamentos de superfície, abrasão com partículas por jateamento (50 µm ou 120 µm, ou ambas), tratamento térmico comumente utilizado para cerâmicas veneer, antes ou depois de abrasão com partículas. Os espécimes foram avaliados quanto à rugosidade e a resistência à flexão em três pontos. Os

resultados dos grupos CAD/CAM tiveram redução significativa da resistência à flexão, os tratamentos de superfície podem ter causa de falhas inesperadas, verificou-se, portanto que a seleção cuidadosa do tratamento de superfície para que não induza excessivos danos superficiais, é um pré-requisito para o sucesso restaurações em zircônia.

No ano de 2009, Vagkopoulou et al.⁶ abordaram a evolução da zircônia como biomaterial. Os autores destacaram que o óxido de zircônio é organizado em uma malha cristalina com três diferentes tipos de grãos, que são categorizados em fases cristalográficas: o grão cúbico, em forma de prisma quadrado, o grão tetragonal, na forma de prisma retangular, e o monoclinico, na forma de prisma alongado. A fase cúbica é estável acima 2370 °C e apresenta moderada propriedade mecânica. A fase tetragonal é estável entre 1170 °C e 2370 °C e produz cerâmicas com melhores propriedades mecânicas, enquanto a fase monoclinica é estável à temperatura ambiente até 1170 °C, apresenta redução do desempenho mecânico e pode contribuir para uma redução da coesão das partículas de cerâmica, afetando a densidade. A adição elementos e estabilizante à zircônia pura traz a sua estrutura para uma fase tetragonal em temperatura ambiente. Essa zircônia parcialmente estabilizada é chamada zircônia tetragonal policristalina (TZP). É possível obter esse material com diferentes estabilizantes, como por exemplo, óxido de magnésio (MgO), óxido de ítrio (Y₂O₃), óxido de cálcio (CaO) e óxido de cério (Ce₂O₃), gerando estruturas multifásicas à temperatura ambiente. Os autores relataram que é graças a esse sistema de grãos polimórficos que a zircônia adquire a capacidade de evitar a propagação de fraturas no mecanismo este denominado de tenacificação, quando uma fratura ocorre no material, os grãos tetragonais se transformam em grãos monoclinicos, ocorrendo um aumento de volume localizado, esse efeito faz com que a fratura precise de mais energia para passar por esses grãos e eventualmente evita sua propagação.

Adreioulo et al.² (2011) revisaram a literatura relacionada à zircônia e descrever um caso clínico para melhor entender sua utilização na odontologia. Eles revisaram a literatura focada nas propriedades,

mecanismos de tenacificação, envelhecimento, sistemas comerciais disponíveis, tratamentos de superfície da zircônia, concluindo que a zircônia é um material comprovadamente indicado para restaurações dentárias, proporcionando benefícios biológicos, funcionais e estéticos e apontam ainda que é importante que os cirurgiões-dentistas estejam bem-informados sobre as propriedades da zircônia, os sistemas disponíveis e seus processos de fabricação, bem como os estudos laboratoriais e clínicos para indicar sua utilização de forma correta, aproveitando ao máximo suas características.

Neste estudo de Garcia et al.²⁸ (2011) foram implementadas duas rotas de processamento de pós: secagem por pulverização (SD) e granulação por congelamento (FG), aplicadas tanto para mulita pura quanto para uma mistura de mulita/YSZ em proporções iguais por volume. Foram analisados o tamanho, a morfologia e a microestrutura das partículas aglomeradas obtidas por esses dois métodos. Ambos os processos produziram pós homogêneos e de fácil fluxo, embora os pós FG apresentassem uma forma mais esférica e maior porosidade. Para avaliar a influência das características dos pós no processo de aspersão com chama, ambos os tipos foram aspergidos sob condições similares, monitorando suas características durante o voo. A temperatura alcançada pelas partículas dependia principalmente de sua composição. Revestimentos foram depositados em substratos metálicos, resultando em revestimentos mais espessos e densos com os pós SD, enquanto os pós FG produziram revestimentos com uma estrutura bimodal.

Shahid et al.²⁰ (2013) descreveram a relação entre o comportamento do elemento Zr nos solos, sua absorção e acúmulo pelas plantas, sua translocação e toxicidade, bem como os mecanismos pelos quais elas os excretam. Para alcançar esse objetivo, os autores descrevem a mobilidade do Zr no solo, sua fitodisponibilidade, sua absorção pelas plantas e seu efeito na atividade das enzimas vegetais. Os métodos utilizados foram as análises químicas e estudos de toxicidade em plantas. Os resultados mostram que o Zr pode afetar negativamente seu crescimento e a atividade de suas enzimas. No entanto, as plantas possuem mecanismos de defesa contra a toxicidade

do Zr, como o seqüestro nas raízes e a ativação de antioxidantes. Por fim os pesquisadores concluíram que o Zr merece ser avaliado em estudos complementares, embora a fitotoxicidade desse elemento seja baixa.

Abduo et al.¹⁶ (2013) avaliaram criticamente o conhecimento atual sobre a lógica dos pilares e estruturas de implantes CAD/CAM. Os métodos utilizados para o desenvolvimento da pesquisa foram analisar quais os requisitos necessários para ser um pilar e uma estrutura de implante, análise do protocolo CAD/CAM, a precisão das peças geradas e a durabilidade. Os resultados indicaram que os componentes protéticos do implante devem apresentar durabilidade suficiente para suportar carga funcional sem distorção ou fratura, e que o uso de pilares de cerâmica pode ser uma vantagem para evitar descoloração gengival indesejável. Em relação à precisão, a literatura indica que ainda há desajuste em relação à margem da restauração e à superfície de adaptação interna, mas os pilares e estruturas CAD/CAM de implantes têm sido relatados como consistentemente melhores do que os componentes fundidos convencionais. Além disso, os autores observaram que os pilares de zircônia são duráveis o suficiente para suportar uma carga oclusal aplicada na faixa de 300 a 460 N, tornando-os recomendados para uso com restaurações de implantes anteriores. Os pesquisadores concluíram que o CAD/CAM pode ser utilizado para facilitar a restauração e implantes orais, apresentando precisão de ajuste, durabilidade, simplicidade e aplicação estética do material como principais vantagens, porém citam a necessidade da realização de mais estudos clínicos para validar a superioridade dessas restaurações.

Em 2014, Abdou et al.¹⁵, fizeram uma revisão narrativa visa avaliar as diferentes abordagens da manufatura assistida por computador na prótese dentária. Atualmente, existem duas abordagens principais: subtrativa e aditiva. As diferenças entre elas estão nos protocolos de processamento, nos materiais utilizados e na precisão alcançada. Em geral, o método subtrativo tende a produzir objetos mais homogêneos com precisão aceitável, sendo mais adequado para a produção de próteses intraorais onde se espera alta força oclusal. Por outro lado, os

métodos de manufatura aditiva têm a capacidade de criar peças grandes com variação significativa de superfície e precisão competitiva, tornando-os ideais para a fabricação de próteses faciais.

Em 2014, Pereira et al.²⁹ avaliaram os efeitos do desgaste na transformação de fases, morfologia superficial, resistência à flexão biaxial e módulo de Weibull da zircônia, realizando desgastes com discos diamantados (25 μm e 160 μm) e fresas (25 μm e 181 μm). Os grupos foram: sem tratamento, desgastados com fresas e desgastados com discos diamantados. Foi utilizada uma politriz para o desgaste com os discos, e para as fresas foi utilizado uma peça de mão e um contra ângulo. Os autores observaram diferenças morfológicas entre os dois tipos de desgastes. Independente da granulação, as fresas foram muito mais agressivas superficialmente que os discos. Para os desgastes com baixa granulação (25 μm) os valores foram estatisticamente semelhantes entre si e com resistência à flexão maior que o controle (918 MPa). Para desgastes com alta granulação (160 μm e 181 μm), o grupo desgastado com fresa apresentou valores de resistência maiores (1136 MPa) que o grupo com discos (728 MPa). Os grupos apresentaram módulos de Weibull semelhantes. Os autores destacam que do ponto de vista metodológico, os discos de diamante não deveriam ser empregados para simular a abrasão feita por fresas diamantadas, visto que as alterações micromorfológicas são diferentes, mesmo nas mesmas granulações.

Osman e Swain³⁰, em 2015 apresentaram uma revisão abrangente da literatura sobre materiais para implantes dentários com foco nos implantes de titânio convencionais e nos implantes de zircônia, que são uma opção mais recente e crescentemente popular. Os principais tópicos incluem a ciência dos materiais e as considerações clínicas relacionadas aos dois tipos de implantes, bem como a influência de suas propriedades físicas nos resultados do tratamento. Embora o titânio continue sendo o padrão preferido para implantes orais, surgem questões sobre sua sensibilidade, cuja relevância clínica ainda não está clara. Os implantes de zircônia têm potencial futuro promissor, mas são necessários mais estudos clínicos tanto *in vitro* quanto *in vivo* para fazer tal recomendação. Ao lidar com implantes de zircônia, é essencial ter

considerações especiais e experiência técnica para minimizar a ocorrência de falhas mecânicas.

Silva et al.³¹, em 2016, estudaram o reaproveitamento resíduos de zircônia e examinaram os efeitos da temperatura de sinterização. Foram utilizados dois tipos de pós de sistema cerâmico ZrO_3 - Y_2O_3 como materiais de partida: nanopartículas comerciais de zircônia e resíduos de micropartículas de zircônia. Esses materiais foram moldados por prensagem uniaxial e isostática e posteriormente sinterizados a 1500, 1550 e 1600°C por 1 hora. A caracterização foi realizada por meio de difração de raios X (DRX) e dilatometria, enquanto a densidade/porosidade, resistência à flexão e microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram avaliadas após a sinterização. Os resíduos apresentaram valores de densidade e tamanho de grão semelhantes ao material comercial estudado, confirmando a viabilidade de seu reaproveitamento.

Silva et al.³² (2016) realizaram um estudo onde investigam a possibilidade de reciclagem do pó de óxido de zircônio obtido durante a fresagem de coroas e próteses dentárias. Foram preparadas amostras prensadas uniaxiais e isostáticas, que foram sinterizadas e comparadas ao material comercial. Os resultados obtidos indicaram que as amostras prensadas isostaticamente apresentam boas propriedades físicas e mecânicas, comparáveis ao material comercial, o que demonstra a viabilidade de utilização desse material reciclado no mesmo processo de fabricação.

Gouveia et al.¹⁹ (2017) descreveram os benefícios no uso do pó de zircônia resultante do processo de moagem CAD/CAM e sugeriram diferentes aplicações com base em suas propriedades. O método utilizado na pesquisa foi a utilização do pó de resíduos dos discos CAD/CAM usinados de zircônia estabilizada com 3 mol% de Ítria, os autores propuseram misturar os resíduos com pó comercial em diferentes proporções e prepará-los por mistura seca, depois prensagem e sinterização. fazendo um controle de qualidade dos resíduos quanto a distribuição granulométrica, fases cristalinas e composição química. Foram avaliados a diferença de cor, a microestrutura e as propriedades

mecânicas das misturas recicladas, como módulo de Young, Weibull e resistência à flexão. Os resultados obtidos pelos pesquisadores indicaram que os resíduos podem ser utilizados em aplicações como jateamento de zircônia para prótese dentária e como matéria-prima para jóias, pigmentos e refratários. Concluíram ainda que é possível incentivar a utilização do pó residual resultante do processo de fresagem CAD/CAM da zircônia com base nos resultados obtidos neste estudo.

Sriboonpeng et al.³³ (2017) conduziram uma investigação detalhada sobre o impacto dos tempos de vibro-moagem na estrutura cristalina, distribuição do tamanho das partículas e evolução morfológica dos pós de zircônia (ZrO_2) obtidos, utilizando uma combinação de técnicas como difração de raios X (DRX), difração a laser, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Em geral, observou-se que as fases monoclinica e tetragonal da ZrO_2 tendem a se formar simultaneamente. O aumento do tempo de moagem mostrou desempenhar um papel significativo no alargamento da distribuição do tamanho das partículas, bem como na flutuação do tamanho das partículas de ZrO_2 . Os resultados de MEV indicaram que esses pós de ZrO_2 consistem em uma variedade de tamanhos de partículas aglomeradas, dependendo dos tempos de vibro-moagem utilizados. Além disso, a técnica de MET foi utilizada para confirmar as fases cristalográficas das nanopartículas de ZrO_2 , apoiando os resultados do DRX. Essas descobertas revelaram que uma distribuição mais estreita do tamanho das partículas desses nanopós de ZrO_2 pode ser alcançada através da escolha adequada do tempo de moagem.

Em 2018, Cossu et al.³⁴, realizaram um estudo com o propósito de desenvolver compósitos cerâmicos Al_2O_3 - ZrO_2 utilizando fonte reciclada de $ZrO_2(Y_2O_3)$. O pó de Al_2O_3 foi misturado com diferentes proporções de $ZrO_2(Y_2O_3)$ provenientes de blocos pré-sinterizados utilizados na fabricação de próteses dentárias. As misturas contendo de 3% a 15% em peso de $ZrO_2(Y_2O_3)$ foram prensadas uniaxialmente a 80MPa e sinterizadas a 1600°C por 2 horas. As matérias-primas e as amostras sinterizadas foram caracterizadas por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, densidade relativa, dureza e tenacidade à

fratura. Os resultados da difração de raios X revelaram a presença de fases cristalinas α - Al_2O_3 e tetragonal- ZrO_2 após a sinterização. Além disso, a densidade relativa em todas as composições foi superior a 95%. As amostras apresentaram dureza Vickers e tenacidade à fratura superiores a 1300 HV e $3,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$, respectivamente.

Hovakht et al.³⁵ estudaram, em 2018, a possibilidade de recuperar zirconium e determinar os efeitos da fresagem a seco e úmida, e tratamento térmico na resistência a flexão. O experimento foi realizado ao se reciclar discos de zircônia da marca Amann Girbach. Foi realizado os dois métodos de fresagem no material com e sem tratamento térmico. As mudanças de fases foram determinadas por difração de raios-x a ford dos discos foi medida por resistência a flexão biaxial, e medido por STM-250, e os resultados foram analisados no software SPSS 25. As amostras de zircônia recicladas atingiram 250 MPa e a zircônia convencional 650 MPa. Fazer a fresagem a seco, com fresas de zircônia e pós tratamento térmico melhorou o resultado da zircônia reciclada. No entanto, não houve diferença estatística entre os diferentes métodos de fresagem (a seco ou úmido), assim como realizar a fresagem antes ou após tratamento térmico.

Em 2019, Gendiga et al.²¹ em conjunto com A Zircon Industry Association (ZIA) conduziram uma avaliação do ciclo de vida (ACV) abrangente para quantificar os impactos ambientais potenciais da produção de areia de zircão, desde a mineração até a separação da areia (silicato de zircônio ou ZrSiO_4). Este estudo inovador apresenta o primeiro conjunto de dados globais de ACV, utilizando dados primários da indústria. O estudo segue as normas ISO e foi revisado de forma crítica por especialistas independentes. Utilizando dados de 10 locais de empresas membros da ZIA foram coletados para o ano de referência de 2015, abrangendo mais de 77% da produção global de areia de zircão. Foram consideradas todas as rotas de mineração relevantes (úmida e seca) e as principais plantas de concentração e separação nas regiões produtoras (Austrália, África do Sul, Quênia, Senegal e EUA). Alocações de massa foram aplicadas para subprodutos, com alocação econômica usada apenas para metais de alto valor. Uma análise de sensibilidade

foi realizada para entender o impacto do consumo de energia nos resultados da ACV. A mineração é o principal contribuinte para todas as categorias de impacto, representando entre 65% e 90% dos impactos em comparação com a planta de separação mineral. A demanda de energia primária (PED) e o potencial de aquecimento global (GWP) contribuem com 76% e 70%, respectivamente, para a produção de 1 kg de areia de zircão. O consumo de eletricidade é o principal fator influente no processo de mineração. Este ACV, conforme as normas ISO e revisado criticamente, quantificou os impactos ambientais da produção de areia de zircão. O estudo fornece um conjunto de dados sólido para os usuários finais de areia de zircão, sendo o primeiro conjunto de dados de ACV representativo a nível global fornecido pela ZIA.

Em 2019, Grech e Antunes³⁶ efetuaram uma revisão que busca reunir uma seleção dos extensos testes e pesquisas realizados em uma variedade de cerâmicas à base de zircônia, uma vez que muitas marcas comerciais estão desenvolvendo amostras em branco e em pó para aprimoramento em próteses dentárias estruturalmente sólidas. Paralelamente, avanços significativos estão em curso em tecnologias de fabricação para cerâmicas à base de zircônia. A revisão aborda metodologias e condições para prensagem uniaxial e isostática do pó de zircônia, além de discutir os benefícios das tecnologias emergentes de CAD/CAM. Identificaram-se lacunas de conhecimento, ressaltando a necessidade de investigar experimentalmente diferentes condições e metodologias de sinterização, como a sinterização em dois estágios. Estudos preliminares com métodos alternativos têm mostrado resultados promissores, e mais testes são necessários para garantir o aprimoramento e a otimização das propriedades mecânicas, estéticas e de envelhecimento do produto final.

O artigo de revisão de 2021 de El-Eskandarany et al.³⁷, oferece uma breve história da aplicação da moagem de bolas na fabricação de materiais complexos e inovadores nos últimos 50 anos. Também discute o mecanismo do processo de MM e os fatores que o influenciam. Exemplos típicos de sistemas desenvolvidos pelo Programa de Nanotecnologia e Aplicações do Instituto de Pesquisa Científica do

Kuwait nos últimos cinco anos serão apresentados, incluindo nanodiamantes, materiais duros nanocristalinos (como WC), nanocompósitos de matriz metálica e cerâmica, e nitreto de titânio nanocristalino. Os autores esperam que o artigo beneficie leitores e sirva como uma introdução para engenheiros e pesquisadores que iniciam projetos de produção de materiais usando moagem mecânica.

Montalván Olivares et al.³⁸ (2021) avaliaram o grau de poluição em solos naturais, urbanos e agrícolas em áreas de mineração, nas quais viviam cerca de 80.000 pessoas e que nunca haviam sido avaliadas quanto à poluição antes. Os autores coletaram amostras de solo nas áreas de minas de ferro, urânio e vanádio, bem como nos principais assentamentos humanos da região. As concentrações de 34 elementos foram determinadas por meio de análise de nêutrons instrumental (INAA) e espectrometria de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente (ICP OES). Os resultados adquiridos pelos pesquisadores mostraram que 89% dos elementos analisados apresentaram um nível moderado a alto de poluição, com 78% das amostras apresentando um nível extremo de contaminação em pelo menos um elemento. Análises estatísticas foram realizadas para identificar padrões na distribuição e fontes comuns de poluição. Os pesquisadores concluíram que as concentrações de Al, Ba, Hf, Na, Pb, Rb, REE, Ta, Th, U, Zn e Zr estão associadas a causas geogênicas, mas a influência de fontes antrópicas como a agricultura e a mineração não pode ser descartada.

Ding et al.³⁹ (2021) realizaram um estudo com o objetivo de procurar maneiras fáceis de reutilizar a zircônia em blocos (CAD/CAM), com os resíduos que sobraram a partir de sua utilização. O método que os autores utilizaram para o desenvolvimento da pesquisa foi a utilização dos resíduos gerados por um bloco da marca 3M® Lava™ Plus HT, tais resíduos foram pulverizados, moídos, peneirados e decapados com ácido nítrico. O pó restante foi prensado e pré-sinterizado em blocos que foram expostos a temperaturas que variavam de 800 a 1100 °C. Foi feita a utilização de blocos de zircônia novos como controle. O resultados obtidos por meio da pesquisa foram que as amostras pré-sinterizadas que foram expostas a 950 °C tinham a morfologia adequada (lisa, sem

ranhuras ou rachaduras), os blocos controle e os reciclados tiveram características parecidas, a melhor temperatura pré-sinterização para se efetuar a reciclagem é entre 950 e 1000 °C. Com os resultados obtidos os autores chegaram à conclusão que a zircônia reciclada pré-sinterizada não difere muito quanto a resistência à flexão se comparadas com os blocos do grupo controle.

Em 2022, Cordeiro et al.⁴⁰ investigaram a reciclagem e o processamento desses resíduos de zircônia em pó (ZWP) provenientes da fresagem CAD/CAM. Foram analisadas as características físicas e mecânicas das peças produzidas com o ZWP. O ZWP recebido foi submetido à calcinação a 500 °C e desaglomerado utilizando um moinho de rolos em diferentes condições experimentais. A condição de moagem com uma relação entre massa média de moagem (GM) e massa de ZWP de 13 e um tempo de moagem de 90 minutos apresentou os melhores resultados. Este procedimento resultou em ZWP com o menor tamanho médio de partícula (0,4 µm) e a menor transformação tetragonal-monoclínica (16,9%). A absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente e propriedades mecânicas foram avaliadas em ZWP não desaglomerado e ZWP desaglomerado após sinterização a 1300°C, 1400°C e 1500°C. As amostras desaglomeradas de ZWP alcançaram valores de densidade aparente de $5,8 \pm 0,1$ g/cm³, microdureza de 1523 ± 173 HV e resistência à flexão de $342,8 \pm 66,7$ MPa. Os valores de densidade aparente e microdureza foram comparáveis aos de corpos comerciais de ZrO₂ processados nas mesmas condições, sendo $6,0 \pm 0,1$ g/cm³ e 1412 ± 70 HV, respectivamente. No entanto, a resistência à flexão dos corpos de ZWP foi inferior à do ZrO₂ comercial, sendo de $680,5 \pm 96,0$ MPa. Ainda assim, essa resistência supera a observada em materiais dentários de porcelana e vitrocerâmica utilizados em próteses unitárias anteriores ou posteriores (<200 MPa), destacando o potencial do ZWP como uma alternativa de material de baixo custo e alta resistência em próteses cerâmicas.

Com o propósito de avaliar os efeitos da taxa de aquecimento da pré-sinterização nos tamanhos do pó na zircônia reciclada odontológica, Yang et al.⁴¹ realizaram um estudo em 2022 onde os pós de zircônia

reciclada foram separados por peneiramento em partículas grandes (com diâmetro entre 50 μm e 125 μm) e pequenas (com diâmetro menor ou igual a 50 μm). Esses pós foram então utilizados para produzir corpos verdes que foram divididos em três grupos de acordo com as taxas de aquecimento pré-sinterização: grupo A com taxa de 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, grupo B com taxa de 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, e grupo C com taxa de 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. A densidade relativa, porosidade aberta e usinabilidade dos corpos pré-sinterizados de zircônia reciclada foram avaliadas e comparadas com os corpos pré-sinterizados de zircônia comercial. Posteriormente, os corpos pré-sinterizados foram totalmente sinterizados conforme as instruções do fabricante, e a densidade relativa, porosidade aberta, encolhimento linear e resistência à flexão da zircônia totalmente sinterizada foram comparadas. A microestrutura das superfícies de fratura e a estrutura cristalina foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura e difratometria de raios X, respectivamente. Com o mesmo tamanho de partícula, a zircônia reciclada pré-sinterizada em diferentes taxas de aquecimento não apresentou diferenças significativas nas densidades relativas e porosidades abertas ($P > 0,05$). Quando as taxas de aquecimento de pré-sinterização foram de 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, as resistências à flexão da zircônia reciclada de partículas grandes foram $421,2 \pm 54,7$ MPa, $444,2 \pm 70,1$ MPa e $427,5 \pm 68,4$ MPa, respectivamente, enquanto as resistências à flexão da zircônia reciclada de pequenas partículas foram $750,1 \pm 74,1$ MPa, $777,2 \pm 95,5$ MPa e $746,7 \pm 73,0$ MPa, respectivamente. A resistência à flexão da zircônia comercial foi $988,4 \pm 129,8$ MPa. As resistências à flexão da zircônia reciclada foram significativamente inferiores às da zircônia comercial ($P < 0,05$). Na mesma taxa de aquecimento pré-sinterização, as resistências à flexão da zircônia reciclada de partículas pequenas foram significativamente maiores do que as da zircônia reciclada de partículas grandes ($P < 0,05$). Em comparação com as partículas grandes, os pós com partículas pequenas podem efetivamente melhorar as propriedades da zircônia reciclada, enquanto a taxa de aquecimento pré-sinterização não demonstrou influência nas propriedades do material.

Campos et al.⁴², em 2023, realizaram um estudo com o objetivo de elaborar um procedimento de reciclagem para o material residual do 3Y-TZP moído e melhorar seus atributos através da infiltração de vidro. O pó 3Y-TZP foi obtido do sistema de vácuo do equipamento de moagem CAD-CAM, submetido à calcinação e peneirado (tamanho de partícula < 75 μm). Um total de cento e vinte discos foram criados e pré-sinterizados a 1000 °C por 1 hora. Essas amostras foram então divididas em quatro grupos com base na infiltração de vidro (não infiltrado [Zr] ou infiltrado em vidro [Zr-G]) e temperatura de sinterização (1450 °C [Zr-1450] ou 1550 °C [Zr-1550] por 2 horas). Após o processo de sinterização, os corpos de prova foram caracterizados por Difração de Raios X, medição de densidade relativa e Microscopia Eletrônica de Varredura. Foram realizados ensaios de resistência à flexão biaxial, conforme ISO 6872, acompanhados de análise fractográfica, com resultados posteriores submetidos à estatística de Weibull. Os valores de densidade relativa para os corpos de prova sinterizados dos grupos Zr-1450 e Zr-1550 foram $86,7 \pm 1,5 \%$ e $92,2 \pm 1,7 \%$, respectivamente. A distribuição do tamanho das partículas revelou partículas na faixa de 0,1 a 100 μm . A análise de DRX indicou a presença de ZrO_2 -tetragonal em ambos os grupos Zr-1450 e Zr-1550. A infiltração de vidro, entretanto, resultou na formação de ZrO_2 -monoclínico, compreendendo 9,84 % (Zr-1450-G) e 18,34 % (Zr-1550-G). As micrografias ilustraram características microestruturais semelhantes para Zr-1450 e Zr-1550, enquanto os grupos infiltrados com vidro exibiram padrões de infiltração comparáveis. Os grupos infiltrados com vidro apresentaram a maior resistência característica. Análises fractográficas sugeriram que as origens da fratura estavam ligadas a defeitos no lado tracionado, propagando-se para o lado comprimido das amostras. Tanto a temperatura de sinterização quanto a infiltração do vidro influenciaram significativamente as propriedades mecânicas do 3Y-TZP reciclado.

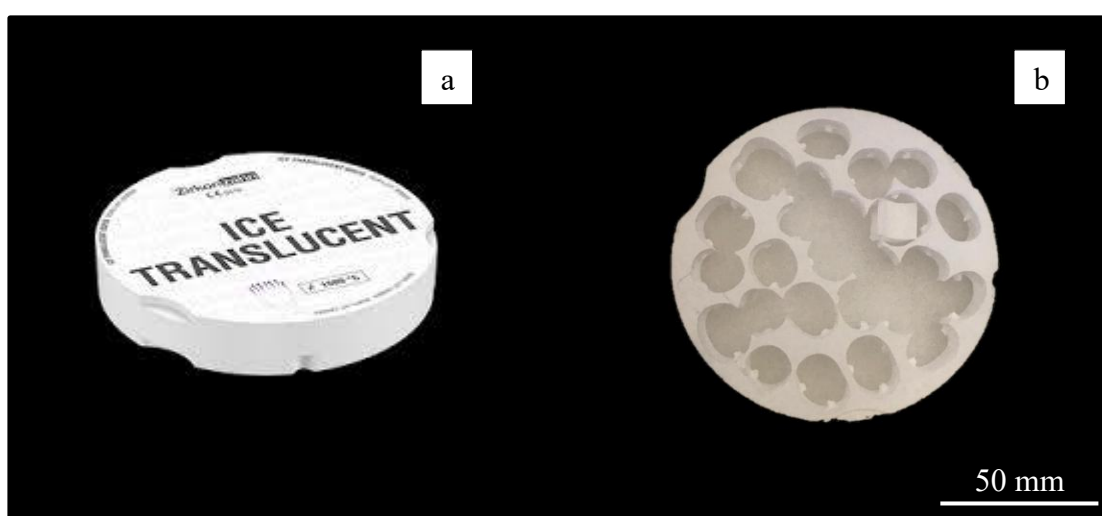
4 MATERIAL E MÉTODO

Esta pesquisa foi dividida em duas etapas. Na etapa 1 foi caracterizado o material na sua forma comercial (bulk) e em pó e também descrito o processo de moagem adotado; na etapa 2, foram confeccionados os espécimes de zircônia na forma de discos com a zircônia reciclada variando-se o tipo de prensagem e comparando os resultados com discos produzidos por fresagem.

4.1 Etapa 1

A etapa 1 foi realizada para caracterizar o material comercial ICE-Zirkon transluzent (Zirkonzhan GMBH, Gais, Bolzano, Italy) (Figura 1a) na sua forma bulk (resíduo em pedaço) (Figura 1b) e em pó (derivado do bulk após moagem). Para se obter o resíduo em pedaço, um bloco já fresado foi quebrado com o auxílio de um martelo e o fragmento com melhor forma foi analisado de acordo com os testes descritos abaixo. Para análise do pó derivado do bulk, esses mesmos fragmentos foram levados para moagem de acordo com o descrito no item 4.1.1.

Figura 1- a- bloco de zircônia ICE Zirkon Transluzent comercial. b- como recebida pós fresagem



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

4.1.1 Tempo de moagem e cálculo do tamanho de partículas

Pedaços do bloco de zircônia ICE Zirkon Transluzent foram moídos manualmente em almofariz de metal fundido e levado a um moinho de bolas (Solab, Piracicaba, SP, Brasil) em frascos plásticos com esferas de zircônia (5 mm de diâmetro) na razão de massa de esfera/pó de 10:1, contendo água destilada formando uma suspensão, completando assim 70% do volume do frasco.

Essa suspensão foi submetida a 90 rpm por quatro períodos: 24 horas, 48 horas, 72 horas e 168 horas. Após cada período de moagem, a suspensão era separada das esferas de zircônia por meio de uma peneira e uma amostra da suspensão era levada ao granulômetro a laser (Shimadzu EDX-720, São Paulo, SP, Brasil), para a medição de tamanho de partículas. Os pós moídos nos diferentes tempos foram prensados uniaxialmente em discos e sinterizados conforme recomendação do fabricante (1450 °C/3h) para se verificar a microestrutura.

4.1.2 Difração de raios X

O bulk da zircônia ICE Zirkon Transluzent foi utilizado para identificar a estrutura cristalina por meio do difratômetro de raios-X XRD-6000 (Shimadzu do Brasil, São Paulo, SP, Brasil) utilizando-se radiação “Cu-K α ”, com varredura entre 10° e 80°, passo angular de 0,05° e 3 segundos de varredura por ponto de contagem. Os picos foram identificados por meio da comparação com microfichas padrão (número 48-224) do arquivo JCPDS International Centre for Diffraction Data.

4.1.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Foi avaliado um fragmento pré-sinterizado (bulk) e um disco de cada tempo de moagem (24 h, 48 h, 72 h e 168 h). Os espécimes foram previamente limpos em ultrassom com álcool isopropílico e mantido em dessecador 24 horas antes da metalização com ouro e análise em microscópio eletrônico de varredura Jeol (JSM6610LV, Akishima, Tóquio, Japão) com magnificação 10.000x.

4.1.4 Determinação da densidade e porosidade total

A massa seca do bulk verde e sinterizado (sinterização realizada conforme as recomendações do fabricante) foi medida pelo método de Arquimedes onde se calculou o volume externo (V_{Externo}) da amostra e a densidade aparente geométrica (DA; g.cm⁻³), onde M_s é a massa seca conforme a Equação 1:

$$DA(\text{g. cm}^{-3}) = \frac{M_s}{V_{\text{Externo}}} \quad (1)$$

Para realizar o cálculo da porosidade total geométrica, foi realizada pulverização do bulk em pó manualmente em almofariz de metal fundido e secagem (120 °C/12h). O pó produzido foi utilizado na determinação da densidade real (ρ_s ; g.cm⁻³) medida pela técnica de picnometria de Hélio. Por meio das densidades reais das amostras, juntamente com a densidade aparente geométrica foi calculada a porosidade total (PT), conforme a Equação 2

$$PT(\%) = 100\% \times \left[1 - \left(\frac{DA}{\rho_s} \right) \right] \quad (2)$$

Onde: PT = porosidade total geométrica (%); DA = densidade aparente geométrica (g.cm⁻³) e ρ_s = densidade real do sólido (g.cm⁻³).

A densidade relativa foi calculada pela Equação 3.

$$DR(\%) = \frac{DA}{\rho_{\text{Sólido}}} \quad (3)$$

Onde: DR é a densidade relativa (%), ρ sólido é a densidade do sólido (g.cm⁻³) e DA é a densidade aparente geométrica.

4.1.5 Dureza vickers

O teste de dureza Vickers (em GPa) foi realizado em durômetro Buehler (Lake Bluff, Illinois, EUA) por meio de um indentador de diamante na forma de pirâmide reta com base quadrada. A carga foi de 500 gf por 15 s. A medida da indentação foi analisada sob um microscópio ótico Buehler (Lake Bluff, Illinois, EUA) com 40 x de

magnitude; com essas medidas foi calculada a área. O aparelho forneceu a dureza em VHN que foi convertida em GPa. As medidas foram realizadas no bulk pré e pós-sinterizado e nos discos feitos com para os grupos com pós moídos por 24 h, 48 h, 72 h e 168 h. Foram realizadas 3 medidas em cada espécimes, num total de 10 espécimes por grupo.

4.2 Etapa 2

Os procedimentos realizados na etapa 2 deste trabalho estão descritos a seguir.

4.2.1 Confeção dos espécimes

Foram realizados 3 grupos: grupo controle (ZZC) composto por zircônia Ice Zirkon fresada em formato de disco, grupos ZZUNI e ZZISO com processamento proveniente 100% do descarte de Ice Zirkon formado, respectivamente, por discos com prensagem uniaxial e isostática.

4.2.1.1 Espécimes controle (ZZC)

Um bloco de zircônia ICE Zirkon Transluzent foi usinado em cilindros de 15 mm de diâmetro em um torno mecânico. Em seguida, esses cilindros foram cortados em espécimes de 1,5 mm de espessura em cortadeira metalográfica de alta precisão (ISOMET 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), utilizando-se disco diamantado (Series 15LC Diamond, Buehler, Illinois, EUA). O acabamento dos discos foi realizado com pontas de silicone (Exa-cerapol, Edenta, Labordental, Hauptstrasse, Suíça), seguido de polimento manual com lixas de carbetto de silício #1200, #1500 e #2000 (401Q, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) por aproximadamente 1 minuto cada lixa em movimento simulando o infinito.

Os espécimes foram medidos com um paquímetro digital (500-144B, Mitutoyo Sul Americana, Suzano, SP, Brasil) para averiguação das dimensões, com variação máxima de 0,01 mm. Foi realizado o tratamento térmico em forno Infire HTC Speed adotando-se aquecimento de 2 °C.min⁻¹ até 800 °C, 5 °C.min⁻¹ até 1450 °C, permanecendo nesse patamar por 3 horas e, finalmente, resfriamento até temperatura

ambiente com taxa de 10 °C.min⁻¹. A dimensão final dos espécimes foi 12 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura conferida por meio de paquímetro digital.

4.2.1.2 Espécimes experimentais (ZZUNI e ZZISO)

Blocos (bulk) de zircônia ICE Zirkon Transluzent previamente fresados foram quebrados em fragmentos menores que foram moídos manualmente em almofariz de metal fundido e levado a um moinho de bolas (Solab; Piracicaba, SP, Brasil) em frascos plásticos com esferas de zircônia (5 mm de diâmetro) na razão de massa de esfera/pó de 10:1, contendo água destilada formando suspensões. O tempo de moagem adotado foi de 168 horas em 90 rpm.

Foi adicionado à suspensão um ligante PVA (Poli Álcool Vinílico; Sigma-Aldrich St Louis, Missouri Estados Unidos), responsável por fornecer resistência para a peça, seguido de secagem em estufa Orion (Fanen, Modelo Orion 502, São Paulo, SP, Brasil) a 120°C por 12 h, sem agitação. O pó obtido foi desaglomerado em almofariz Chiarotti (Chiarotti, Mauá, SP, Brasil).

Para os grupos ZZUNI e ZZISO, o pó foi acomodado em uma matriz com 18 mm de diâmetro e submetido à prensagem uniaxial (P15; Metal Tecnica Bovenau Ltda, Rio do Sul, SC, Brasil), com 113 MPa por um minuto, a fim de se obter espécimes com 2 mm de espessura (Figuras 2a e 2b). Para o grupo ZZISO foi realizada uma prensagem adicional em prensa isostática a frio (CP360; AIP, Columbus, Ohio, Estados Unidos) até 200 MPa por 30 s (Figura 3).

Todas as amostras prensadas, foram tratadas termicamente a 1000 °C por 3 horas em forno Infire HTC Speed com aquecimento de 10 °C.min⁻¹ e resfriamento com a taxa automática do forno.

O acabamento dos discos foi realizado com a mesma metodologia utilizada no grupo ZZC, bem como o tratamento térmico final. As dimensões finais dos espécimes foram de 12 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura confirmados por meio de paquímetro digital.

Figura 2 - a- prensa uniaxial. b- corpos de prova grupo ZZISO, pós prensagem uniaxial



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

Figura 3 - Prensa isostática modelo AIP, CP360



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

4.2.2 Caracterização dos materiais

Os corpos de prova confeccionados para os grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO foram caracterizados por meio de imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura, avaliação das fases presentes por difração de raios X, cálculo da densidade pelo método de Arquimedes e dureza realizada em microdurômetro. Todas as análises foram realizadas seguindo os mesmos parâmetros adotados na etapa anterior.

4.2.3 Dureza Vickers

Adotando-se os mesmos parâmetros descritos no item 4.1.5 foi realizada a medida para dureza Vickers em 10 corpos de provas dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO.

4.2.4 Resistência à flexão biaxial

Foi determinada pelo método do pistão sobre três esferas, de acordo com a norma ISO 6872⁴³, em uma máquina universal de ensaios (Modelo EMIC DL 2000; Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda, São José dos Pinhais, Brasil) equipada com uma célula de carga de 5 kN e com velocidade de descida de 0,5 mm/min. A resistência à flexão biaxial, em MPa, foi calculada por meio das Equações 4, 5 e 6 abaixo:

$$\sigma = -0,2387P \frac{(X-Y)}{b^2} \quad (4)$$

$$X = (1 + \nu) \ln\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 + \left[\frac{1-\nu}{2}\right] \left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 \quad (5)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2\right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2 \quad (6)$$

Onde: σ é a resistência à flexão biaxial, P é a carga aplicada em Newtons (N); b é a espessura do espécime em milímetros (mm), ν é o coeficiente de Poisson (0,25), r_1 é o raio do suporte (5 mm), r_2 é o raio do pistão (0,7 mm) e r_3 é o raio do espécime.

4.2.5 Módulo de Weibull

A confiabilidade dos materiais foi calculada por meio do módulo de Weibull (m), este foi estimado a partir dos dados de resistência à flexão biaxial, utilizando-se a Equação (7), cuja inclinação da reta fornece o valor de m .

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) \right] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (7)$$

Onde: P_f é a probabilidade de falha, σ é a tensão aplicada, σ_0 é a resistência característica (geralmente considerada a resistência média) e m é o módulo de Weibull que varia de zero até o infinito.

4.2.6 Análise dos resultados

Foi utilizado método descritivo das imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura. Os dados obtidos na difração de raios X foram por meio da comparação com microfichas padrão do arquivo JCPDS International Centre for Diffraction Data. Para os dados de resistência à flexão biaxial e dureza Vickers foram realizados o teste de Shapiro-Wilk para averiguação da normalidade e teste Levene para a homocedasticidade. Os resultados foram paramétricos para ambos, assim foi aplicado o teste Anova um fator, o nível de significância adotado foi de 5%.

5 RESULTADO

Os dados dos testes descritos no item 4 serão apresentados nos itens a seguir

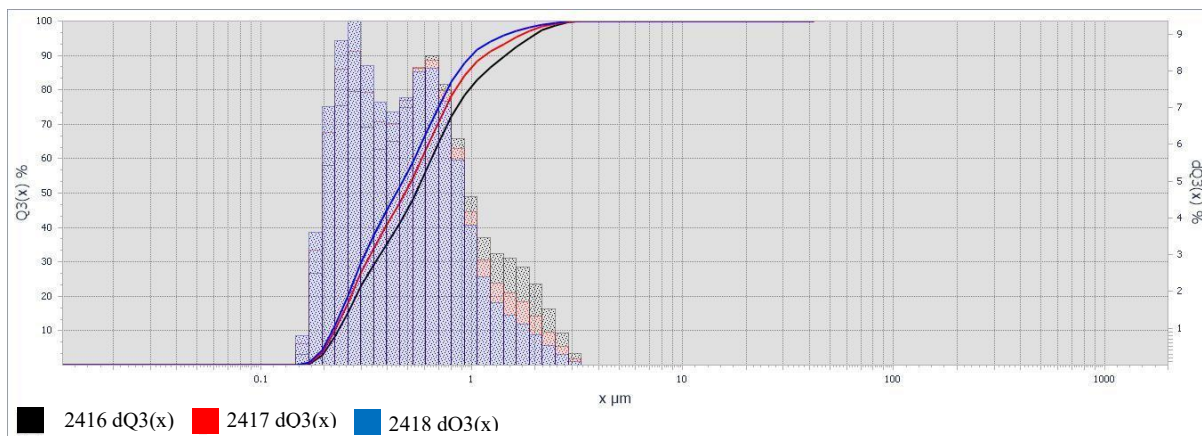
5.1. Etapa 1

Os itens a seguir apresentam os resultados obtidos nas análises realizadas no grupo bulk, amostra do fabricante sinterizada, e grupos verde, amostra do fabricante não sinterizada.

5.1.1 Tempo de moagem e cálculo do tamanho de partículas

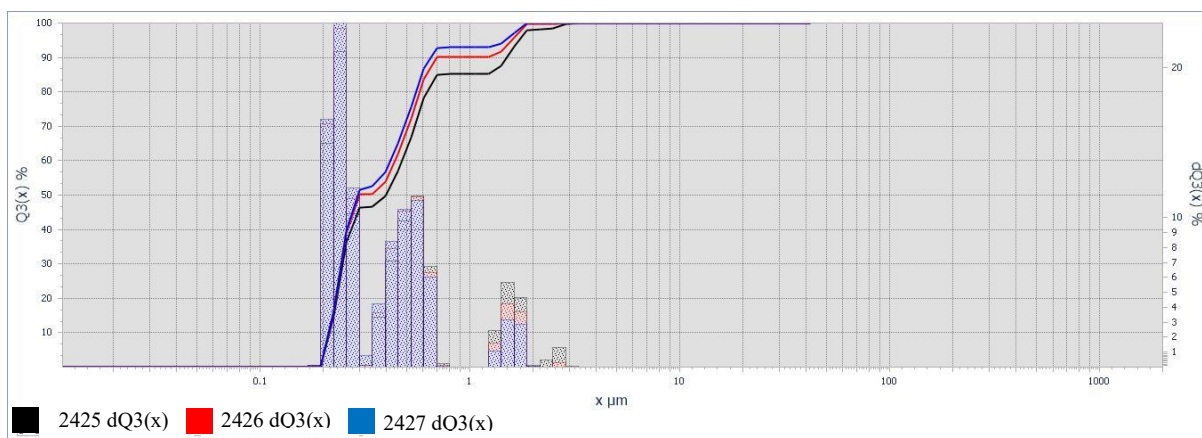
Os gráficos 1, 2, 3 e 4 mostram a distribuição do tamanho das partículas por granulometria a laser conforme o tempo de moagem: 24 h, 48 h, 72 h e 168 h respectivamente. Os gráficos mostram a evolução dos tamanhos em μm /quantidade em porcentagem ($Q3(x)\%$). A granulometria mostrou os maiores grãos para o grupo de 24 h foi de 1,6 μm , para o grupo de 48 h foi de 1,2 μm , para o grupo de 72 h foi de 0,95 μm e 0,6 μm para o grupo 168 h, sendo que para o grupo 168 h a $Q3 (50)\%$ os grãos predominante foram de 0,43 μm .

Gráfico 1 - Tamanho de partículas após moagem por 24 horas



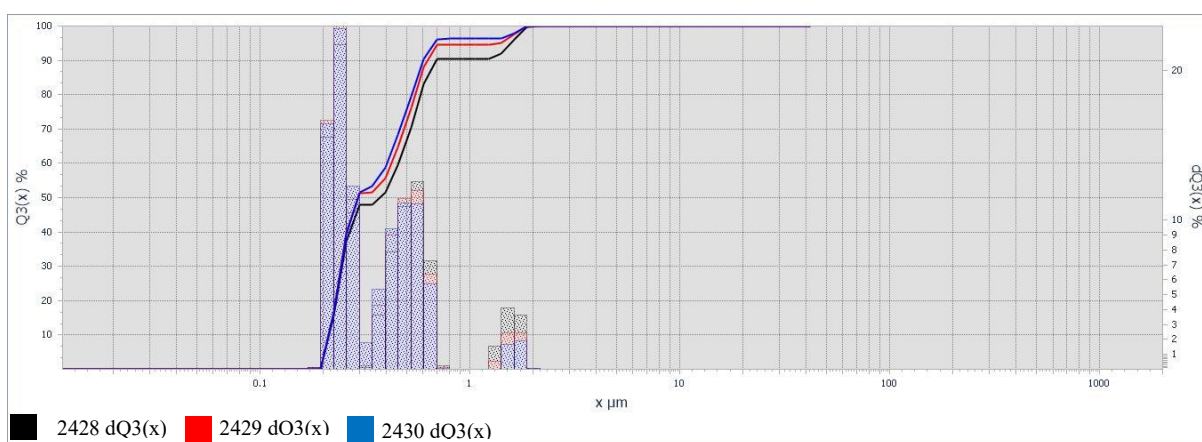
Fonte: Elaboração própria.

Gráfico 2 - Tamanho de partículas após moagem por 48 horas



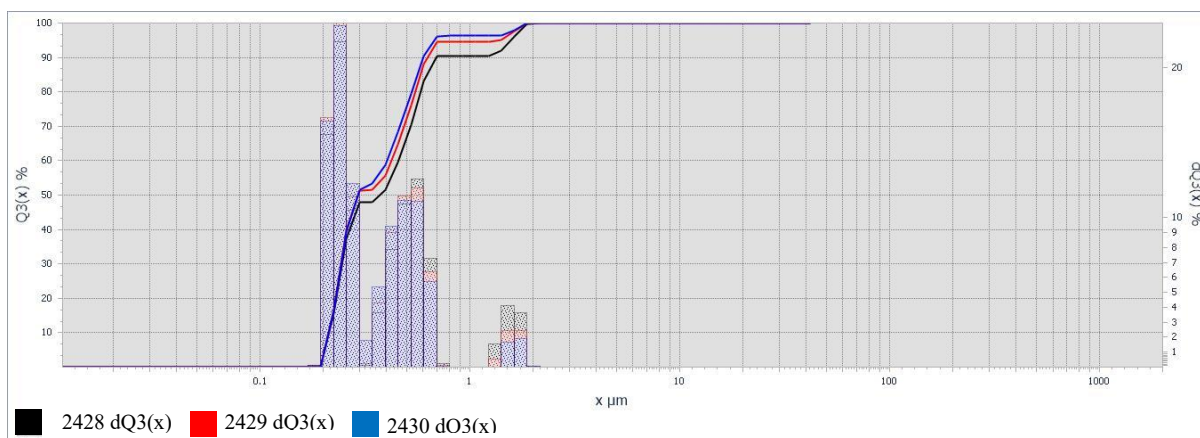
Fonte: Elaboração própria.

Gráfico 3 - Tamanho de partículas após moagem por 72 horas



Fonte: Elaboração própria.

Gráfico 4 - Tamanho de partículas após moagem por 168 horas

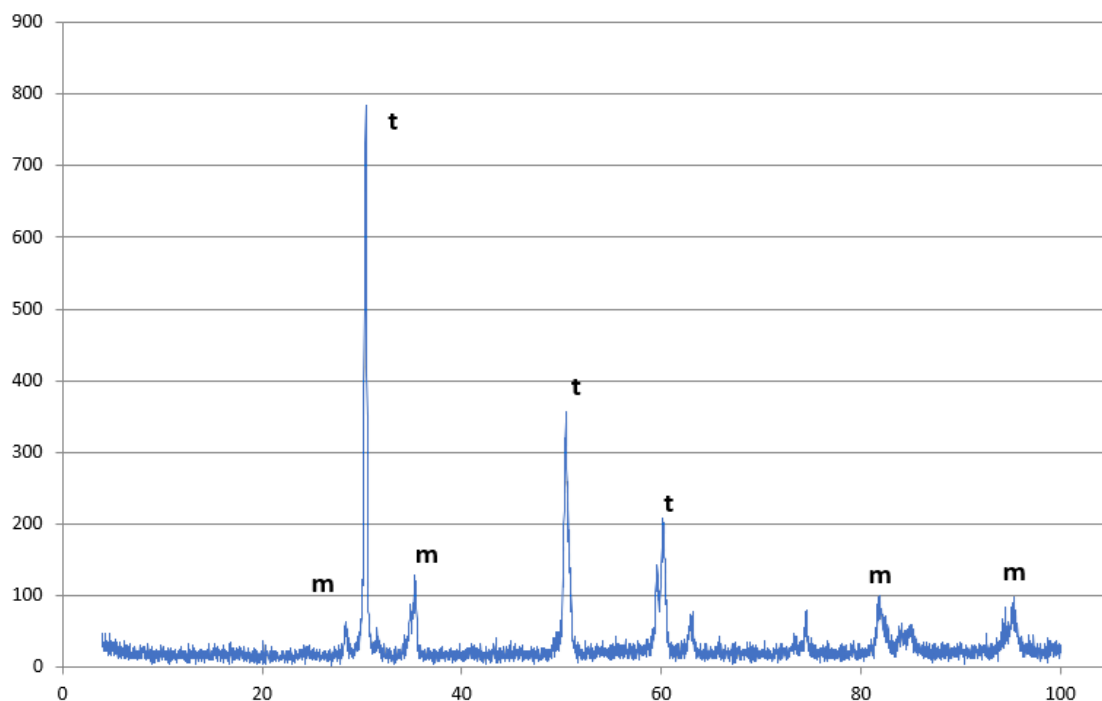


Fonte: Elaboração própria.

5.1.2 Difração de raios X

O gráfico 5 mostra os resultados de difratometria de raios X verificados no bulk do material. Foi identificado a fase tetragonal e monoclinica da zircônia 3Y-TZP nos picos do gráfico, onde a fase tetragonal compõe 84,9%, presente nos picos mais altos, e a fase monoclinica compõem 15,1% e pode ser identificada nos picos menores.

Gráfico 5 - Difração de raios X realizado no bulk de zircônia pré-sinterizada

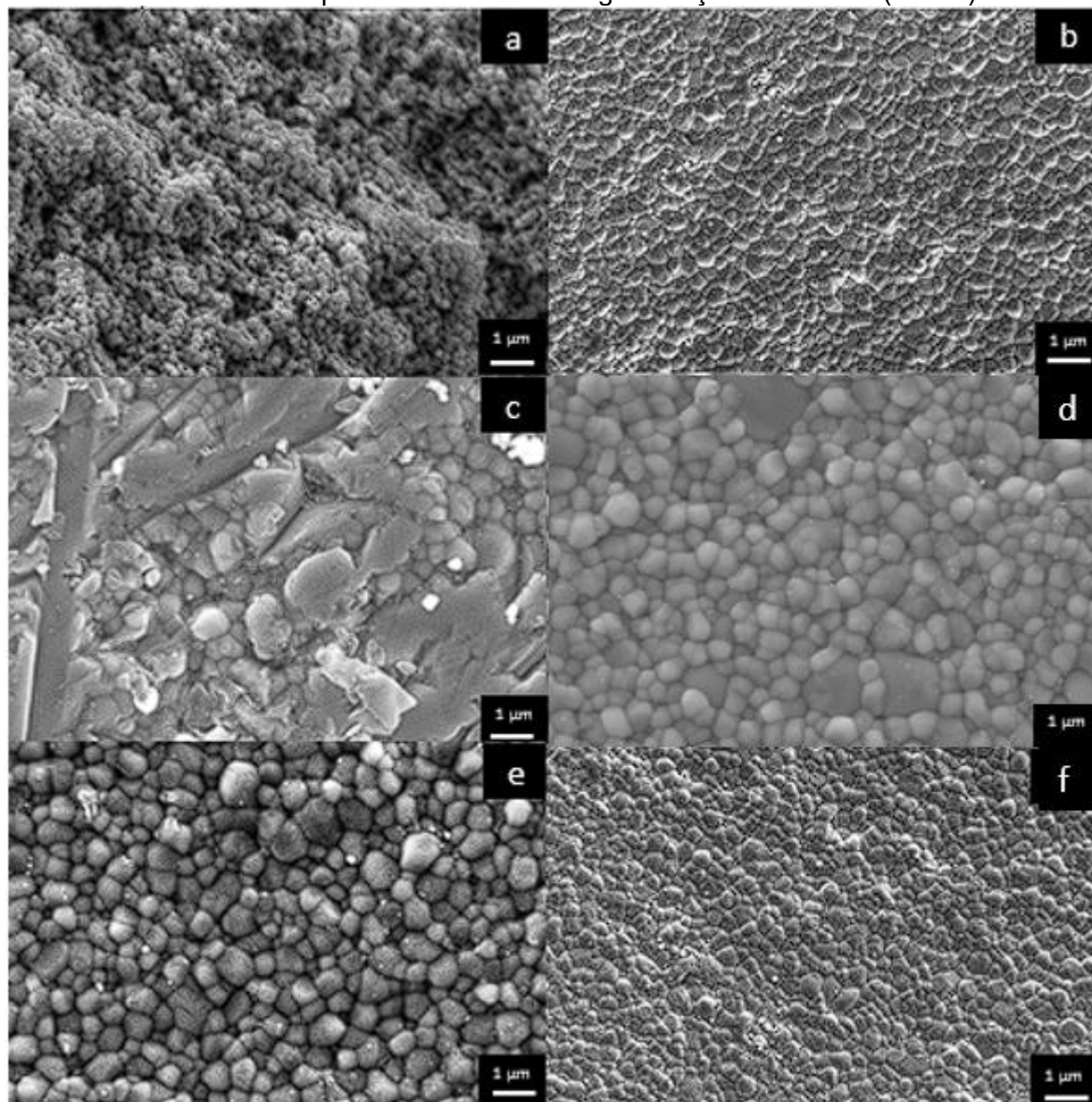


Fonte: Elaboração própria.

5.1.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

A imagem a seguir (Figura 4) representa as superfícies de diferentes espécimes em magnificação de 10.000 vezes. Na Figura 4a é possível ver a superfície da zircônia pré-sinterizada (bulk), como recebido pelo fabricante, nela se observam aglomerados de zircônia em uma microestrutura não organizada e pouco densificada, com uma estrutura mais solta, este corpo de prova não passou pelo processo de sinterização final. A Figura 4b, mostra a superfície formada por grãos de tamanhos heterogêneos e com diferentes formatos de zircônia moída por 24 h, com uma característica mais porosa e irregular. Na Figura 4c, mostra a superfície da zircônia moída por 48 h aparentemente mais organizada, ainda com grãos de tamanhos heterogêneos, mas com formato mais regular. Na Figura 4d (zircônia moída por 72 h) os grãos são mais homogêneos com menor variação de tamanho e formato, fenômeno este alcançado no grupo da zircônia moída por 168 h (Figura 4e), com grãos homogêneos em tamanho e formato e uma microestrutura mais compacta.

Figura 4- Imagens dos espécimes obtidas em microscópio eletrônico de varredura do material Ice Zirkon Transluzent, barra no canto inferior direito representativa da magnificação adotada (1 μm)



a) Zircônia bulk não sinterizada b) Zircônia bulk sinterizada c) Zircônia sinterizada após moagem de 24 h d) Zircônia sinterizada após moagem de 48 h e) Zircônia sinterizada após moagem de 72 h; f) Zircônia sinterizada após moagem de 168 h.

Fonte: Arquivo pessoal da autora.

5.1.4 Densidade e porosidade total

Utilizando o método de Arquimedes e a picnometria de Hélio foi possível calcular a densidade aparente e relativa, assim como a porosidade total do bulk pré e pós-sinterização (Tabela 1).

Tabela 1 - Dados de porosidade total e densidade obtidos pelo método de Arquimedes e picnometria de Hélio da zircônia em sua condição pré-sinterizada, denominada verde, e sinterizada

Parâmetros Avaliados	Verde	Sinterizada
Densidade aparente	3,1 g.cm	5,8 g.cm
Densidade relativa	49,5%	93,5%
Porosidade total	51,0 %	6,0 %

Fonte: Elaboração própria.

5.1.5 Dureza Vickers

A dureza Vickers foi medida como foi descrita no item 5.1.6, com os dados coletados em VHN e transformados em GPa, letras iguais significam igualdade estatística. A dureza Vickers (GPa) dos espécimes foi: zircônia pré-sinterizada (verde)= 0,4; zircônia sinterizada= 7,5(a); grupo moído 24 h= 5,1(b); grupo 48 h= 4,7(b); grupo 72 h= 5,7(a,b) e grupo 168 h= 7,0 (a,b). A zircônia pré-sinterizada (verde) obteve diferença estatística com todos os demais grupos, e a zircônia sinterizada com os grupos moídos por 24 h e 48 h.

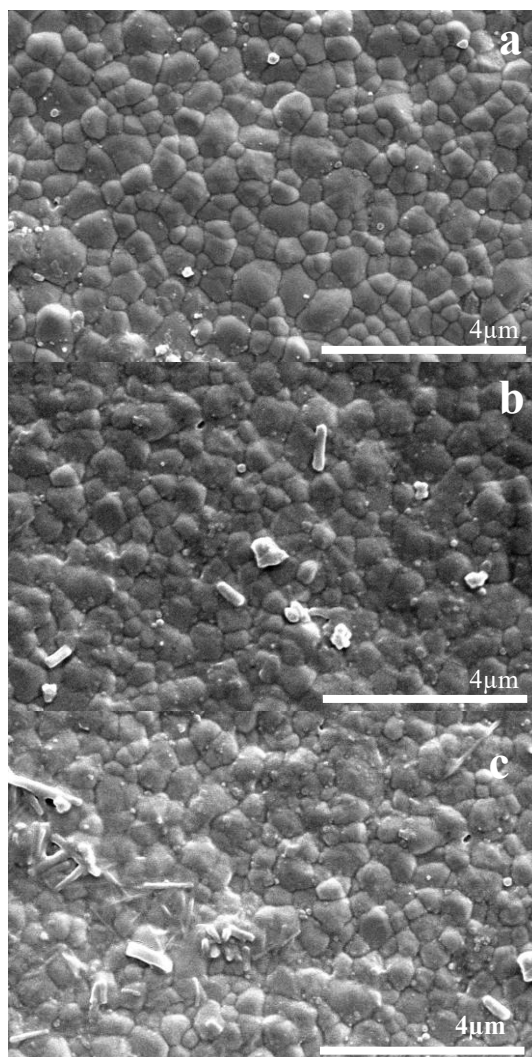
5.2 Etapa 2

Mediante os resultados da etapa 1 realizou-se a metodologia proposta neste estudo para reciclagem da zircônia odontológica. Foram confeccionados discos de zircônia 100 % derivada de resíduos provenientes do *bulk* com dois tipos de prensagem: ZZUNI- processamento 100 % de descarte de Ice Zirkon com prensagem uniaxial e ZZISO- processamento 100 % de descarte de Ice Zirkon com prensagem isostática. Os grupos experimentais foram comparados com a zircônia comercial Ice Zirkon Transluzent (grupo controle, ZZC). Os resultados estão descritos a seguir.

5.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 4 representa a superfície dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO em magnificação de 20.000 vezes. É possível notar nos três grupos que a microestrutura está organizada de forma homogênea com grãos regulares

Figura 5- Imagens dos espécimes obtidas em microscópio eletrônico de varredura

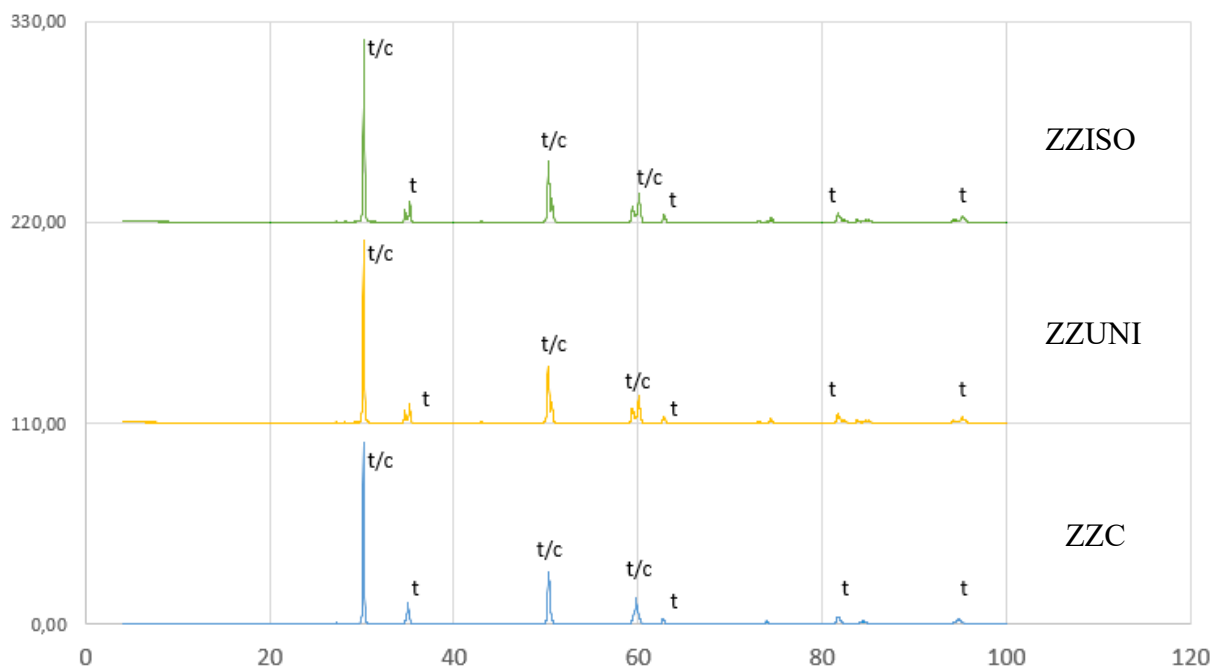


A barra no canto inferior direito representa a magnificação adotada: a) Grupo ZCC b) Grupo ZZUNI c) Grupo ZZISO.

Fonte: Arquivo pessoal da autora.

5.2.2 Difração de raios X

O gráfico 6 mostra os resultados de difratometria de raios X. Foi identificado óxido de zircônio estabilizado por ítria, na fase tetragonal; a análise química dos três grupos mostra a porcentagem em peso dos seguintes elementos. Zr: 68,6; Y: 5,8 e O: 25,6. Onde foram identificadas as fases tetragonal e cúbica da zircônia 3Y-TZP, ambas as fases cristalinas podem ser vistas nos dois picos mais altos, e nos picos menores pode ser identificado somente a fase tetragonal.

Gráfico 6 - Difração de Raios X grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO

Fonte: Elaboração própria.

5.2.3 Densidade e porosidade

Utilizando o método de Arquimedes e a picnometria de Hélio foi possível calcular a densidade aparente e relativa, bem como a porosidade aparente e relativa dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO conforme a Tabela 2.

Tabela 2 - Dados de densidade obtidos pelo método de Arquimedes e picnometria de Hélio da zircônia dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO

Parâmetros Avaliados	Verde	ZZC	ZZUNI	ZZISO
Densidade aparente (g.cm ⁻³)	3,10	5,95	5,88	5,85
Densidade relativa (%)	49,5	96,2	95,1	94,6

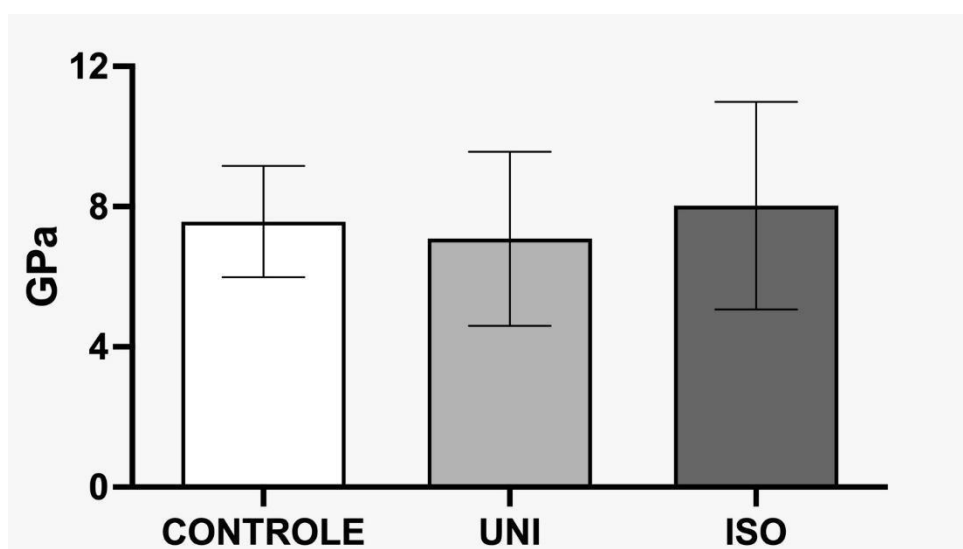
Porosidade aparente (%)	45,2	4,2	4,0	2,4
Porosidade total (%)	51,0	4,0	5,0	5,3

Fonte: Elaboração própria.

5.2.4 Dureza Vickers

O Gráfico 7 mostra os valores de dureza dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO, onde a média do grupo ZZC foi $7,59 \pm 1,57$ GPa, a do ZZUNI foi $7,08 \pm 2,48$ GPa e a do ZZISO foi $8,01 \pm 2,95$ GPa, sem diferença estatística entre os grupos.

Gráfico 7 - Valores de Dureza Vickers, em GPa, dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO

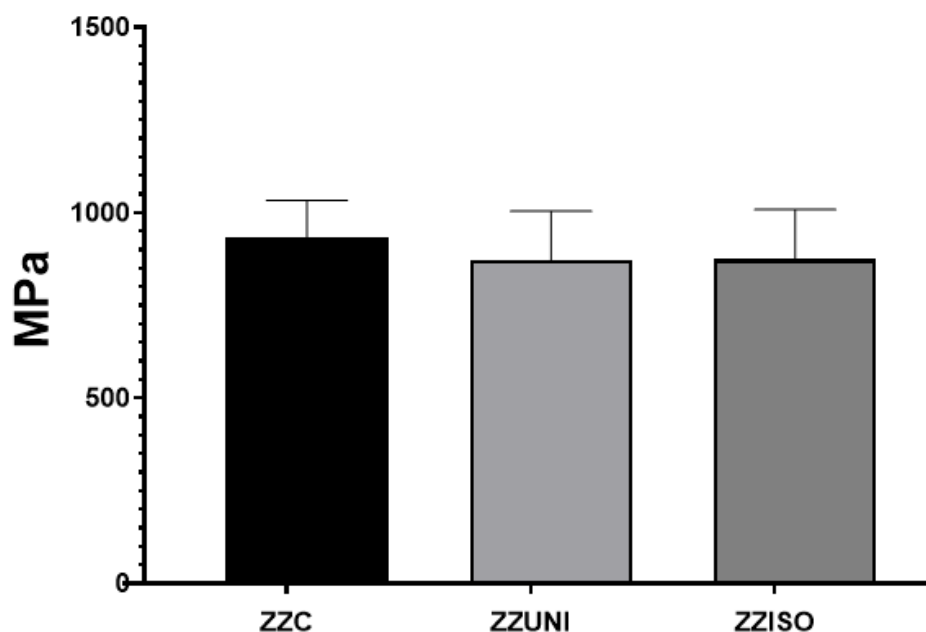


Fonte: Elaboração própria.

5.2.5 Resistência à flexão biaxial

O Gráfico 8 mostra os resultados de resistência à flexão biaxial em 15 corpos de prova dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO, onde a média do grupo ZZC foi de 931,5 MPa, a do ZZUNI foi 872,0 MPa e a do ZZISO foi 873,8 MPa, sem diferença estatística entre os grupos.

Gráfico 8 - Resistência à flexão biaxial, em dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO

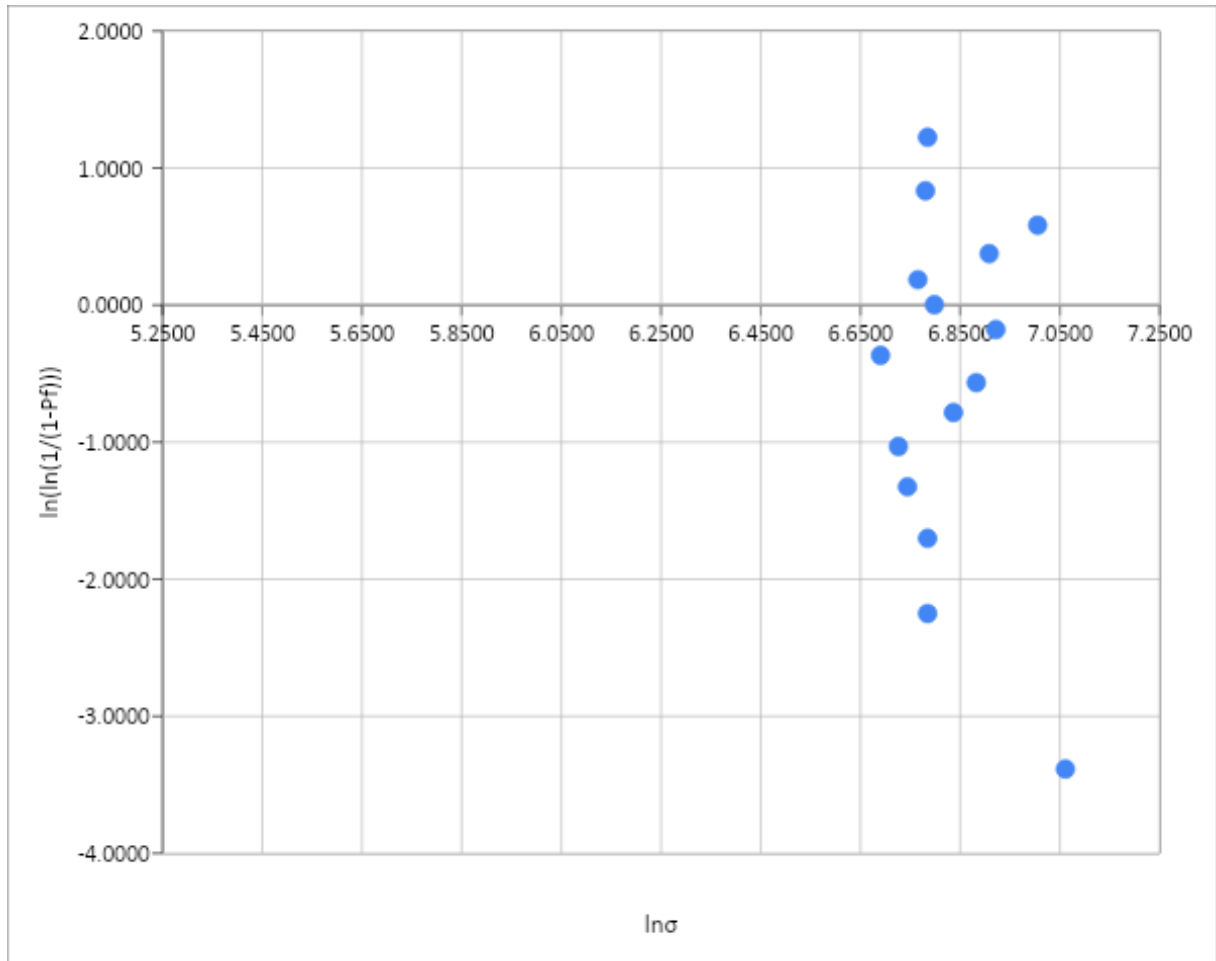


Fonte: Elaboração própria.

5.2.6 Módulo de Weibull

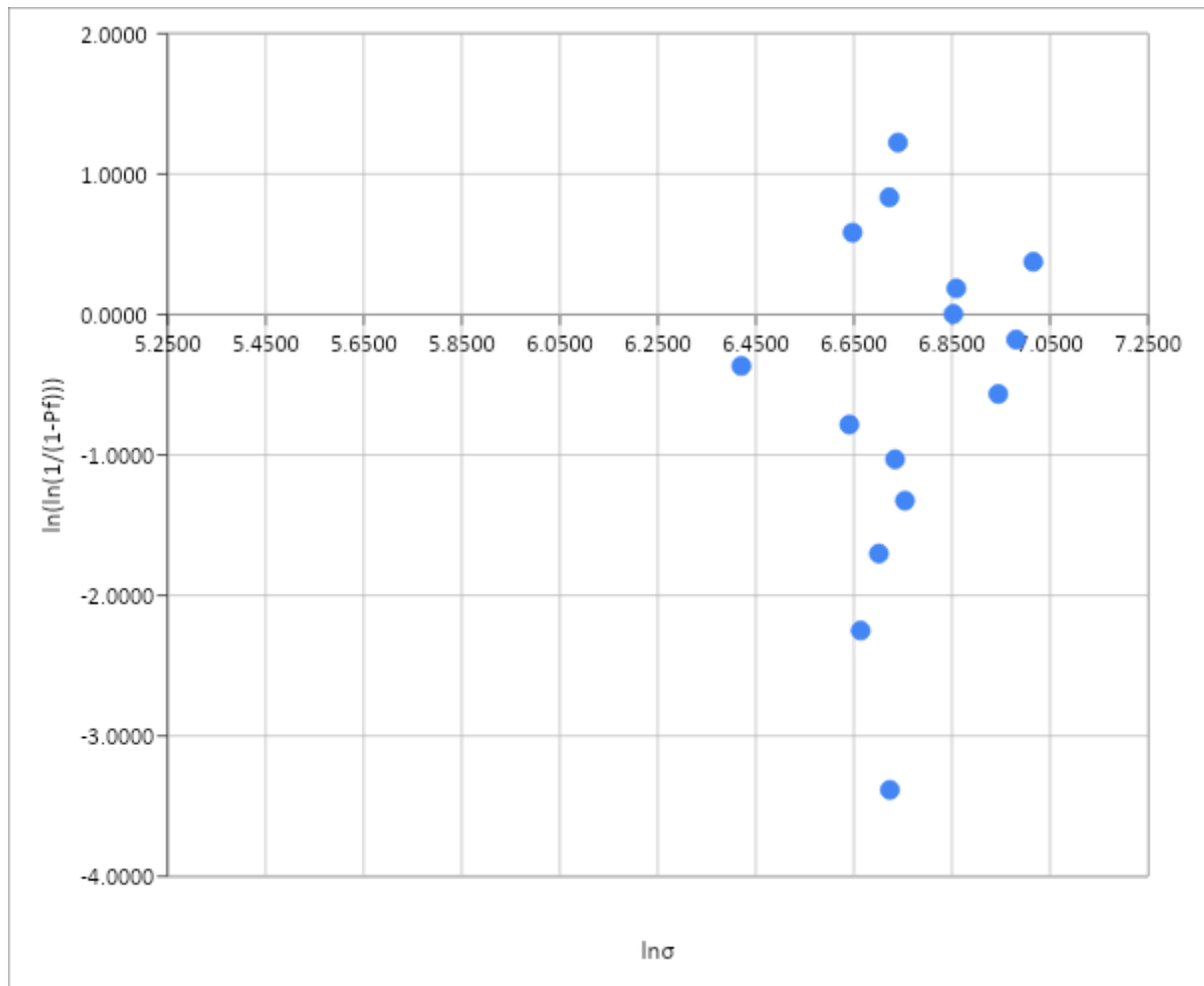
Os Gráficos 9, 10 e 11 mostram os pontos do módulo de Weibull em 15 corpos de prova dos grupos ZZC, ZZUNI e ZZISO, onde o valor do grupo ZZC foi 6,79, do grupo ZZUNI foi 6,85 e do grupo ZZISO foi 6,63.

Gráfico 9 - Módulo de Weibull do grupo ZZC.



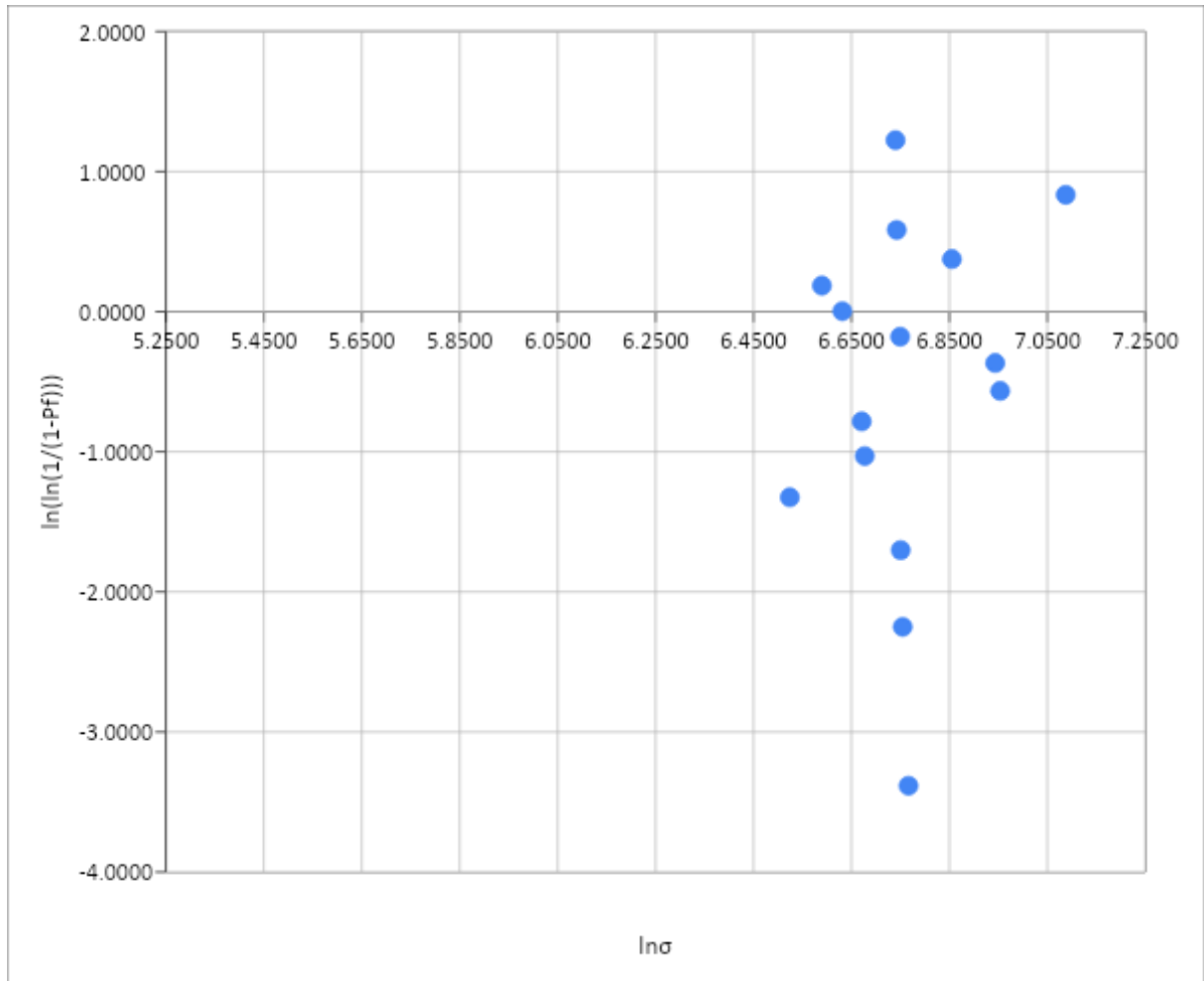
Fonte: Elaboração própria

Gráfico 10 - Módulo de Weibull do grupo ZZUNI



Fonte: Elaboração própria

Gráfico 11 - Módulo de Weibull do grupo ZZISO



Fonte: Elaboração própria

Os gráficos 9,10 e 11 mostram que o módulo de Weibull corroboram com outros resultados, nos quais grupos apresentam valores de m próximos um do outro, o que indica que as estruturas obtidas e o método de reciclagem e processamento produziram materiais confiáveis para a infraestrutura da odontologia

6 DISCUSSÃO

Frente aos resultados encontrados neste estudo, verificou-se que a metodologia de utilização do descarte de blocos fresados de zircônia para confecção de novos blocos, feito com moagem de 168 horas em um moinho de bolas, prensados uniaxialmente ou isostaticamente, pode ser empregada para o reaproveitamento de um material considerado nobre, visto que a hipótese nula foi aceita, ou seja, não há diferença significativa entre a zircônia obtida por fresamento e a zircônia reciclada.

A granulometria a laser (Gráficos 1, 2 e 3) permitiu comparar os efeitos do tempo de moagem em moinho de bolas nos tamanhos das partículas obtidas. Observou-se que, dentro do período estudado, quanto maior o tempo de moagem maior a quantidade de partículas menores. Essa razão tende a se estabilizar³³ a partir de 72 horas e a proporção ideal foi alcançada com 168 horas de moagem com tamanho médio de grãos de 0,43 μm , melhor resultado dentre os grupos. Watanabe citado por Grech e Antunes³⁶ diz que para manter a fase t os grãos devem estar na faixa de 0,2 μm a 0,6 μm , dependendo da quantidade de ítria de sua formulação; já em estudo de Eichler et al.²⁵ (2007), o tamanho de grão ideal para maximizar a resistência à fratura deve ser de 0,38 μm . Os tamanhos de grãos encontrados neste estudo estão na faixa ideal para o material, pois zircônia com grãos maiores de 1 μm são suscetíveis a transformação $t \rightarrow m$ de forma espontânea, enquanto zircônia com grãos menores que 0,2 μm perdem a capacidade de tenacificação por transformação de fase caso a quantidade de óxido de ítrio seja menor que 5% mol^{25,31,36}.

Quando se compara a microestrutura do grupo de 24 h observa-se uma falta de organização dos grãos, sendo possível notar a porosidade do material com aglomerações heterogêneas e grãos de tamanhos diversos, criando assim poros maiores. Conforme se aumenta o tempo de moagem, há uma homogeneização dos tamanhos de grãos e conseqüentemente uma melhor organização microestrutural, que reflete na densificação e diminuição de porosidade no material. Os resultados dos testes de granulometria e pela observação das imagens obtidas em

MEV mostram claramente que o melhor tempo de moagem foi o de 168 h, por apresentar os menores grãos e melhor microestrutura, sendo o tempo eleito para a realização dos grupos experimentais ZZUNI e ZZISO.

Os grupos ZZC, ZZISO e ZZUNI apresentaram as mesmas fases cristalinas, onde se observou óxido de zircônio e ítria na fase majoritária tetragonal, semelhante aos trabalhos de Silva et al.³¹ (2016) e Campos et al.⁴² (2023). Isso significa que a metodologia sugerida por este estudo para reciclar a zircônia não alterou os grupos experimentais referentes às fases presentes e não foram identificados agentes contaminantes em quantidade significativa, mantendo assim a pureza do material.

A microestrutura dos três grupos se organizou homogeneamente, com grãos de formato e tamanhos parecidos, no entanto, a zircônia reciclada frequentemente apresenta uma superfície mais irregular devido ao rearranjo das partículas durante a prensagem^{19,34,41}.

Os resultados do teste de dureza ficaram entre 7,59 GPa (grupo ZZC) e 8,01 GPa (grupo ZZISO). A literatura indica que a prensagem uniaxial pode resultar em uma distribuição de densidade desigual pelo corpo experimental^{32,36}, já a prensagem isostática realiza pressão distribuída uniformemente pela superfície e minimiza o gradiente de pressão, o que resulta em uma maior densidade e uma melhor homogeneidade do corpo compactado^{31,36} e explica o melhor resultado do grupo isostático nesse teste. Os resultados de densidade aparente corroboram com os resultados da dureza, tanto que a média de densidade aparente para o grupo ZZISO foi $5,85 \text{ g.cm}^{-3}$ e para o ZZUNI foi de $5,88 \text{ g.cm}^{-3}$. Yang et al.⁴² mostram que a zircônia reciclada tem a tendência de ter menor densidade que a zircônia comercial, devido ao fato de o formato dos grãos, mesmo após moagem, ser mais irregular, como observado nos resultados onde a densidade relativa de ZZC foi de 96,2 % e ZZISO foi de 94,6 %. Os resultados obtidos de densidade e porosidade assim como os resultados da dureza não tiveram diferença estatística.

A resistência à flexão da zircônia pode variar de acordo com o tipo de teste realizado, tempo e a temperatura de sinterização da zircônia, o tamanho dos grãos do material e o método de prensagem discutido

anteriormente^{31,39,41}. Neste trabalho os resultados de resistência mostram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Campos et al.⁴², que também propuseram uma metodologia para reciclagem de zircônia odontológica, porém com o pó colhido na fresadora e não o bloco fresado, e conseguiram resultados próximos aos deste trabalho ao utilizar zircônia reciclada infiltrada com vidro e sinterizada a 1450 °C e outro grupo sinterizado a 1550 °C. Dentro desse mesmo estudo os grupos não infiltrados ficaram na faixa de 471 e 569 MPa de acordo com a temperatura de sinterização. A diferença dos resultados entre os trabalhos pode ser explicada pela aplicação do moinho de bolas que diminuiu o tamanho dos grãos, melhorando a sua densidade e mostrando um efeito positivo na reciclagem da zircônia.

A metodologia apresentada de reutilização do material na produção de produtos odontológicos, também pode ser utilizada em setores alternativos, mantendo ainda seu alto valor agregado. Exemplos disso incluem joalheria e dispositivos eletrônicos/mecânicos de microescala, além da produção de revestimentos de barreira térmica e materiais refratários^{19,28}. Sugere-se para estudos futuros a realização de testes de fresabilidade, peças com geometrias mais complexas, testes microbiológicos e clínicos com esse material.

Apesar das vantagens de se utilizar a prensa isostática^{32,36}, deve se enfatizar que os resultados obtidos neste estudo mostram que não houve diferença estatística entre os grupos, portanto a utilização da prensa uniaxial, que é um equipamento mais rápido, barato e acessível pode ser empregada para a realização da prensagem de zircônia odontológica reciclada. Este estudo também mostra que a moagem em moinhos de bola é um método eficiente para diminuir os tamanhos dos grãos da zircônia. A metodologia adotada mostra-se promissora, por reaproveitar um material nobre e com possibilidades de uso em outras áreas da indústria de cerâmica.

7 CONCLUSÃO

Baseado na metodologia empregada foi possível concluir que o método de moagem e prensagem adotados foi capaz de produzir espécimes em zircônia reciclada com características equivalentes da zircônia fresada. Não houve diferença entre prensar uniaxialmente ou isostaticamente a frio.

REFERÊNCIAS*

1. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006; 27(4): 535-43.
2. Andreiuolo R, Gonçalves SA, Dias KRHC. A zircônia na odontologia restauradora. *Rev Bras Odon RJ*. 2011; 68(1): 49 – 53.
3. Alkharrat AR, Schmitter M, Rues S, Rammelsberg P. Fracture behavior of all-ceramic, implant-supported, and tooth-implant-supported fixed dental prostheses. *Clin Oral Investig*. 2018; 22(4):1663-73.
4. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999; 20(1): 1-25.
5. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008; 24(3): 299 – 307.
6. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming ceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(2):130 – 51.
7. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater*. 2004; 20(5): 441-8
8. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004; 20(5): 449-56.
9. White SN, Miklus VG, McLaren EA, Lang LA, Caputo AA. Flexural strength of a layered zircônia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*. 2005; 94(2): 125 – 31
10. Wang H, Aboushelib MN, Feizer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia Frameworks. *Dent Mater*. 2008; 24(5): 633 – 8
11. Hannink RJH, Kelly PM, Muddle BC. Transformation Toughening in Zircônia-Containing Ceramics. *J Am Ceram. Soc*, 2000. 83(3): 461-87

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

12. Anusavice KJ. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2012; 28(1): 102-11.
13. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int.* 2017; 48(5): 369-80
14. Rekow D, Thompson VP. Near-surface damage-a persistent problem in crowns obtained by computer-aided design and manufacturing. *Proc Inst Mech Eng H:* 2005; 219(4): 233-43.
15. Abduo J, Lyons K, Bennamoun M. Trends in computer-aided manufacturing in prosthodontics: a review of the available streams. *Int. J. Dent.* 2014; 2014:783948.
16. Abduo J, Lyons K. Rationale for the use of CAD/CAM technology in implant prosthodontics. *Int J Dent.* 2013; 2013:768121.
17. Beuer F, Schweiger J, Edelhoff D. Digital dentistry: an overview of recent developments for CAD/CAM generated restorations. *Br Dent J.* 2008; 106(9):505-11.
18. Tao, J., Chen, Z., Yu, S., Liu, Z. Integration of life cycle assessment with computer-aided product development by a feature-based approach. *J. Clean. Prod.* 2017; 143:1144-1164.
19. Gouveia PF, Schabbach LM, Souza JCM, Henriques B, Labrincha JA, et al. New perspectives for recycling dental zirconia waste resulting from CAD/CAM manufacturing process. *J Clean Prod.* 2017; 152 (1): 454 – 463.
20. Shahid M, Ferrand E, Schreck E, Dumat C. Behavior and impact of zirconium in the soil-plant system: plant uptake and phytotoxicity. *Rev Environ Contam Toxicol.* 2013; 221:107-27.
21. Gediga, J., Morfino, A., Finkbeiner, M. et al. Life cycle assessment of zircon sand. *Int J Life Cycle Assess.* 2019; 24, 1976–84.
22. Brasil. Lei 12.305, de 2 de Agosto de 2010. Política Nacional de Resíduos Sólidos. *Diário Oficial da União* 03 Ago 2010; 147:3
23. Nações Unidas Brasil. Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS): 9 indústria, inovação e infraestrutura. Brasília, DF.: ONU; [200-] [acesso em: 10 março 2024]. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/sdgs/9>.
24. Nações Unidas Brasil. Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS): 12 consumo e produção responsáveis. Brasília, DF.: ONU; [200-] [acesso em: 10 março 2024]. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/sdgs/12>.

25. Eichler J, Rödel J, Eisele U, Hoffman M. Effect of grain size on mechanical properties of submicrometer 3Y-TZP: fracture strength and hydrothermal degradation. *J Am Ceram Soc* 2007; 90(9): 2830–6.
26. Kamiya M, Mori Y, Kojima T, Sasai R, Itoh H. Recycling process for yttria-stabilized tetragonal zirconia ceramics using a hydrothermal treatment. *J Mater Cycles Waste Manag.* 2007; 9: 27–33.
27. Khamman O, Wongmaneerung R, Chaisan W, Yimnirun R, Supon A. Preparation of perovskite nanopowders by vibro-milling technique. *J Alloys Compounds.* 2008; 456: 492–497.
28. Garcia E, Mesquita-Guimarães J, Miranzo P, Osendi M, Porous Mullite and Mullite-ZrO₂ Granules for Thermal Spraying Applications. *Surface and Coatings Technology.* 2011; 205: 4304–11.
29. Pereira GK, Amaral M, Simoneti R, Rocha GC, Cesar PF, Valandro LF. Effect of grinding with diamond -disc and -bur on the mechanical behavior of a Y -TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 37: 133–40.
30. Osman RB, Swain MV. A Critical Review of Dental Implant Materials with an Emphasis on Titanium versus Zirconia. *Materials (Basel).* 2015; 5; 8(3):932–58.
31. Silva L, Acchar W, Silva VM. Study of the sintering dental ceramic waste from ZrO₂-Y₂O₃ system. *MSF.* 2016; 881: 392–7.
32. Silva YBF, Acchar W, Silva VM. Feasibility study of zirconia waste recycling obtained during the machining of single and multiple dental prosthesis. *Mater Sci Forum.* 2016; 881: 387–91.
33. Sriboonpeng C, Nonkumwong J, Srisombat L, Ananta S. Effect of vibro-milling time on phase transformation and particle size of zirconia nanopowders derived from dental zirconia-based pre-sinter block debris. *Warasan Khana Witthayasat Maha Witthayalai Chiang Mai.* 2017; 44: 1100–12.
34. Cossu CMFA, Pais Alves MFR, de Assis LCL. Magnago RdO, de Souza JVC, dos Santos C. Development and characterization of Al₂O₃ -ZrO₂ composites using ZrO₂ (Y₂O₃)-recycled as raw material. *MSF.* 2018; 912: 124–9.
35. Hovakhti A, Alhavaz A, Qujeq D, Gholinia H, Enderajemi SAA, Pezeshki S, Firouzmanesh P. Zirconia recycling and evaluating the effect of wet and dry grinding, with or without heat treatment, flexural strength of this ceramic. *Annals of Dental Specialty.* 2018; 6: 250–5.

36. Grech J, Antunes E, Zirconia in dental prosthetics: A literature review, *J. of Materials Research and Technology*, 2019; 8(5): 4956-64
37. El-Eskandarany MS, Al-Hazza A, Al-Hajji LA, Ali N, Al-Duweesh AA, Banyan M, Al-Ajmi F. Mechanical Milling: A Superior Nanotechnological Tool for Fabrication of Nanocrystalline and Nanocomposite Materials. *Nanomaterials (Basel)*. 2021 24; 11(10): 2484
38. Montalván-Olivares DM, Santana CS, Velasco FG, Luzardo FHM, Andrade SFR, Ticianelli RB et al. Contaminação multielementar em solos de grandes áreas de mineração no nordeste do Brasil. *Environ Geochem Health*. 2021; 43: 4553–76.
39. Ding H, Tsoi JKH, Kan C, Matinlinna JP. A simple solution to recycle and reuse dental CAD/CAM zirconia block from its waste residuals. *J Prosthodont Res*. 2021; 65: 311–20.
40. Cordeiro VV, Rodrigues AM, Costa FP, Cartaxo JM, Lira HL, Menezes RR. The harnessing of the waste arising from Y-TZP dental ceramics manufactured by CAD/CAM to be used as alternative dental materials. *Ceram Int*. 2022; 48: 36149-55
41. Yang H, Lu Z, Yang S, Cheng H, Yu H. Effects of powder size and presintering heating rate on dental recycled zirconia. *Zhonghua kou Qiang yi xue za zhi*. 2022; 57: 516-22
42. Campos TMB; dos Santos C; Alves LMM; Benalcazar-Jalkh EB; Strazzi-Sahyon HB; et al. Minimally processed recycled yttria-stabilized tetragonal zirconia for dental applications: Effect of sintering temperature on glass infiltration. *JOUR*. 2024; 150: 106311
43. ISO 6872:2015. Dentistry – ceramic materials. *Int Organ Standardization* 2015; 2015.

**Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 2 anos após
a data de defesa
(Direitos de publicação reservado ao autor)**

Araraquara, 5 de julho de 2024.

Ana Clara Bortolucci Saggioro