



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

LARISSA MARCIA MARTINS ALVES

**RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL, RUGOSIDADE E
DUREZA DE ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS: efeito da
infiltração de sílica pelo método sol-gel e da simulação do
desgaste fisiológico**

2016

LARISSA MARCIA MARTINS ALVES

**RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL, RUGOSIDADE E DUREZA DE
ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS: efeito da infiltração de sílica pelo método
sol-gel e da simulação do desgaste fisiológico**

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

Orientadora: Profa. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

Coorientador: Dr. Tiago Moreira Bastos Campos

São José dos Campos

2016

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2016]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Alves, Larissa Marcia Martins

Resistência à flexão biaxial, rugosidade e dureza de zircônias monolíticas: efeito da infiltração de sílica pelo método sol-gel e da simulação do desgaste fisiológico / Larissa Marcia Martins Alves. - São José dos Campos : [s.n.], 2016.

87 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2016.

Orientadora: Renata Marques de Melo

Coorientador: Tiago Moreira Bastos Campos

1. Materiais dentários. 2. Cerâmica. 3. Zircônia. 4. Dureza. 5. Rugosidade. I. Melo, Renata Marques de, orient. II. Campos, Tiago Moreira Bastos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Tiago Moreira Bastos Campos (Coorientador)
Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA)
Campus de São José dos Campos

Tarcísio José de Arruda Paes Júnior
Universidade Estadual Paulista (Unesp)
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Frederico dos Reis Goyatá
Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG)
Faculdade de Odontologia
Campus de Belo Horizonte

São José dos Campos, 20 de dezembro de 2016

Agradecimentos

Agradeço primeiramente à Deus, pela vida, por estar sempre no meu caminho, iluminando e guiando às escolhas certas.

À minha família pela confiança, amor e incentivo, ensinando-me a persistir nos meus objetivos e ajudando a alcançá-los.

Ao meu namorado Camilo Müller, por todo apoio e carinho, não medindo esforços para me ajudar e por estar ao meu lado sempre.

À minha Orientadora Professora Dra. Renata Marques de Melo Marinho. Por toda paciência, pelos conhecimentos transmitidos, por confiar e acreditar em meu potencial, por sua dedicação. Eu só tenho motivos para te agradecer e saiba que considero um presente de Deus tê-la como minha Orientadora.

Ao meu Coorientador Dr. Tiago Campos por todas as orientações, toda ajuda e por me guiar na realização desse trabalho.

Ao Professor Dr. Frederico dos Reis Goyatá, por quem tenho muita admiração e carinho, que me mostrou os primeiros passos da pesquisa científica e marcou uma importante presença em minha vida acadêmica.

Ao Professor Tarcísio José de Arruda Paes Júnior, com quem tive o prazer de estar mais perto durante esse ano, através do PROEX, obrigada pelos ensinamentos, paciência, colaboração e pelas considerações realizadas.

Às minhas queridas amigas Gabriela Ramos, Dominique Toyama, Nathália Ramos, Patrícia Contreras e Lígia Yamamoto minha eterna gratidão pelo acolhimento, por estarem do meu lado e pela ajuda incondicional.

À minha grande amiga Tatiana Kunihiro, minha amiga de república e vida, que esteve comigo nos meus primeiros passos na graduação e pesquisa, obrigada por tudo.

Aos amigos de turma: Aline Barcellos, Aline Firmino, Amanda Dal Piva, Gabriela Nishioka, Jéssica Dias, João Paulo Tribst, Rodrigo Diniz, Eliseo Chun, obrigada pela amizade.

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

Ao Professor Ivan Balducci, por toda atenção e dedicação em me ajudar na fase da estatística, pelas conversas, carinho e convivência durante o curso.

Ao Professor Dr. Marco Antônio Bottino, nosso exemplo de profissional, obrigada por todos os ensinamentos e pela confiança depositada em mim.

Aos Professores Dra. Laís Regiane Concilio e Professor Dr. Rubens Nisie Tango, pelas contribuições e ajuda na realização desse trabalho.

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp, na pessoa de seu Diretor, Professor Titular Estevão Tomomitsu Kimpara.

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

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

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

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), em nome do Professor Dr. João Paulo Machado pela grande colaboração durante a execução desse trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo Bolsa concedida no início deste curso.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo apoio financeiro concedido (Processo Fapesp nº 2015/11405-7).

À empresa Cerâmica Chiarotti, que gentilmente contribuiu para a realização deste trabalho.

À empresa VITA Zahnfabrik, que doou as cerâmicas para a realização deste estudo.

E por fim, agradeço a todos que estiveram comigo no caminhar da minha pós-graduação, afinal não podemos nos esquecer que conquistas não são feitas sozinhas, mas sim através do apoio e da presença de pessoas que nos querem bem. Meu sincero agradecimento a todos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	07
LISTA DE TABELAS.....	11
RESUMO.....	13
ABSTRACT	14
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
3 PROPOSIÇÃO	30
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	31
4.1 Preparação das Amostras.....	31
4.1.1 Preparação dos Discos de Zircônia.....	31
4.1.2 Preparação do Ácido Silícico para as amostras infiltradas.	34
4.2 Simulação do desgaste fisiológico	36
4.3 Análise de Difração de Raios X (DRX)	38
4.4 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV e FEG).....	38
4.5 Perfilometria e Rugosidade	39
4.6 Análise de Dureza.....	39
4.7 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial.....	41
4.8 Análise fractográfica	43
4.9 Análises Estatísticas	43
5 RESULTADOS.....	45
5.1 Análise de Difração de Raios X (DRX)	45
5.2 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV e FEG).....	49

5.3 Perfilometria Óptica e Rugosidade.....	57
5.3.1 Perfilometria Óptica	57
5.3.2 Rugosidade	59
5.4 Dureza.....	64
5.4.1 Estatística Descritiva.....	64
5.4.2 Estatística Inferencial	65
5.5 Análise do desgaste do antagonista.....	66
5.6 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial e análise de Weibull	66
5.7 Análise fractográfica	69
6 DISCUSSÃO	73
7 CONCLUSÃO	78
REFERÊNCIAS	79

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Micrografias de zircônias monolíticas	16
Figura 2- Passos para confecção dos cilindros de zircônia.....	31
Figura 3- Cilindro posicionado a máquina de corte (Isomet).	32
Figura 4- Discos de zircônia YZ HT pré-sinterizados com 1,5 mm de espessura.	32
Figura 5- Amostras tratadas	33
Figura 6- Distribuição das amostras nos grupos	34
Figura 7- Discos de zircônia pré-sinterizados imersos em solução de ácido silícico.....	36
Figura 8- Dimensões do antagonista em esteatita, com um chanfro de 2 mm ...	37
Figura 9- Máquina de simulação do desgaste fisiológico	37
Figura 10- Representação da impressão residual deixada pelos penetradores ...	40
Figura 11- Ensaio de flexão biaxial	42

Figura 12- Difratoogramas de raios X de uma amostra de cada grupo	46
Figura 13- Gráfico de Rietveld para o refinamento da amostra HT	47
Figura 14- Gráfico de Rietveld para o refinamento da amostra PSD	47
Figura 15- Difratoogramas de raios X de uma amostra de cada grupo desgastado	49
Figura 16– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de uma amostra glazeada	50
Figura 17- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras polidas	52
Figura 18– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras infiltradas	53
Figura 19– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras glazeadas com desgaste	54
Figura 20– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras polidas com desgaste	55
Figura 21– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras infiltras com desgaste.	56

Figura 22– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D representando a topografia de superfície das amostras glazeadas.....	57
Figura 23– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D, representando a topografia de superfície das amostras infiltradas	58
Figura 24– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D, representando a topografia de superfície das amostras polidas.....	58
Figura 25- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Ra segundo os grupos	59
Figura 26- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Rz segundo os grupos.	60
Figura 27- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Rq segundo os grupos	60
Figura 28- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de HV segundo os grupos	64
Figura 29- Gráfico de Weibull para os dados de resistência à flexão biaxial em MPa.....	68
Figura 30- Imagem das fraturas dos discos em 2 até 6 partes	69
Figura 31- Superfície de fratura de uma amostra do grupo PSD	69

Figura 32- Superfícies de fratura de uma amostra do grupo PCD	70
Figura 33- Superfície de fratura de uma amostra do grupo GSD	70
Figura 34- Superfície de fratura de uma amostra do grupo GCD	71
Figura 35- Superfície de fratura de uma amostra do grupo ISD	71
Figura 36- Superfície de fratura de uma amostra do grupo ICD	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Quantificação das fases presentes para as zircônias sem tratamento (HT) e polida (PSD).....	48
Tabela 2- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (Ra) obtidos segundo os grupos	61
Tabela 3- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Ra) obtidos segundo os grupos	62
Tabela 4- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (Rz) obtidos segundo os grupos	62
Tabela 5- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Rz) obtidos segundo os grupos	63
Tabela 6- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (Rq) obtidos segundo os grupos	63
Tabela 7- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Rq) obtidos segundo os grupos	64
Tabela 8- Estatística inferencial dos dados de dureza (HV) na ausência de desgaste, obtidos segundo os grupos.....	65

Tabela 9- Estatística inferencial dos dados de dureza (HV) na presença de desgaste, obtidos segundo os grupos.....	66
Tabela 10- Dados de resistência à flexão biaxial e análise de Weibul	67

Alves LMM. Resistência à flexão biaxial, rugosidade e dureza de zircônias monolíticas: efeito da infiltração de sílica pelo método sol-gel e da simulação do desgaste fisiológico [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2016.

RESUMO

Este estudo avaliou as propriedades mecânicas (resistência à flexão biaxial e dureza) e de superfície (rugosidade) da zircônia monolítica infiltrada com sílica, glazeada, ou polida. Foram confeccionados 198 discos de zircônia (14 mm de diâmetro, 1,2 mm de espessura). As amostras foram polidas com lixas de SiC #1200 e divididas em três grupos principais (n=66). No primeiro, os discos foram infiltrados com sílica, no segundo foram glazeados e no terceiro foram polidos com borrachas abrasivas. Após isso, foram divididos em dois subgrupos (n=33), nos quais somente um de cada tratamento foi submetido a simulação do desgaste fisiológico com esteatitas. Em seguida, as amostras foram submetidas a análises de rugosidade, dureza e ao ensaio de flexão biaxial (ISO 6872) em água. Também foram realizadas análises de difração de raios-X. Os valores de resistência (MPa) foram ranqueados e submetidos a análise de Weibull para cálculo de módulo e resistência característica dos materiais (IC 95%). As amostras também foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura para a visualização do desgaste. Os difractogramas mostraram que os tratamentos, *glaze* e infiltrado não induziram a transformação de fase, assim como o desgaste, porém o polimento induziu a formação de uma fase cúbica comprimida na superfície. A MEV mostrou as superfícies das amostras, com a formação de estrias nas amostras polidas, silicato de zircônia nas infiltradas e irregularidades nas glazeadas. Também foi possível verificar a remoção do tratamento de superfície após a simulação do desgaste. O *glaze* apresentou rugosidade e dureza superior, com diferença significativa, comparado aos demais tratamentos, quando não houve desgaste. Nos grupos com desgaste não houve diferença significativa. Nos resultados do teste de flexão, o grupo que apresentou a maior média foi o polido sem desgaste e após a realização da análise de Weibull, não houve diferença significativa entre eles.

Palavras-chave: Materiais dentários. Cerâmica. Zircônia. Dureza. Rugosidade.

Alves LMM. Biaxial flexural strength, roughness and hardness of monolithic zirconias: effect of silica infiltration by sol-gel method and physiological wear simulation [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2016.

ABSTRACT

This study evaluated the mechanical properties (biaxial flexural strength and hardness) and surface properties (roughness) of infiltrated, glazed or polished monolithic zirconia. 198 zirconia discs were prepared (14 mm diameter, 1,2 mm thickness). The specimens were polished with SiC abrasive paper #1200, and then specimens were divided into three main groups (n=66). In the first, the discs were infiltrated with silica, in the second were glazed and and in third were polished with abrasive rubbers. Thereon, were divided into two subgroups (n=33), in which only one group of each treatment was subjected to wear with steatite, in order to simulate the physiological wear. The specimens were then subjected to roughness analysis, hardness and biaxial bending test (ISO 6872) immersed in water. The groups were evaluated by x-ray diffraction (XRD). The strength values (MPa) were ranked and subjected to Weibull analysis to calculate the Weibull modulus and characteristic strength of the material (CI 95%). The samples were also analyzed by SEM to visualize the wear. In the XRD, it was showed that the treatments did not induce phase transformation as well as wear, however the polishing induced the formation of a compressed cubic phase on the surface. SEM showed the surfaces of the samples with grooves formation on polished, zirconium silicate on infiltrated and irregularities on glazed. It was also possible to verify the removal of surface treatment after simulated wear. The glaze showed higher roughness amd hardness, with a significant difference compared to the other treatments, when there was no wear. In groups with wear there was no significant difference. The results of the bending test, the group with the highest average was polished without wear and after the Weibull analysis, there was no significant difference among them.

Keywords: Dental materials. Ceramics. Zirconia. Hardness. Roughness.

1 INTRODUÇÃO

As coroas metalocerâmicas foram utilizadas por muito anos com uma opção de tratamento para dentes com grande comprometimento estrutural ou como próteses fixas. O metal proporciona grande resistência à fratura, porém não é estético. Pesquisas na Odontologia mostraram que alguns materiais cerâmicos podem substituir com sucesso as ligas metálicas (Potiket et al., 2004; Fischer et al., 2008; Biscaro et al., 2013), assim surgiram as restaurações livres de metal.

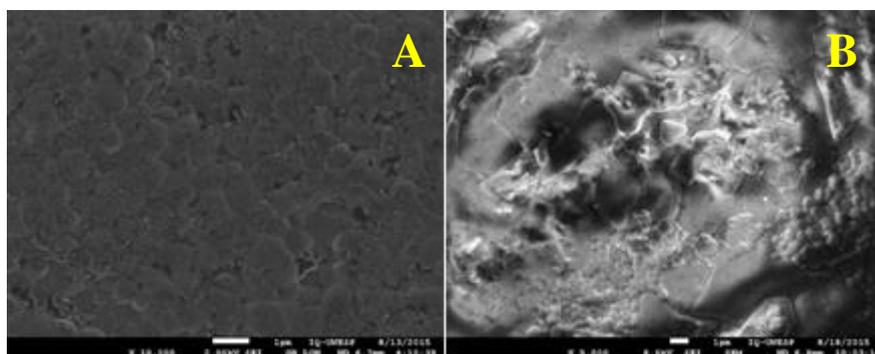
Dentre os materiais estéticos cerâmicos, a zircônia é a que apresenta maior resistência e alta tenacidade à fratura (Piconi, Maccauro, 1999). Apresenta como vantagem o mecanismo de tenacificação por transformação martensítica de fase tetragonal para monoclinica que ocorre quando, sob tensão, tensões de compressão geradas pelo aumento de volume de aproximadamente 3% inibem a propagação de uma trinca (Chevalier et al., 2009).

Em restaurações bilaminadas com infraestrutura em zircônia, tem-se um revestimento estético com propriedades ópticas semelhantes ao dente natural (cerâmica feldspática). Devido a diferenças de coeficientes de expansão térmica (CET) entre os dois materiais e à baixa condutividade da zircônia, falhas clínicas como lascamento ou soltura da porcelana são comuns (Swain, 2009).

Por isso, estudos buscam um material que seja ao mesmo tempo resistente e estético e elimine as diferenças entre os materiais, diminuindo a susceptibilidade de falhas. A zircônia monolítica surgiu para contornar as limitações das restaurações recobertas. Sua principal vantagem foi eliminar o elo fraco constituído pela cerâmica de cobertura. Apesar disso, os desafios como a baixa adesão aos cimentos resinosos, potencial para desgaste do antagonista e degradação em baixa temperatura persistem.

Em estudo preliminar (Campos et al., 2016) do presente grupo de pesquisa foi realizada a infiltração de sílica em uma zircônia pré-sinterizada comercial, em temperatura ambiente. A formação de uma camada de sílica sobre a zircônia não reduziu sua resistência, manteve o mecanismo de tenacificação e aumentou a homogeneidade estrutural (Figura 1).

Figura 1- Micrografias de zircônias monolíticas



Legenda: zircônias monolíticas: não infiltrada (A) e infiltrada (B). A zircônia convencional apresenta grãos em evidência e a infiltradas apresenta os grãos recobertos por filme de sílica.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A zircônia foi infiltrada de forma simples, com baixo custo pelo método conhecido como sol-gel. Esse método consiste na síntese de materiais por via química com hidrólise e condensação de sóis, formando um gel que serve como precursor cerâmico. O gel pode ser seco em temperatura não muito alta e infiltrado nas porosidades de outra cerâmica (Miyamoto et al., 1999).

A principal vantagem da zircônia infiltrada é a melhora na distribuição das tensões e a proteção contra a degradação em baixa temperatura (Zhang Y, Kim, 2009, 2010).

As zircônias monolíticas podem apresentar diferentes características de superfície e propriedades que influenciam no seu comportamento, como potencial de desgaste do antagonista e dureza (Amer et al., 2014; Kim et al., 2012). A dureza dos materiais dentários está relacionada à sua abrasividade e a resistência ao

desgaste, mas estudos têm demonstrado outros fatores que influenciam as propriedades de desgaste de uma cerâmica, tais como microestrutura, porosidade, rugosidade de superfície e meio ambiente (Faria et al., 2014).

Stober et al. (2014), estudaram o desgaste de esmaltes opostos a coroas de zircônias monolíticas e dentes naturais e concluíram que o maior desgaste está associado às coroas de zircônia. Porém, sua aplicação clínica é justificável porque a quantidade de desgaste do esmalte antagonista após 6 meses foi comparável, ou mesmo inferior, ao desgaste causados por outros materiais.

Sabe-se que as restaurações em zircônia são recobertas com *glaze*, sobretudo para prevenir a degradação hidrotérmica lenta do material (Valentino et al., 2012). Contudo, um estudo mostrou que o desgaste provocado em uma hidroxiapatita sintética foi mais severo quando o antagonista foi a zircônia glazeada, do que quando a zircônia foi apenas polida, mas a exposição desse material em boca sem qualquer recobrimento ainda deve ser vista com precaução (Sabrah et al., 2013). O desgaste provocou dano significativo na cobertura de *glaze*.

Janyavula et al. (2013), analisaram a rugosidade e o desgaste de zircônias com diferentes tratamentos: polidas, glazeadas, polidas e glazeadas. Foi utilizado como antagonista o esmalte humano. Eles concluíram que a zircônia polida é preferível à zircônia glazeada; e, se a prótese exige estética, é aconselhável polir a superfície antes de glazear.

Este estudo avaliou as propriedades mecânicas (resistência à flexão biaxial e dureza) e de superfície (rugosidade) da zircônia monolítica infiltrada ou glazeada, após a simulação do desgaste fisiológico. As hipóteses serão de que zircônias monolíticas infiltradas com sílica pelo método sol-gel apresentam melhores propriedades após simulação de desgaste fisiológico e menor dano ao antagonista do que a zircônia glazeada. Análises complementares como estudo

das superfícies fraturadas e microestrutura das zircônias também foram realizadas para melhor compreensão dos resultados.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Por muito tempo as próteses metalocerâmicas foram a única opção de tratamento para dentes anteriores com comprometimento estrutural ou estético. Porém, com o passar do tempo eventualmente, o metal sofria oxidação, formando um alo escuro na cervical das restaurações, comprometendo a estética do sorriso e a satisfação do paciente.

Com a busca de um material restaurador estético, foram propostos vários sistemas cerâmicos, tendo em vista que a condição primordial da estética está associada a qualidade dos tecidos moles que ficarão em contato com próteses parciais fixas, e serão influenciados por dois fatores: o biótipo gengival e o material restaurador. Restaurações livres de metal, permitem, preservar a cor do tecido mole de forma semelhante ao dente natural, se comparada a metalocerâmicas (Jung et al., 2007).

Quando comparada as cerâmicas existentes, a zircônia é a que apresenta as melhores propriedades mecânicas, permitindo ao clínico a confecção de próteses parciais fixas em dentes posteriores com redução substancial na espessura do coping. Estes recursos são importantes na elaboração das próteses, onde a resistência e a estética são fundamentais (Denry, Kelly, 2008).

A zircônia é um policristalino que apresenta três fases alotrópicas: monoclinica, tetragonal e cúbica. Além disso, apresenta um mecanismo de aumento de tenacidade à fratura, que acontece devido a transformação de fase tetragonal para monoclinica. Essa transformação pode promover um aumento do volume em média de 3% em áreas localizadas ao redor de micro-fissuras, que ocasiona tensões de compressão, a qual inibem ou dificultam a propagação da trinca (Chevalier et al., 2009).

Raigrodski, em 2004, analisaram em uma revisão de literatura, a evolução e o desenvolvimento de materiais e tecnologias para próteses parciais fixas em cerâmica. Concluíram que a maior parte dos sistemas são limitados às restaurações de dentes anteriores e pré-molares. Já, como opção de tratamento alternativo para substituir um dente, tanto na região anterior como na posterior, existem alguns sistemas que utilizam a zircônia, como o material para o coping. Além disso, tais sistemas são simples de manusear e proporcionam aos pacientes estética e restaurações funcionais.

Em restaurações bilaminadas livres de metal se tem uma infraestrutura confeccionada a partir de um material com altas propriedades mecânicas, como exemplo a zircônia, e um recobrimento com uma cerâmica mais estética. No entanto esses materiais apresentam diferentes coeficientes de expansão térmica (CET). Esta incompatibilidade entre a infraestrutura e a cerâmica de recobrimento geram tensões (DeHoff, Anusavice, 1998) que podem ocasionar falhas e o insucesso das restaurações. A fim de contornar as limitações das restaurações recobertas, surgiram as cerâmicas monolíticas, dentre elas a zircônia, que apresenta resistência e estética associadas.

Zhang Y et al. (2013) testaram a hipótese de que as cerâmicas monolíticas podem ser estéticas e apresentar resistência à fratura superior aos materiais usados com a mesma indicação e, com isso, contornar o processamento e desempenho inconvenientes de coroas de cerâmicas tradicionais, constituídas por um coping duro e forte com uma faceta de porcelana estética. Especificamente, para demonstrar que próteses monolíticas podem ser produzidas com uma reduzida susceptibilidade à fratura. Após os testes e análise dos resultados, notou-se que zircônias monolíticas têm resistência à fratura e resistência à flexão superiores aos seus homólogos revestidos, enquanto eles têm estética superior.

Johansson et al. (2014), estudaram a resistência à fratura de coroas confeccionadas com duas zircônias monolíticas, copings de zircônias monolíticas revestidas de porcelana e coroas de dissilicato de lítio monolítico. Eles concluíram que as zircônias puras apresentam uma resistência à fratura consideravelmente superior, comparada aos outros materiais e isto promove uma grande margem de segurança, tendo sua utilização clínica adequada para a maioria dos pacientes.

As cerâmicas monolíticas variam em propriedades e indicações. A dureza e a rugosidade são propriedades que influenciam no desgaste entre o antagonista e a prótese (Dupriez et al., 2015; Bai et al., 2016), sendo assim antes de selecionar o material, devemos conhecer suas propriedades e características, afim de conhecer o seu comportamento mecânico. Por isso a importância de se estudar os materiais, sua composição química e seu desempenho clínico, resultando em longevidade no tratamento.

Para estudar o comportamento de um material podemos submetê-los a testes clínicos, que expõe o material a uma real situação, porém, há uma limitação no controle de variáveis, como forças mastigatórias e condições bucais individuais (Condon, Ferracane, 1997).

Como alternativa, estudos *in vitro* são amplamente utilizados, sendo possível a simulação de situações como o desgaste fisiológico bucal, fadigas térmicas e mecânicas. Lambrechts et al. em 2006, analisaram os fatores que contribuem para o processo de desgaste fisiológico e os testes de simulações que buscam imitar as condições bucais mais utilizados na Odontologia. Dentre os fatores são citados: força, frequência, temperatura, lubrificação, ph e quantidade de ciclos, associados a testes de simulação de abrasão por escovação dental, desgaste clínico e desgaste entre materiais. Para os autores, dentre as diversas vantagens desse modelo de teste estão, a padronização e a possibilidade de

controlar inúmeras variáveis, sendo extremamente útil para demonstrar a propensão de um material ao desgaste.

Lawson et al. (2014), estudaram o desgaste entre duas cerâmicas: zircônia e dissilicato de lítio e seus tratamentos. As amostras foram divididas em grupos com diferentes tratamentos de superfície: ajuste oclusal (A); ajuste oclusal e polimento (AP); ajuste oclusal e *glaze* (AG), para as duas cerâmicas. Concluíram que a zircônia é mais resistente ao desgaste comparada ao dissilicato de lítio. Após o polimento, as duas cerâmicas apresentaram menor desgaste, e por isso é importante realizar o devido polimento após os ajustes das restaurações. Quando comparados os grupos AP e AG para a zircônia, o grupo com polimento apresenta menor desgaste ao antagonista do que o grupo glazeado.

Em 2014, Park et al. avaliaram o desgaste de três zircônias monolíticas e uma zircônia revestida com porcelana contra o esmalte humano. A Y-TZP da Zirkozahn foi tratada de três maneiras: um grupo recebeu polimento, outro polimento e coloração e o terceiro coloração e *glaze*. Foram confeccionadas oito amostras para cada grupo. Antes e após os desgastes, as amostras foram analisadas pelo MEV e foram mensuradas as rugosidades. Os desgastes foram realizados em uma máquina simuladora de mastigação, com as amostras posicionadas as contra cúspides de pré-molares. Foram realizados 240.000 ciclos, com uma carga de 49 N. Foi concluído que as zircônias puras suportam mais o desgaste do que a revestida, porque suas superfícies são mais uniformes e homogêneas. Entre os grupos com a mesma cerâmica e tratamentos diferentes, concluiu-se que o grupo que recebeu coloração e *glaze*, a abrasão foi significativamente maior do que os outros. No entanto, foi menos abrasivo do que a zircônia revestida com porcelana.

Mitov et al. (2012), avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície sobre o desgaste de uma zircônia contra o esmalte natural. Foram obtidas amostras com dimensões de 10 mm x 10 mm x 2 mm, de uma Y-TZP, que

foram distribuídos em quatro grupos (n=16), de acordo com os tratamentos: polido, grão de diamante fino, grão de diamante grosso e glazeado. Também foram obtidas amostras de uma cerâmica de vidro reforçada com leucita para o grupo controle. As amostras foram submetidas a um simulador de mastigação (Willytec), por 120.000 ciclos, com uma força de 5 Kg e como antagonista foram utilizadas cúspides de primeiros molares. Com isto, o desgaste das amostras e dos antagonistas foram analisados por perda de substância vertical com um scanner a laser, e a rugosidade de superfície também foi quantificada. Os resultados de rugosidade mostraram diferenças significativas entre os grupos ($p < 0,05$). Os resultados da análise de variância (ANOVA 1-fator) indicaram que o tratamento de superfície afeta o desgaste do esmalte. As amostras tratadas com grão de diamante grosso provocou maior desgaste ao antagonista, ao contrário dos polidos que apresentaram o menor desgaste, e não diferiram do grupo controle. Os autores concluíram que restaurações de zircônia devem ser bem polidas, após a realização de ajustes oclusais, e que o polimento reduz o desgaste do esmalte antagonista.

Chong et al. (2015), estudaram o efeito dos procedimentos laboratoriais e clínicos de acabamento da zircônia no desgaste do esmalte antagonista. Quarenta e oito amostras de zircônia foram preparadas e divididas em quatro grupos de acordo com o tratamento de superfície: polimento laboratorial (LP); polimento laboratorial e *glaze* (G); ajuste clínico com brocas (CA); ajuste com broca e polimento clínico (CAR). A rugosidade de cada grupo foi determinada usando um perfilômetro de contato. O teste de desgaste de dois corpos foi realizado utilizando um simulador de mastigação, as amostras foram submetidas a 120.000 ciclos em água destilada (frequência de 1.6 Hz, com 49 N). As perdas volumétricas e verticais do esmalte foram mensuradas por um scanner tridimensional a laser. Os resultados foram submetidos a análise estatística ANOVA e teste Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Não houve diferença estatística na perda volumétrica e vertical do esmalte

entre CAR, G e LP. O grupo ajuste e polimento clínico produziu menor perda de volume do antagonista do que o grupo que recebeu somente o ajuste clínico. Com isso, a realização do polimento de restaurações de zircônia após o ajuste clínico com brocas é eficaz na redução do desgaste antagonista.

Sun et al. (2016), investigaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície em uma zircônia. As amostras foram divididas em cinco grupos variando o tratamento de superfície: A) somente ajuste com broca, B) ajuste com broca e polimento, C) ajuste com broca, polimento e polimento com pasta diamantada, D) ajuste com broca e *glaze*, E) ajuste com broca, polimento e *glaze*. Como antagonista foram utilizadas cúspides vestibulares de pré-molares, em um simulador de desgaste com saliva artificial. A perda de volume do antagonista foi medida utilizando um scanner 3D. A superfície de desgaste foi observada com microscopia eletrônica de varredura para determinar as características de desgaste. Os grupos apresentaram diferença estatística quanto a perda de volume do antagonista ($p < 0,05$). O antagonista do grupo D apresentou a maior perda de volume ($[0,905 \pm 0,018]$ mm³) e o antagonista do grupo C, apresentou a menor. Com isso, concluiu-se que dentre os tratamentos para zircônia, o polimento promove uma menor perda de volume do antagonista do que o glazeado e, que polir com pasta diamantada pode diminuir ainda mais o desgaste do antagonista.

Em 2016, Nakashima et al., estudaram o desgaste de quatro cerâmicas contra o esmalte humano. As cerâmicas utilizadas foram: disilicato de lítio (e.max Press), leucita (GN-Ceram), zircônia estabilizada com ítria (Aadva Zr) e cerâmica feldspática (porcelana AAA). Foram realizados 100.000 ciclos em um simulador de desgaste de dois corpos. Após isso, determinou-se a perda de volume das amostras e do antagonista. A média e o desvio padrão para oito amostras foram calculadas e analisadas estatisticamente usando um teste não-paramétrico (Steel-Dwass) ($\alpha = 0,05$). O GN-Ceram apresentou maior perda de altura e volume,

comparado a feldspática. O dissilicato e a feldspática não apresentaram diferença significativa, enquanto a zircônia apresentou a menor perda de volume e altura. Após as análises do antagonista, não houve diferença estatística significativa entre os grupos, exceto para o grupo desgastado com zircônia, que resultou em valores mais baixos de perda de volume. Com isso, concluiu-se que dentre as cerâmicas avaliadas, a zircônia promove a menor perda de volume do antagonista.

Com o desgaste fisiológico, ocorre uma deterioração na superfície do dente ou material restaurador antagonista a prótese. Isso pode ocorrer por consequência do atrito decorrente da deglutição e de movimentos oclusais (Ghazal et al., 2008a). Sabendo dos efeitos que o desgaste dentário pode causar, Mundhe et al. em 2015, estudaram diferentes materiais dentários restauradores antagonistas ao esmalte natural. Foram avaliados e comparados coroas de zircônia, coroas metalocerâmicas e esmalte contra dentes naturais como grupo controle. Concluíram que as coroas de zircônia desgastam menos o esmalte antagonista quando comparadas às coroas metalocerâmicas.

Esmaltes dentários são utilizados como antagonistas em testes de desgaste, porém apresentam morfologias das estruturas diferentes, isso dificulta a padronização. Como alternativa, têm sido amplamente utilizada a esteatita (Ghazal et al., 2008b; Raja et al., 2014; Preis et al., 2013), que corresponde a um análogo do esmalte. É possível produzi-la com formas iguais, tornando a avaliação das propriedades de desgaste mais adequada.

Preis et al. (2011), estudaram o desgaste *in vitro* de zircônias e porcelanas contra diferentes antagonistas. O teste de desgaste de dois corpos foi realizado em um simulador de mastigação com esteatita e cúspides de esmalte. Foi utilizada força vertical de 50 N durante 120.000 ciclos ($F = 1,6$ Hz, movimento lateral: 1 mm, abertura da boca: 2 mm). A rugosidade de superfície foi mensurada e a profundidade de desgaste foi determinada usando um perfilômetro (Laserscan 3D,

Willytec, G). Foram utilizadas imagens de microscopia eletrônica de varredura (Quanta FEG 400, FEI, EUA) para avaliar o desgaste das cerâmicas e dos antagonistas. Nenhum desgaste foi encontrado para a zircônia. A porcelana apresentou desgastes entre $186,1 \pm 33,2 \mu\text{m}$ e $232,9 \pm 66,9 \mu\text{m}$ (antagonista de esteatita) e $90,6 \pm 3,5 \mu\text{m}$ e $123,9 \pm 50,7 \mu\text{m}$ (esmalte). O antagonista de esmalte apresentou rachaduras e alguns apresentaram fraturas no cume, independentemente de se opor a zircônia ou porcelana. A porcelana proporcionou maior desgaste do que a zircônia. Concluiu-se que o desgaste do antagonista à zircônia é menor do que o desgaste contra a porcelana.

Em 2015 um estudo de Preis et al., investigou as propriedades de superfície de duas zircônias monolíticas após procedimentos de ajuste oclusal e simulação de desgaste. Foram confeccionadas 10 amostras para cada grupo. As amostras foram sinterizadas e realizou-se ajustes com broca e em seguida foram polidas com 3 borrachas sequenciais. A cada etapa, duas amostras não passavam para o próximo tratamento e se realizavam nelas simulação de desgaste com esteatita ($d=10 \text{ mm}$) como antagonista, força de 25 N em movimentos circulares percorrendo 8 mm, totalizando 120.000 ciclos a uma velocidade de 20mm/s em meio aquoso. Foram realizados, testes de rugosidade de superfície (Ra), análise de EDX e difração de raios-X (DRX). As amostras também foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados apontaram que o ajuste com broca aumentou a rugosidade da zircônia e após o polimento reduziu. Com o MEV, os procedimentos de ajuste apresentaram imagens com profundos sulcos que foram suavizados por polimento. A análise de EDX mostrou que houve transferência de material entre antagonista e a zircônia, durante o desgaste. Desgaste não induziu transformação de fase, resultado após as medições de DRX. Com isso, demonstrou-se que o polimento adequado, reduz a rugosidade de

superfície da zircônia, apesar da rugosidade não ter influenciado a transformação de fase do material.

Kontos et al., em 2013, avaliaram a influência de tratamentos de superfície no desgaste de uma zircônia (Lava Multi, 3M ESPE). Para isso, confeccionou-se 50 amostras, que foram divididas em cinco grupos de acordo com o tratamento: a) sinterizado, b) sinterizado e jateado, c) desgastado com broca, d) desgastado com broca e polimento, e) desgastado com broca e *glaze*. A simulação do desgaste foi realizada em um aparelho de desgaste (Abrex), foram utilizadas esteatitas como antagonistas, com uma força de 5 N, 45° de inclinação, durante 5.000 ciclos, imersos água. A mensuração do desgaste foi realizada com um perfilômetro, que mediu a perda de altura do antagonista e a profundidade de desgaste da zircônia. Nos grupos a,b,c e d o valor de desgaste não pode ser determinado, pois foi menor que 1 mm. Já os valores de desgaste para os antagonistas foram semelhantes para os grupos a), b), c) e e), sendo o grupo glazeado mais abrasivo, porém com diferenças não significativas. O grupo polido apresentou um menor potencial de desgaste, comparado aos demais grupos. Concluíram que dentre os tratamentos de superfície testados para a zircônia, o polimento proporciona o menor desgaste ao antagonista.

Em um estudo recente (2016), Preis et al., investigaram o desgaste de cerâmicas após diferentes tratamentos de superfície. Foram obtidas 72 amostras de cada cerâmica: duas zircônias, uma porcelana e um dissilicato de lítio. As amostras foram submetidas aos tratamentos com *glaze*, desgaste com broca e polimento. Após cada tratamento, 24 amostras de cada grupo foram mantidas no tratamento obtido. Para o teste de desgaste foram utilizadas esferas de esteatita, com uma força de 50 N, 1,6 Hz de frequência, deslizando 1 mm, sob simulação de termociclagem (5/55°, 2 min/ciclo), a quantidade de ciclos variou de 40.000, 80.000 e 120.000. A rugosidade de superfície, a profundidade do desgaste e o

desgaste do antagonista foram determinados por um microscópio 3D. As zircônias apresentaram menores profundidades de desgaste, comparados com os outros materiais. Conforme o aumento do número de ciclos o desgaste aumentou para a porcelana e para o dissilicato de lítio, porém, para a zircônia o número de ciclos não influenciou no desgaste. Os autores também relataram que as superfícies polidas da zircônia apresentaram o menor desgaste do antagonista, sendo possível concluir que os tratamentos de superfície influenciaram no desgaste e que o polimento é o tratamento que promove menor desgaste.

Restaurações em cerâmica, frequentemente sofrem desgaste e/ou fraturam. Zhang Y et al. (2012a), estudaram a infiltração de vidro em zircônia e alumina. Após testes de flexão, foi possível concluir que alumina e zircônia infiltradas por vidro com um baixo módulo elástico apresentaram propriedades mecânicas 20% a 50% superiores comparados aos seus homólogos puros.

A falha em um material restaurador ocorre, em geral nas interfaces entre os diferentes materiais ou na superfície. Com o intuito de minimizar este problema, alguns autores estudaram a infiltração de vidro na zircônia. Essa modificação do material proporcionou uma melhora das propriedades mecânicas, reduziu as deformações e as fraturas e aumentou a união entre a zircônia e a cerâmica de cobertura (Zhang Y et al., 2012b; Chai et al., 2014).

Samodurova et al. (2015), investigaram o efeito da infiltração de alumina e sílica na resistência a degradação em baixa temperatura (LTD) de uma zircônia. Após envelhecidas as amostras foram avaliadas e os resultados mostraram que a alumina e / ou sílica em menores adições não alteraram drasticamente os tamanhos de grão, ou propriedades mecânicas da zircônia, mas reduziu significativamente a degradação em baixa temperatura. Contudo, verificou-se que os dois aditivos funcionam de maneira diferente, pois possuem mecanismos diferentes associados com a desaceleração do fenômeno da LTD da zircônia, mas

a sua combinação aumenta a resistência ao envelhecimento, sem reduzir a resistência à fratura desta cerâmica.

Porém, ainda não há relatos na literatura sobre a influência da interação da sílica com a zircônia sobre o desgaste do antagonista e a resistência à flexão biaxial após o desgaste simulado.

3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo tem como objetivo responder às seguintes hipóteses:

- a) as zircônias infiltradas por sílica pelo método sol-gel, glazeadas ou polidas possuem a mesma resistência à flexão, rugosidade de superfície e dureza;
- b) as zircônias infiltradas por sílica pelo método sol-gel, glazeadas ou polidas possuem a mesma resistência à flexão, rugosidade e dureza após a simulação do desgaste fisiológico;
- c) as zircônias infiltradas por sílica pelo método sol-gel, glazeadas ou polidas possuem o mesmo potencial de desgaste ao material análogo do esmalte.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparação das Amostras

4.1.1 Preparação dos Discos de Zircônia

Os blocos cerâmicos de zircônia (VITA YZ HT, VITA Zahnfabrik, Alemanha) foram lixados na forma pré-sinterizada, com o desgaste das laterais, até a obtenção de cilindros de 14 mm de diâmetro com uma lixa de SiC (#120 e #180) (Figura 2).

Figura 2- Passos para confecção dos cilindros de zircônia



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

Após, o cilindro foi fixado à máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA) e cortado em discos com 1,5 mm de espessura sob refrigeração (Figura 3).

Figura 3- Cilindro posicionado a máquina de corte (Isomet)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os discos foram regularizados em lixas de SiC (#1200), para remoção de irregularidades periféricas inerentes ao corte. Segundo a norma ISO 6872, os discos terão dimensões 20% maiores para compensar a contração de sinterização (Figura 4).

Figura 4- Discos de zircônia YZ HT pré-sinterizados com 1,5 mm de espessura



Fonte: Elaborado pelo autor.

A sinterização ocorreu no forno (Zyrcomat T, Vita Zahnfabrik, Alemanha) cujo ciclo de queima executado, indicado pelo fabricante, segue a programação: tempo de elevação – 1 h; temperatura final - 1450°C; tempo de espera – 2 h;

temperatura de resfriamento na qual pode-se baixar a bandeja dentro do forno – 400°C. Após a sinterização, os discos de zircônia irão possuir espessuras de 1,2 mm.

Após, os discos sinterizados, do grupo *glaze* receberam a aplicação de uma fina camada de *glaze* (VITA AKZENT Plus BODY SPRAY, VITA Zahnfabrik, Alemanha) e foram levados ao forno (Vita Vacumat 6000) seguindo-se o protocolo recomendado pelo fabricante.

Nos discos polidos foram realizados os polimentos com o uso progressivo de borrachas abrasivas (Kit EVE DIAPOL Cerâmicas, EVE, Alemanha), com duas granulações, uma grossa (azul) seguida de uma média (rosa), com velocidade de 7.000 a 12.000 rpm por 15 s.

Foram produzidos 198 discos (n=33), sendo 66 discos infiltrados por sílica antes da sinterização, 66 discos polidos e 66 discos glazeados (Figura 5).

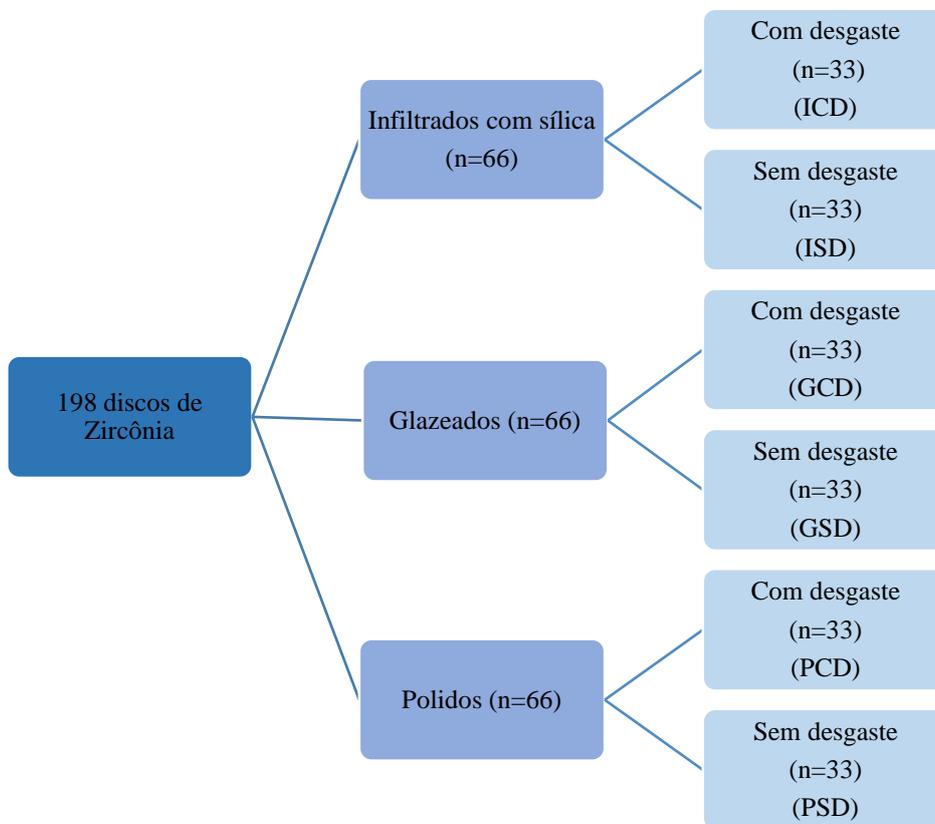
Figura 5- amostras tratadas



Legenda: da esquerda para à direita: polido, glazeado e infiltrado.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Segue a distribuição das amostras nos grupos (Figura 6).

Figura 6- Distribuição das amostras nos grupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Foi confeccionada uma amostra de zircônia HT, sem nenhum tratamento para a realização da análise comparativa, no DRX.

4.1.2 Preparação do Ácido Silícico para as amostras infiltradas.

A produção do ácido silícico seguiu a metodologia de Campos et al. (2016). O ácido silícico (sol de sílica) foi obtido por passagem de metassilicato de sódio ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) em solução aquosa (10% m/m) com uma resina de troca iônica (IR120 – Rohm and. Haas). Foi adicionado a resina de troca iônica uma solução de 2 mol/L ácido nítrico, em quantidade suficiente para cobri-la.

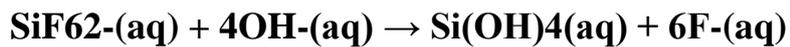
Após 24 h, a resina foi lavada com água destilada até o pH do filtrado atingir o pH da água de lavagem, medido com papel indicador. Em seguida, foi realizado um teste qualitativo da presença de sódio (teste de chama). Com o resultado do teste negativo, a resina estava em condições de ser utilizada.

Após a utilização da resina, esta foi tratada com uma solução aquosa de hidróxido de sódio 3 mol/L, em quantidade suficiente para cobri-la totalmente por 24 h. A seguir, ela foi lavada com água destilada, até que o pH da água sobrenadante atingisse o mesmo da água de lavagem. Após esta etapa, a resina foi tratada com uma solução de ácido nítrico 2 mol/L e armazenada, estando então em condições para ser novamente utilizada.

Para a preparação do sol com a composição estequiométrica da zirconita é necessário conhecer a concentração de silício do ácido obtido após a passagem do metassilicato de sódio pela resina. Este teor foi determinado pela titulação do ácido silícico com hidróxido de sódio (NaOH) padronizado. A solução de hidróxido de sódio foi preparada a partir de pastilhas, e sua padronização foi feita com o biftalato de potássio.

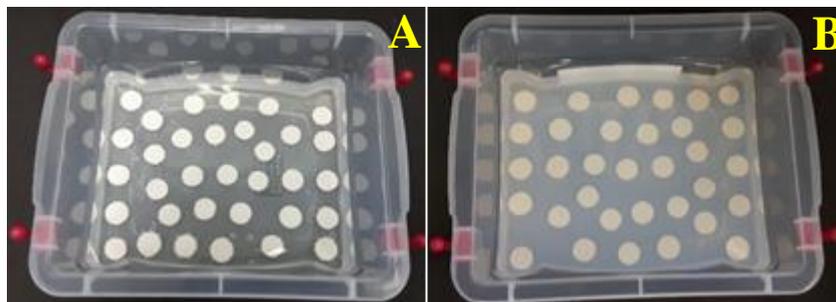
Para determinar a concentração de silício, foram retiradas duas alíquotas de 10 ml do ácido silícico, e, para cada uma delas, foi realizado o procedimento descrito a seguir: foi adicionado uma solução de 3 g de NaF dissolvidos em 20 ml de água destilada, e, após a dissolução, foram adicionadas 33 gotas de HF e 40 gotas do coquetel de indicadores composto por fenolftaleína, na concentração 0,1% (m/m), azul de bromotimol, na concentração 0,2% (m/m), etanol e água destilada. Com o uso de uma bureta preenchida com a solução de hidróxido de sódio padronizada em concentração próxima a 3 mol/L, foram adicionadas algumas gotas da solução até obter-se uma coloração azul-esverdeado. A seguir foram adicionados 200 ml de água destilada em ebulição. O volume de NaOH gasto foi anotado e a titulação prosseguiu até que a solução apresentasse coloração

azul intenso. A variação do volume de NaOH gasto foi utilizada para a determinação da concentração de silício, pois sabe-se que a titulação ocorre segundo a reação química:



Os discos de zircônia pré-sinterizados ficaram cinco dias na solução (Figura 7). Após este tempo, os corpos cerâmicos foram retirados do gel, lavados cuidadosamente com água destilada, secos com papel toalha e colocados no forno a 100°C por 30 min para remover o resto da umidade. Após a secagem, as amostras foram sinterizadas a 1450°C por 2 h.

Figura 7- Discos de zircônia pré-sinterizados imersos em solução de ácido silícico



Legenda: primeiro dia na solução (A), quinto dia na solução (B).

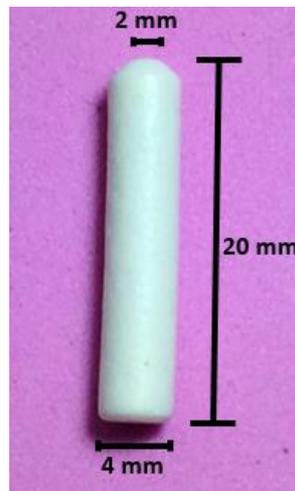
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Simulação do desgaste fisiológico

As amostras foram submetidas a simulação de desgaste fisiológico em uma máquina de ensaio (Biocylce V2, Biopdi, São Carlos-SP), com cilindros de

Esteatita (Cerâmica Chiarotti, Jaguariúna, São Paulo, Brasil), que serviram como antagonistas (Figura 8), foram utilizadas 99 esteatitas, uma para cada amostra; para isso foram adaptadas em mandris personalizados (Figura 9). Para o teste de desgaste foi aplicada força de 30 N, seguido por um movimento horizontal de 6 mm, a frequência de 1.7 Hz, totalizando 300.000 ciclos, imersos em água destilada e temperatura ambiente. Foi realizado o peso inicial e final de 3 esteatitas por grupo, para a quantificação da perda de volume.

Figura 8- Dimensões do antagonista em esteatita, com um chanfro de 2 mm



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9- Máquina de simulação do desgaste fisiológico



Legenda: a) máquina de ensaio mecânico, b) vista dos prolongadores e mandris, c) mandril com antagonista ajustado a amostra imersos em água.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Análise de Difração de Raios X (DRX)

O Difratorômetro de Raios-X de Alta Resolução (GIXRD; Philips X'pert PRO MRD, Almelo, Holanda) foi utilizado para analisar as ligações formadas pela zircônia e pela sílica após a sinterização dos discos e também para identificar a cristalinidade das fases presentes após os tratamentos. Foi analisada uma amostra por grupo.

A análise foi realizada, em parceria com o LAS/ INPE (Laboratório Associado de Sensores e Materiais/ Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais), com uma radiação CuK com comprimento de onda $\lambda = 0,15418$ nm em um intervalo (2θ) entre 10°C e 100°C , velocidade de varredura de 2°min^{-1} , tensão de 40 kV e corrente de 20 mA (Philips PW 1830/1840).

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

4.4 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV e FEG)

Uma amostra de cada grupo foi selecionada para a caracterização da morfologia de superfície. Para isso, foram usados dois microscópios eletrônicos: o MEV (Inspect S 50, FEI Company, Brno, República Tcheca;) instalado na Unesp, campus de São José do Campos, e para as análises de maior resolução o

MEV com canhão de emissão de campo (Field Emission Gun-FEG) em microscópio da marca/modelo Tescan/Mira 3, instalado no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS/INPE).

4.5 Perfilometria e Rugosidade

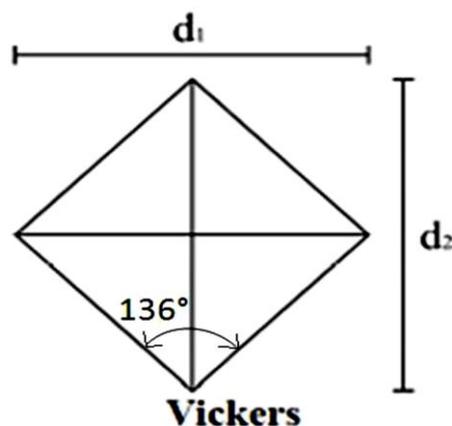
A caracterização de superfície das amostras foi realizada, antes e após o teste de desgaste fisiológico, em um perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA). O perfilômetro foi conectado ao computador por meio do software Wyko Vision 32 (Veeco, EUA). O perfilômetro gerou uma imagem em 3D do perfil da superfície das amostras. As análises de rugosidade foram realizadas pelos parâmetros: Ra, Rz e Rq por um rugosímetro de contato (Surftest SJ 400, Mitutoyo, Tóquio, Japão). As leituras foram realizadas no centro do disco de 12 mm de diâmetro, foram realizadas seis leituras em cada uma das amostras, três paralelas e três perpendiculares, com velocidade de 0,5 mm/s, com filtro Gaussian e o valor *cut-off* de 0,8 mm. Foram calculados valores médios para cada amostra.

4.6 Análise de Dureza

Foram selecionadas aleatoriamente cinco amostras de cada grupo para o teste de microdureza. A metodologia seguiu a norma ASTM C 1327-03, que fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas. Foram realizadas 5 indentações nas superfícies de cada amostra,

utilizando um penetrador de diamante *Vickers* no microdurômetro HMV-G21 (Shimadzu, Japão) com carga de indentação de 1 kgf durante 10 s. As impressões foram realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões foi de quatro vezes a diagonal da indentação. Foi utilizado o microscópio óptico, em ampliação de 40X com analisador de imagens. Na Figura 10 é mostrada a impressão da ponta Vickers que possui a forma geométrica piramidal de base quadrada e possui quatro faces. Entre as faces opostas da ponta um ângulo de 136° é formado.

Figura 10- Representação da impressão residual deixada pelos penetradores



Legenda: ponta Vickers de base quadrada usada no teste.

Fonte: Garcia et al., 2000.

A dureza Vickers é o quociente obtido dividindo a carga (em kgf) pela área da indentação, conforme a equação:

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

onde:

F= é a carga em kgf,

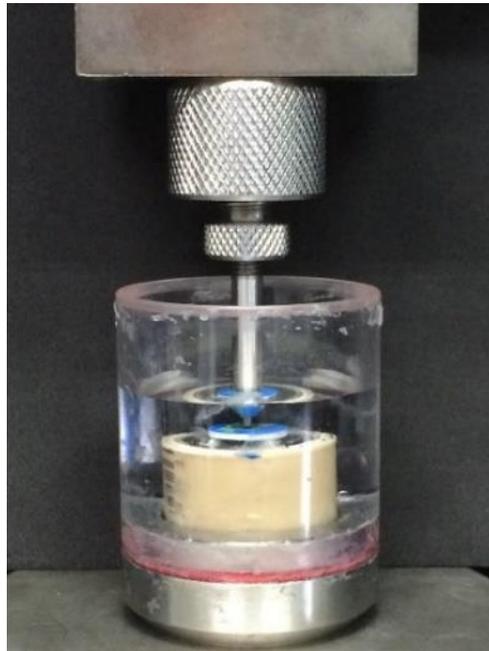
d = é a média aritmética entre as duas diagonais, d_1 e d_2 em mm,

HV = é a dureza Vickers.

4.7 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial

Para a determinação da resistência à flexão, a amostra foi posicionada em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil), e a carga foi aplicada. O carregamento axial de compressão foi aplicado utilizando célula de carga de 1000kgf e velocidade de 1 mm/min até ocorrer a fratura da amostra. Os valores foram obtidos em Newton (N). Durante o teste de flexão biaxial, a amostra foi recoberta com uma fita no lado de compressão para que o contato com a ponta aplicadora da carga minimizasse defeitos e para que se pudesse manter os fragmentos em posição. O teste foi realizado em água (Figura 11).

Figura 11- Ensaio de flexão biaxial



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

As seguintes equações foram utilizadas de acordo com as diretrizes da ISO 6872, para o cálculo da resistência à flexão biaxial das amostras:

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

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

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

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

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

4.8 Análise fractográfica

As amostras fraturadas foram analisadas em estereomicroscópio (Discovery V20, CarlZeiss, Jena, Thuringia, Alemanha) para determinação das origens e características de fratura. Foram selecionadas amostras mais representativas de todos os grupos.

4.9 Análises Estatísticas

Depois que os dados adquiridos pelo ensaio de flexão biaxial foram processados, prosseguiu-se para análise de Weibull, utilizando-se a distribuição biparamétrica descrita por Quinn e Quinn em 2010 (Eq. 1, Eq. 2 e Eq. 3):

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

$$\ln(1 - P_f) = - \left(\frac{\sigma}{\sigma_m} \right)^m \quad \text{Eq. 2}$$

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

Eq. 3

Nessa distribuição, a resistência característica σ_θ é o parâmetro de localização, no qual uma grande σ_θ desloca os dados para a direita, enquanto uma pequena σ_θ desloca a distribuição para a esquerda. Este parâmetro corresponde à resistência onde a probabilidade de falha (P_f) corresponde a 63,2%. O módulo de Weibull, m , corresponde à forma do gráfico da distribuição. Quanto mais contida a distribuição, menor a dispersão dos dados e maior o módulo, com isso, considera-se o material mais confiável.

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

As médias de resistência à flexão biaxial foram ainda analisados com Anova 2-way e teste de Tukey.

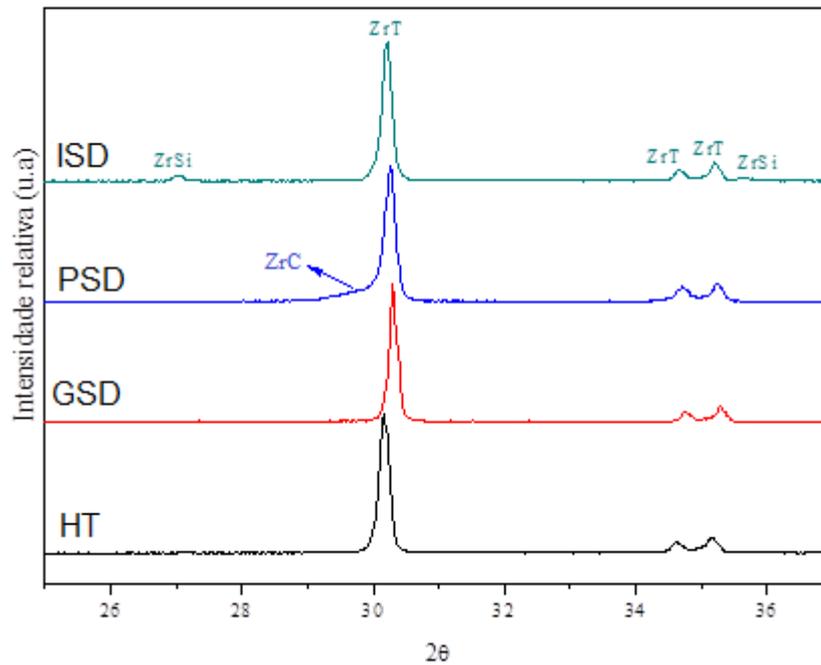
Os resultados de rugosidade e de dureza foram submetidos ao teste não paramétrico Kruskal-Wallis e Teste de Dunn (5%).

5 RESULTADOS

5.1 Análise de Difração de Raios X (DRX)

A Figura 12 apresenta os difratogramas de raios-X dos grupos: ISD, PSD, GSD, e HT (sem nenhum tratamento). Pode-se analisar que os difratogramas de HT e de GSD apresentaram picos característicos da zircônia tetragonal, mostrando que não ocorreu formação de outras fases nestes materiais. Já para ISD, o difratograma apresentou picos pouco intensos de silicato de zircônia (ZrSi), mostrando que ocorreu a infiltração de sílica, e essa infiltração formou uma fase junto a zircônia. O grupo PSD apresentou picos característicos de zircônia tetragonal, porém verificou-se que o polimento induziu a transformação de uma fase cúbica comprimida. Esta fase pode ser observada no difratograma (ZrC) e foi quantificada pelo método Rietveld. A partir da simulação das curvas (Figura 13 e Figura 14), obteve-se os resultados (Tabela 1).

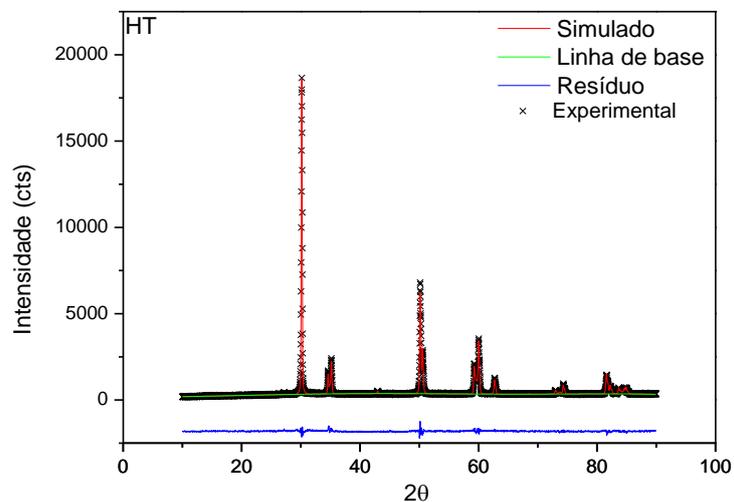
Figura 12- Difratoogramas de raios X de uma amostra de cada grupo



Legenda: infiltrado (ISD), Polido (PSD), Glazeado (GSD) e uma amostra controle da zircônia HT sem nenhum tratamento (HT). Os picos de abaixo de: ZrT correspondem a zircônia tetragonal, ZrSi: silicato de zircônia e ZrC corresponde a zircônia cúbica.

Fonte: Elaborado pelo autor.

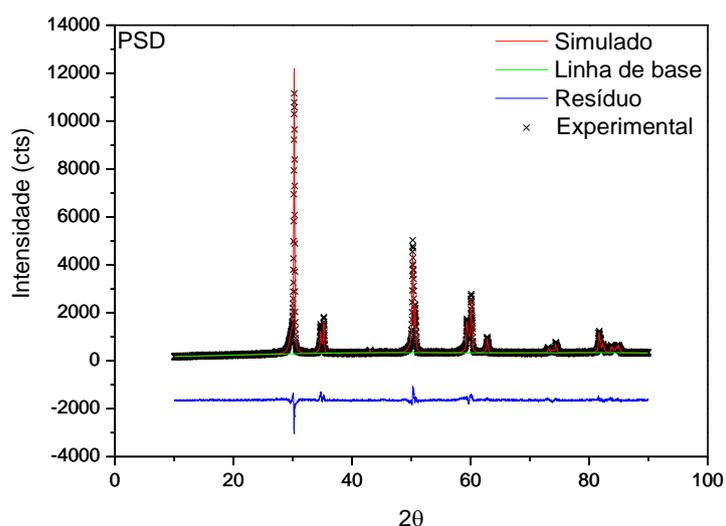
Figura 13- Gráfico de Rietveld para o refinamento da amostra HT



Legenda: curva simulada apresentando o mesmo comportamento da curva experimental, evidenciando que a simulação é coerente, pois a curva resíduo está minimizada

Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 14- Gráfico de Rietveld para o refinamento da amostra PSD



Legenda: curva simulada apresentando o mesmo comportamento da curva experimental, evidenciando que a simulação é coerente, pois a curva resíduo está minimizada.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 1- Quantificação das fases presentes para as zircônias sem tratamento (HT) e polida (PSD)

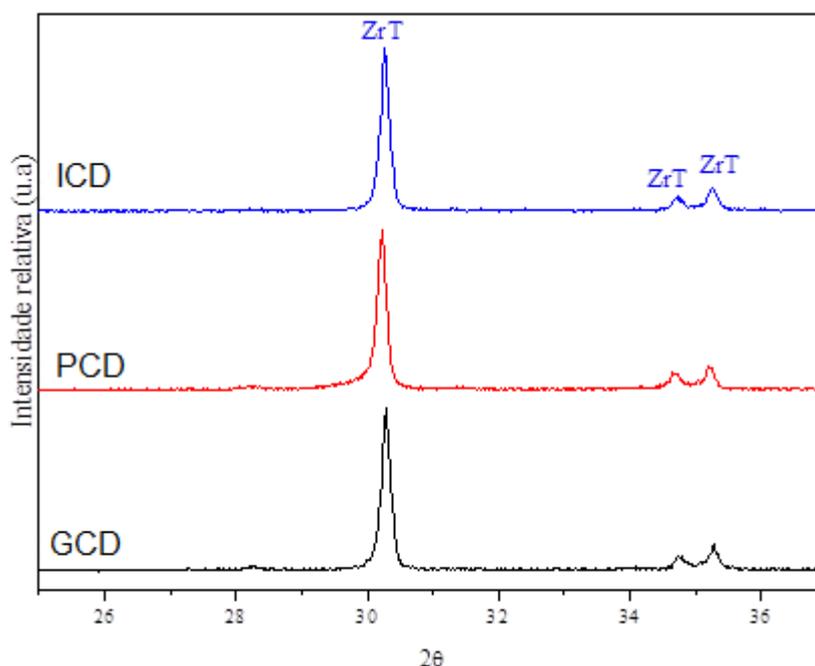
Amostra	a	b	c	V	d	%
HT ZrT	3.60	3.60	5.17	67.38	6.07gm/cm**3	81
HT ZrC	5.13	5.13	5.13	135.56	6.03gm/cm**3	19
PSD ZrT	3.60	3.60	5.17	67.34	6.07gm/cm**3	58
PSD ZrC1	5.13	5.13	5.13	135.55	6.03gm/cm**3	12
PSD ZrC2	5.10	5.10	5.10	132.80	6.16gm/cm**3	30

Legenda: Fases) ZrT = tetragonal; ZrC e ZrC1= cúbica; ZrC2= cúbica comprimida. Em a, b e c tem-se os parâmetros de rede; V, volume; d, densidade e o percentual das fases.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com a Figura 15 podemos observar que nos grupos com desgastes os difratogramas apresentaram semelhanças. Isso ocorreu porque após a simulação do desgaste fisiológico os tratamentos de superfície foram removidos, expondo assim a zircônia. Em todos os grupos foi encontrada apenas a zircônia tetragonal, ou seja, a simulação do desgaste fisiológico foi capaz de remover a camada de silicato da zircônia infiltrada por sílica e a camada de zircônia cúbica tensionada da amostra polida.

Figura 15- Difratoogramas de raios X de uma amostra de cada grupo desgastado



Legenda: infiltrado (ICD), Polido (PCD, Glazeado (GCD). Todos os picos abaixo do ZrT correspondem a zircônia tetragonal.

Fonte: Elaborado pelo autor.

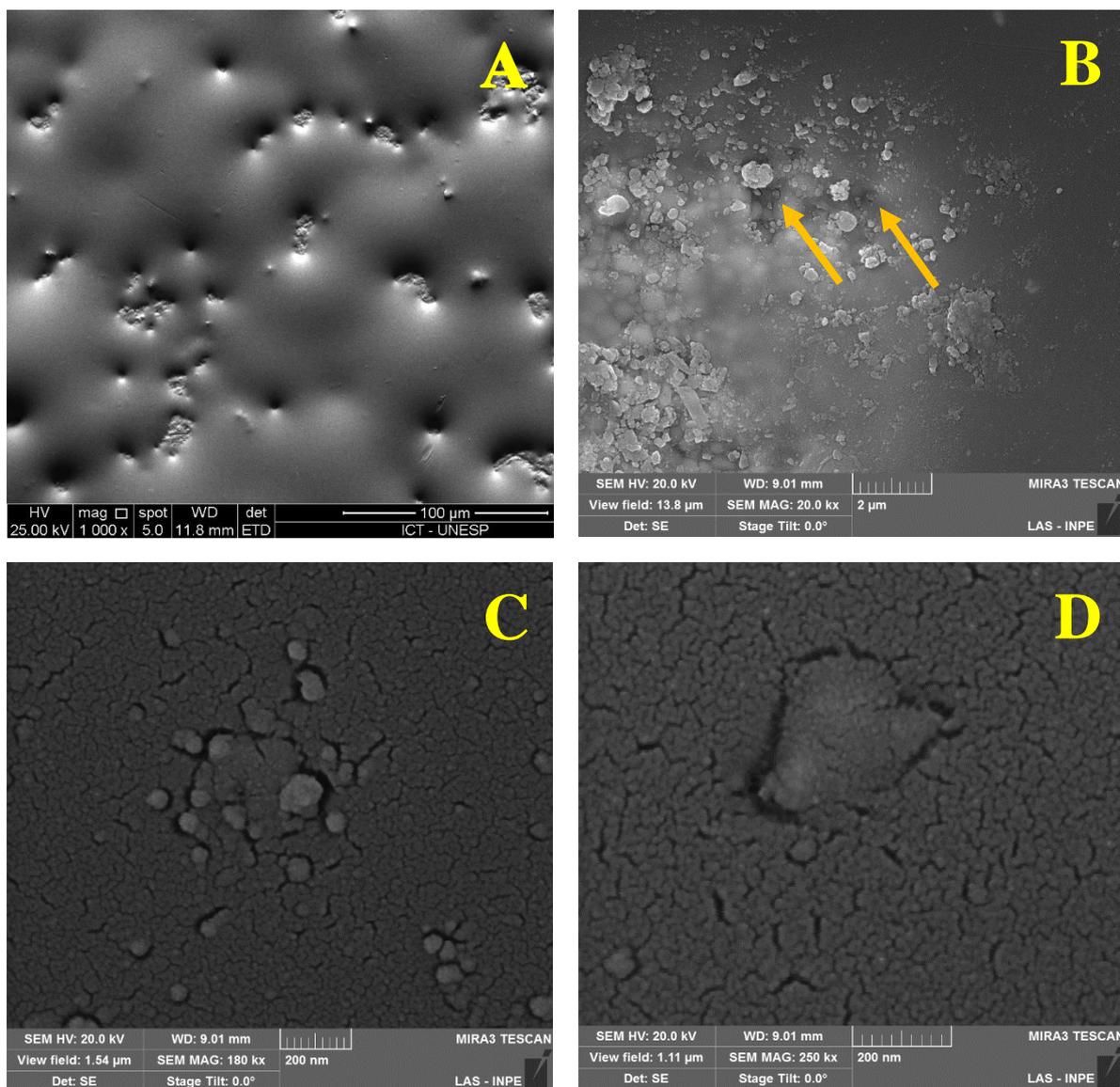
5.2 Análise de superfície com Microscopias Eletrônicas de Varredura (MEV e FEG)

O primeiro grupo a realizar as Microscopias Eletrônicas de Varreduras foi o grupo GSD. Na Figura 16, temos quatro imagens, na primeira de menor aumento (A), observou-se que o *glaze* não está disposto de maneira uniforme, e sim com uma topografia de diferentes níveis e irregularidades. Isso ocasiona em áreas de grãos não recobertos por *glaze*.

Na imagem (B), o *glaze* está entre os grãos e penetrou em alguns defeitos da superfície da zircônia (setas). Nas imagens (C) e (D), em maior ampliação, observou-se várias formações de trincas e porosidades, mostrando que o *glaze* não

é um revestimento homogêneo e sim um revestimento poroso, com uma grande quantidade de defeitos.

Figura 16– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de uma amostra glazeada



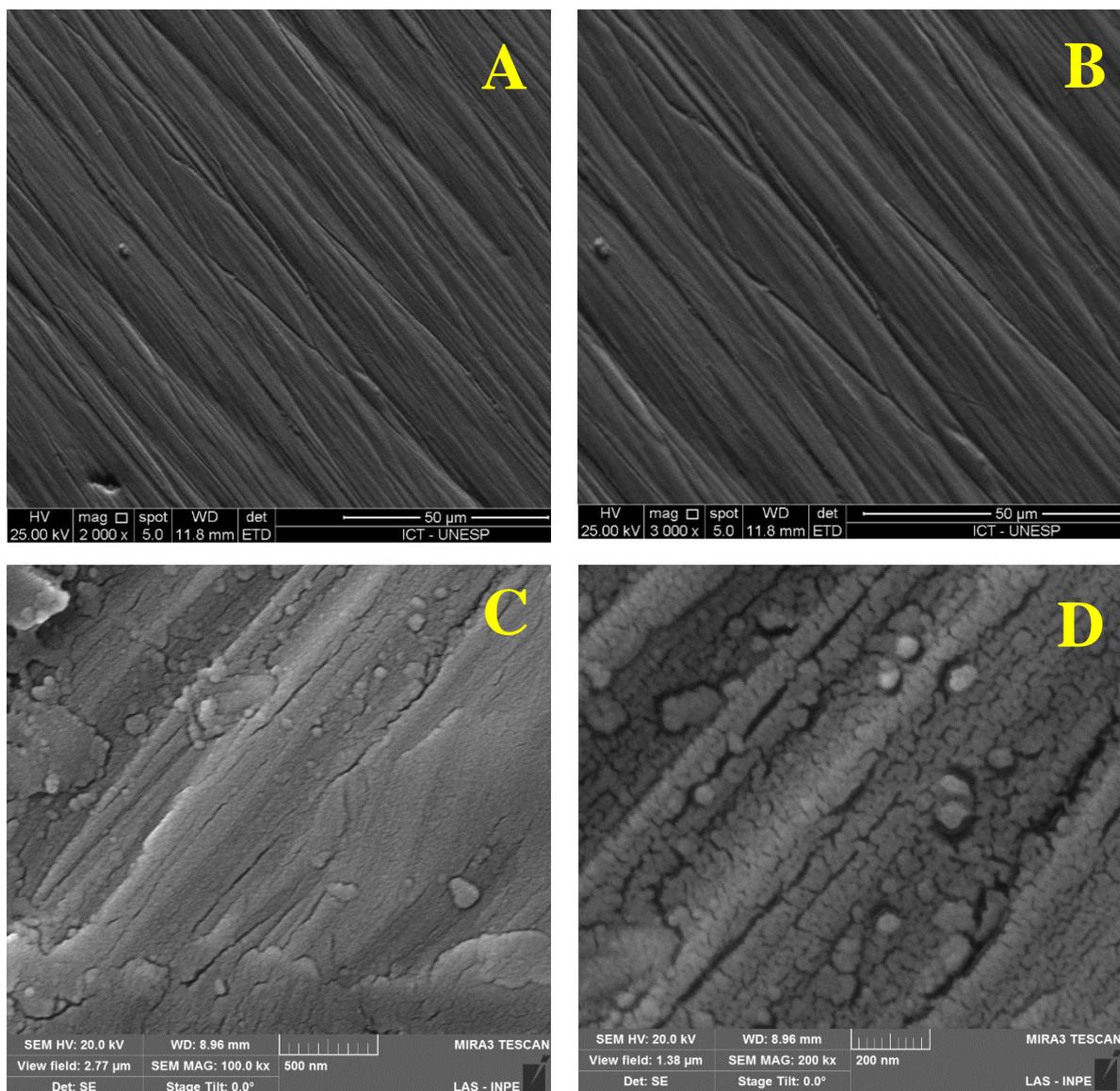
Legenda: em A, observa-se uma superfície irregular e porosa, em B, o *glaze* penetrando em alguns defeitos da superfície da zircônia (setas), em C e D, a formação de porosidades.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 17 apresenta quatro imagens obtidas das amostras polidas sem desgaste, duas de MEV e duas de FEG, com ampliações diferentes. As ampliações de MEV (A e B) apresentam a formação de estrias na amostra, essas alterações são geradas pelo polimento, e são explicadas em ação do resultado de uma deformação nos grãos que causaram transformação de fase.

As imagens de FEG (C) e (D) apresentam maiores ampliações, nas quais é possível observar os grãos que estão presentes nessas estrias, porém eles estão orientados na direção do polimento.

Figura 17- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras polidas

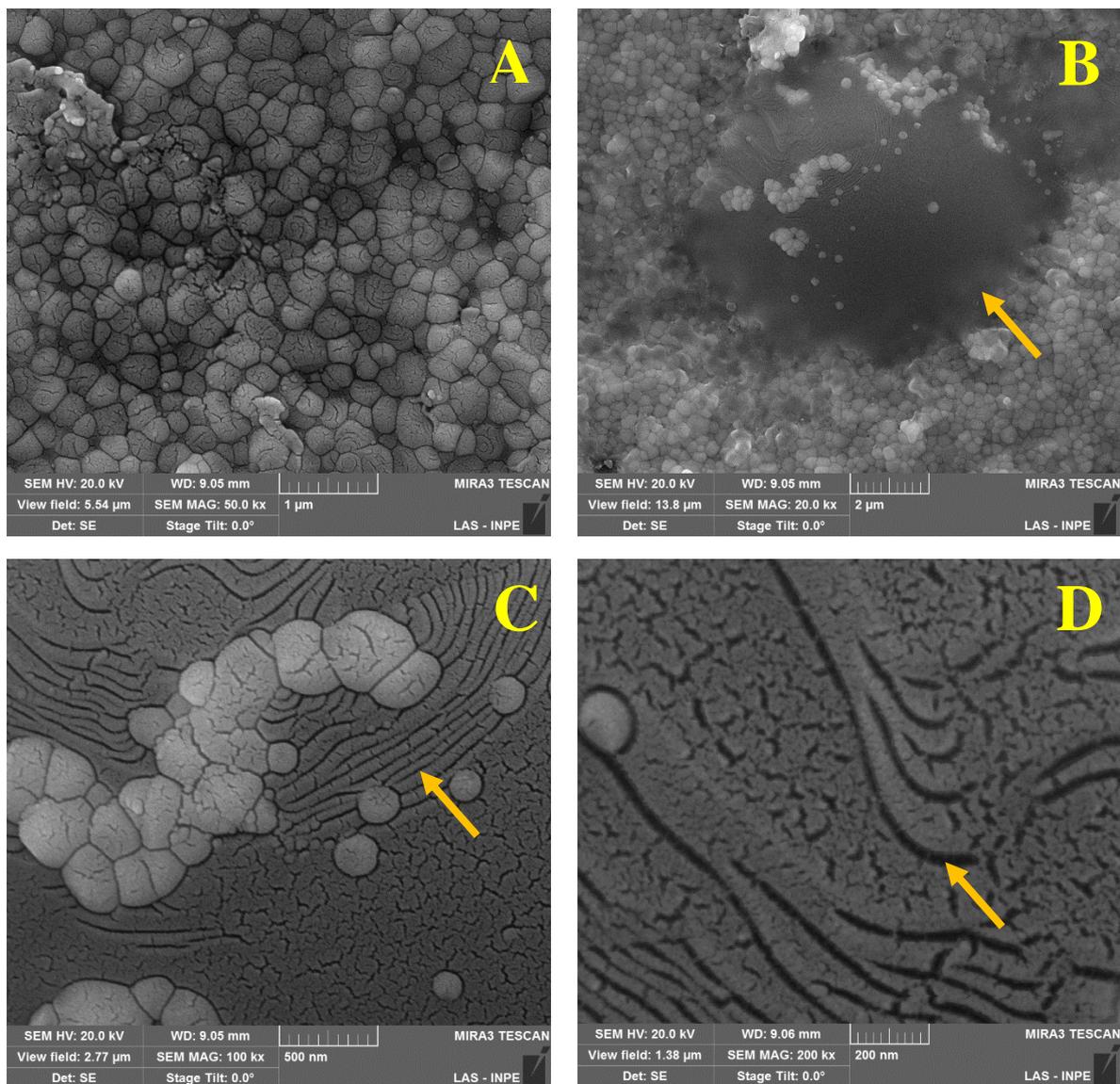


Legenda: observa-se a superfície com estrias direcionadas após o polimento.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para as amostras infiltradas (Figura 18), observou-se que não houve recobrimento de sílica em toda a região, e que há pontos do material que não tem a formação de silicato de zircônia (A). A imagem (B) apresenta a formação do recobrimento de silicato de zircônia sobre o substrato. Nas imagens (C) e (D) há formação de trincas geradas durante o processo de sinterização.

Figura 18– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras infiltradas



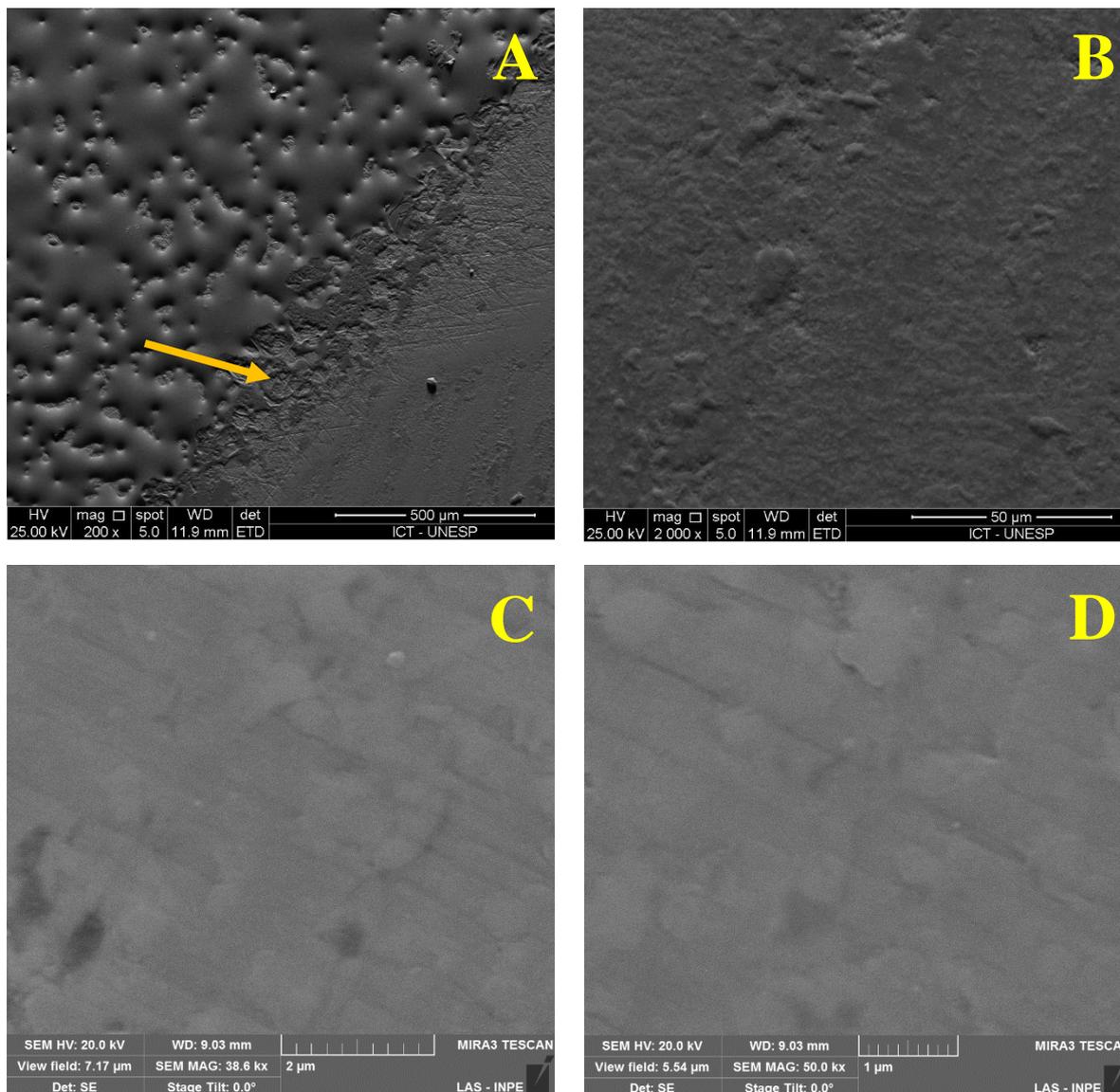
Legenda: a) grãos sinterizados da zircônia, b), a formação do silicato de zircônia (seta), c e d) formação de trincas na superfície (setas).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Dos grupos com a realização da simulação do desgaste fisiológico, o grupo GCD, foi o primeiro a ser analisado, foram obtidas duas análises de MEV e duas de FEG. Na Figura 19, temos a imagem (A), onde é possível visualizar o limite entre o *glaze* e o desgaste, verificou-se a remoção do tratamento de superfície ocasionado pelo desgaste. Nas imagens (B, C e D) temos uma

ampliação da área desgastada, observa-se que todo o *glaze* foi removido da superfície.

Figura 19– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras glazeadas com desgaste

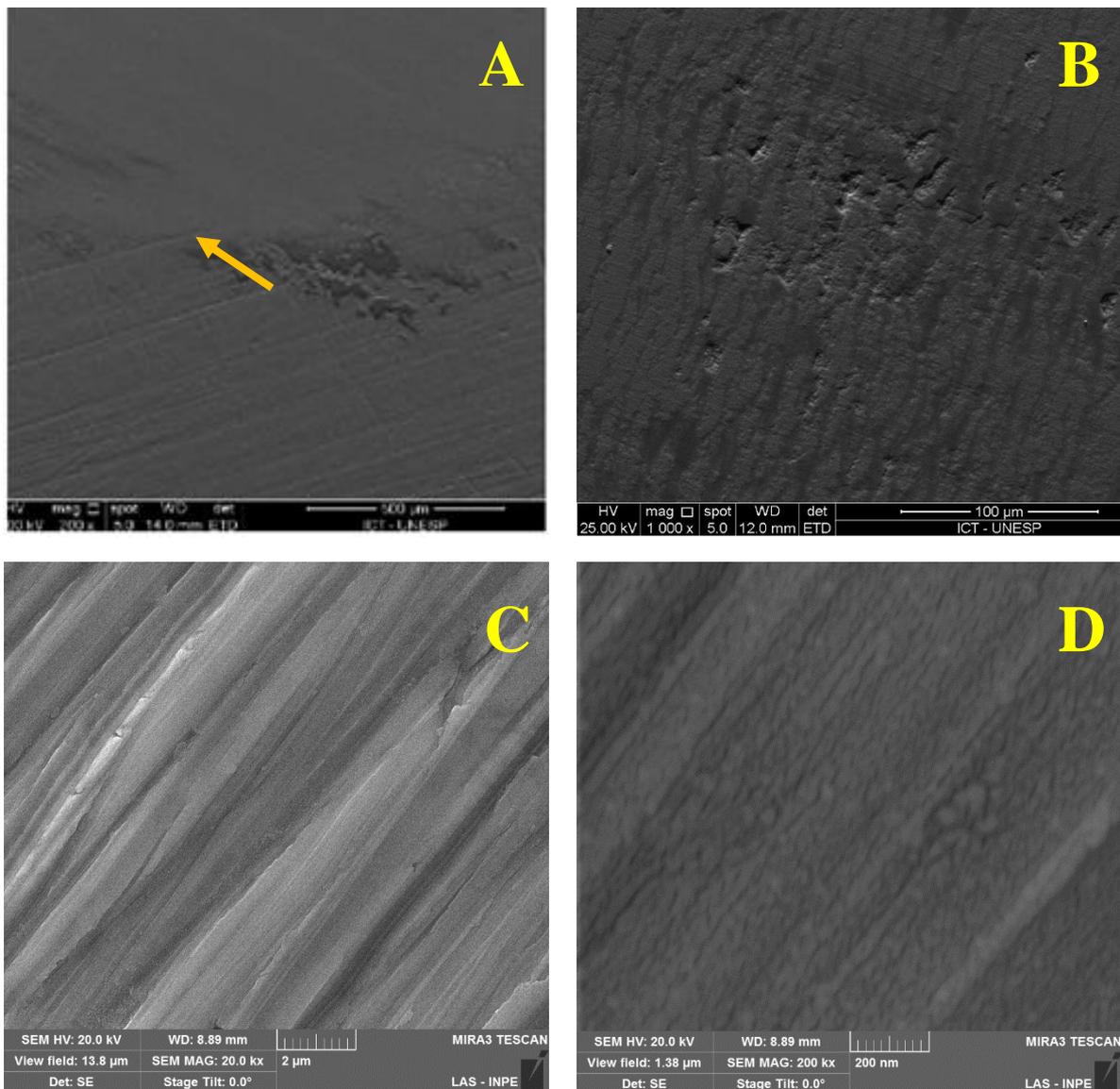


Legenda: A) limite entre área desgasta e não desgastada (seta). B, C e D) áreas desgastadas, expondo a zircônia sem tratamento.

Fonte: Elaborado pelo autor.

No grupo PCD, na Figura 20, a imagem (A) apresenta o limite entre o polimento e o desgaste, onde também é possível observar a remoção do tratamento de superfície pelo desgaste. Na imagem (B) temos uma ampliação dessa área de desgaste, onde se visualiza deformação na superfície, formando estrias. Em C e D, tem-se a área de desgaste em maior aumento.

Figura 20– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras polidas com desgaste

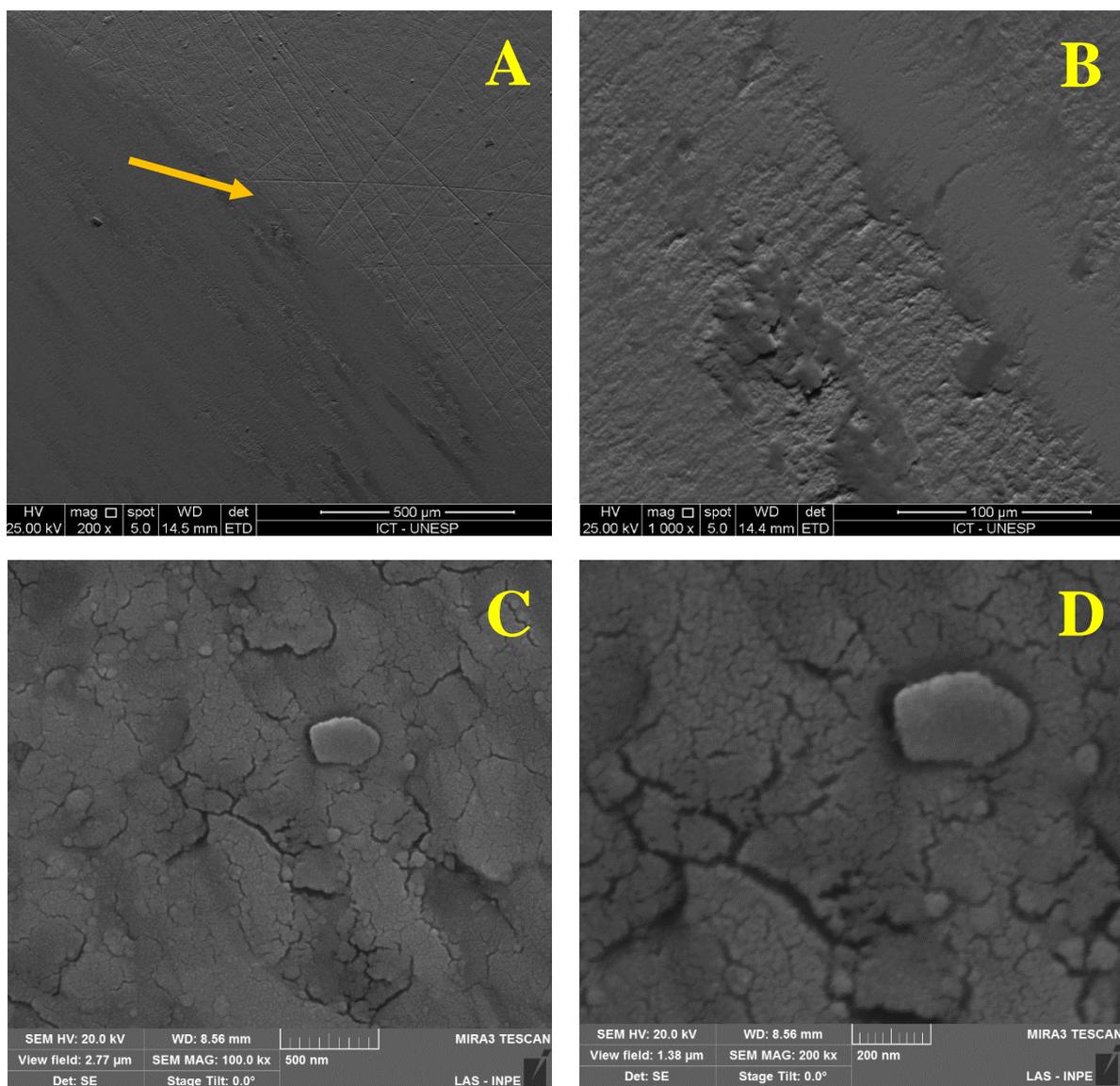


Legenda: A) limite entre desgaste e polimento (seta). B, C e D, aumento da área desgastada.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas amostras infiltradas desgastadas (Figura 21), a imagem (A) apresenta o limite entre área desgastada e tratamento de superfície, é possível visualizar a alteração da superfície na área desgastada. O desgaste removeu os aglomerados de sílica, formando erosões. Em (C) e (D), há presença de trincas e poros.

Figura 21– Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras infiltras com desgaste.



Legenda: A) limite entre a área desgastada e a infiltração (seta). B, C e D área desgastada e maiores aumentos.

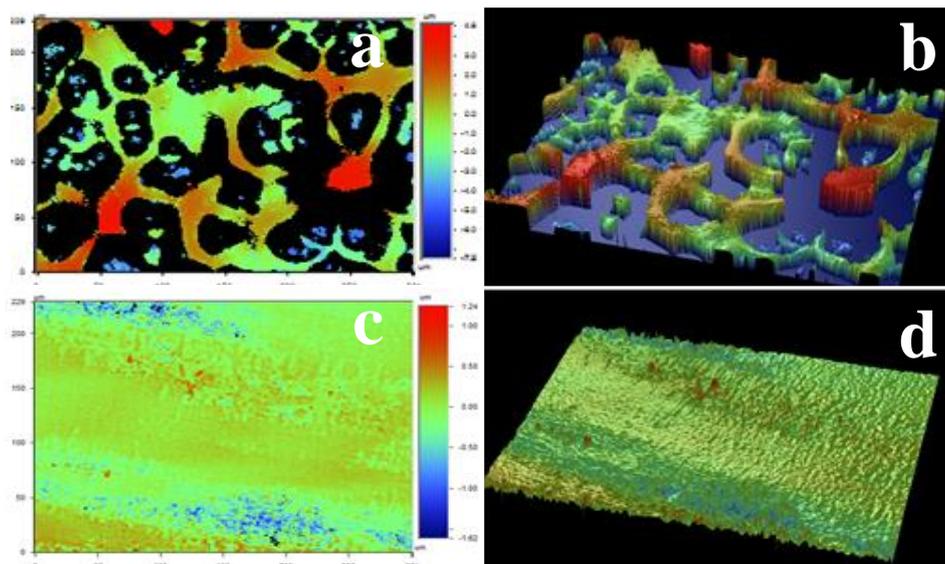
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Perfilometria Óptica e Rugosidade

5.3.1 Perfilometria Óptica

As Figuras 22, 23 e 24 apresentam as imagens obtidas em perfilometria óptica digital em 2D e 3D para cada um dos grupos. As amostras glazeados sem desgaste apresentaram mais irregularidades ilustrativamente em comparação aos demais grupos, apresentando uma superfície com formação de ilhas e poros. Após a realização da simulação do desgaste fisiológico, para todos os grupos, as topografias de superfície apresentaram semelhanças, pois o desgaste removeu o tratamento da superfície. As amostras polidas apresentaram uma superfície com ranhuras, promovidas pelo polimento.

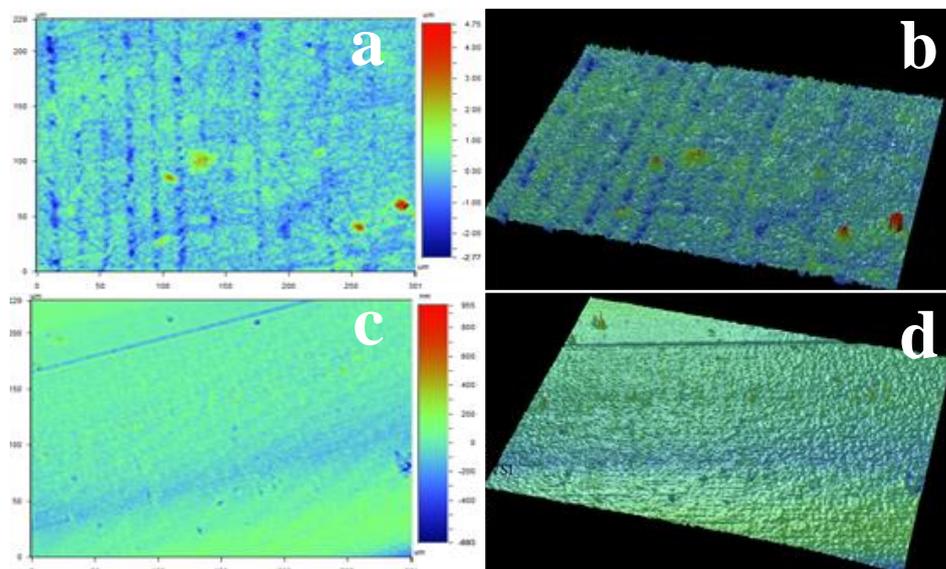
Figura 22– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D representando a topografia de superfície das amostras glazeadas



Legenda: a,b) GSD; c,d) GCD.

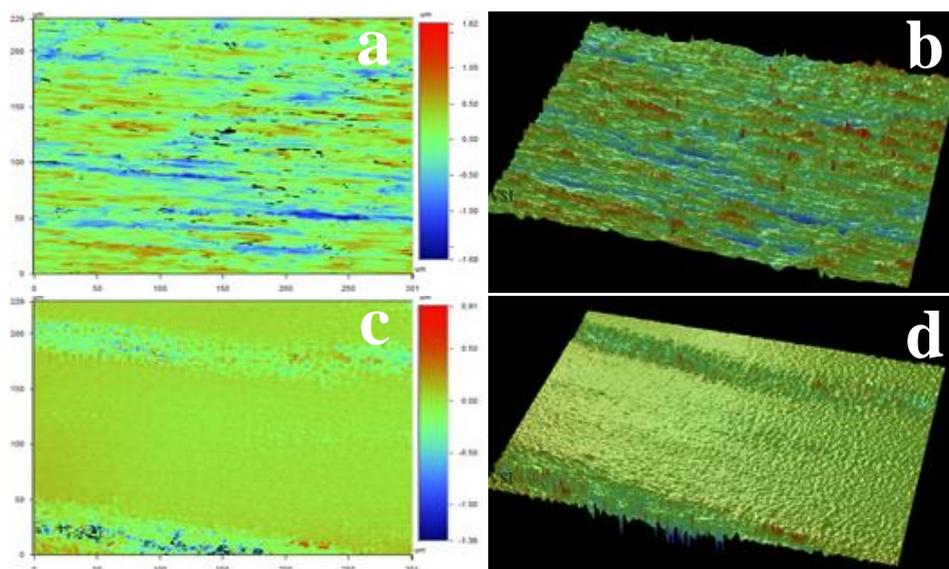
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 23– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D, representando a topografia de superfície das amostras infiltradas



Legenda: a,b) ISD; c,d) ICD.
 Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 24– Imagens de perfilometria óptica em 2D e 3D, representando a topografia de superfície das amostras polidas



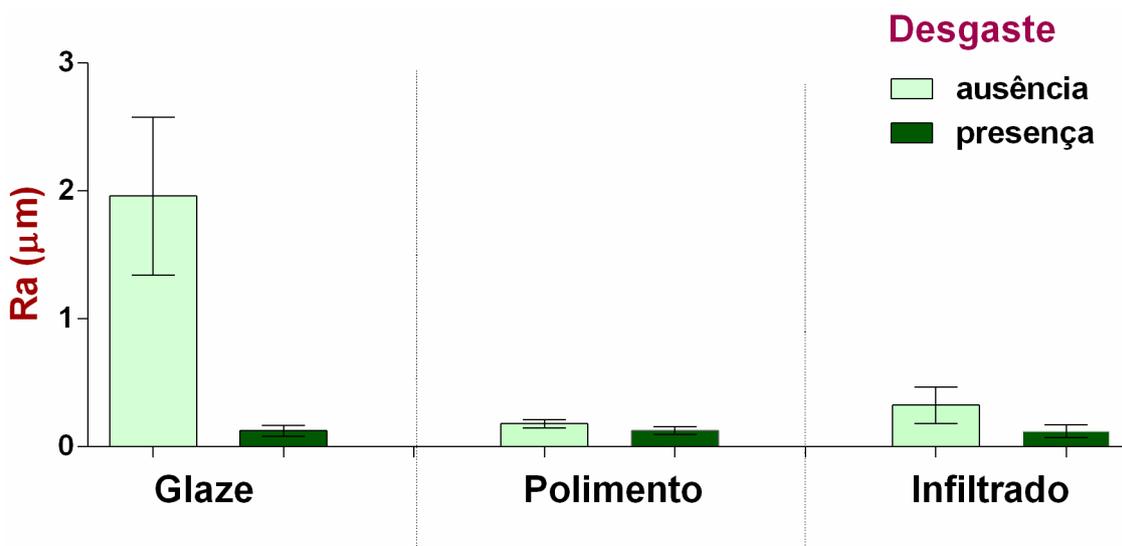
Legendas: a,b) PSD; c,d) PCD.
 Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3.2 Rugosidade

5.3.2.1 Estatística Descritiva

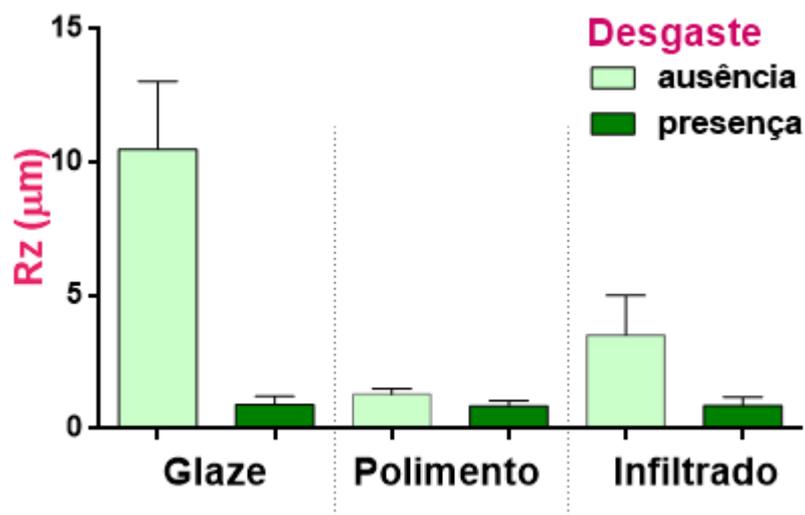
Os valores de rugosidade foram obtidos e submetidos a estatística. As estatísticas descritivas dos parâmetros Ra, Rz e Rq são apresentadas mediante os gráficos de colunas (Figuras 25, 26 e 27).

Figura 25- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Ra segundo os grupos



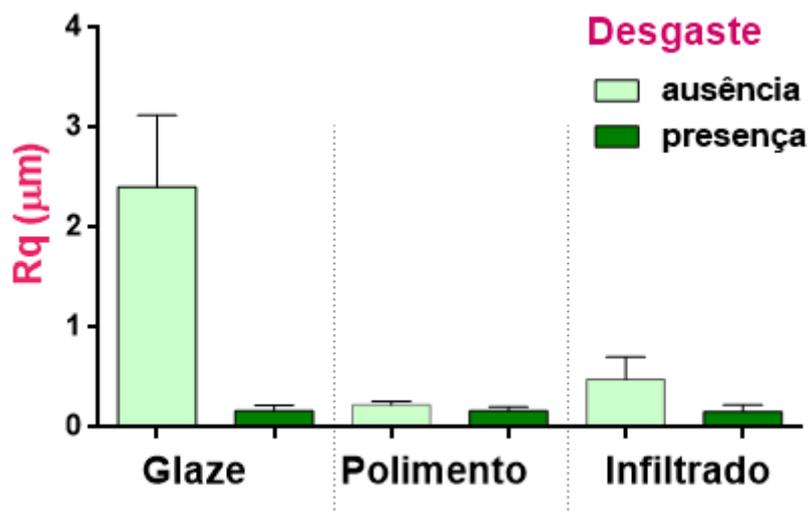
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 26- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Rz segundo os grupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 27- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de Rq segundo os grupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Houve diferença de variabilidade (desvio padrão) entre os grupos. Neste caso, foi necessário aplicar uma abordagem estatística não paramétrica.

5.3.2.2 Estatística Inferencial

Neste item pretende-se testar a hipótese de igualdade entre os tratamentos, quanto à rugosidade (R_a , R_z e R_q). Para testar essa hipótese, foi efetuado o teste da análise de variância não paramétrica de Kruskal-Wallis (ANOVA, 1 fator), para cada parâmetro, em cada uma das condições de desgaste.

Para o parâmetro R_a , na condição de ausência, verificou-se que há diferença entre os tratamentos ($k_w = 35.9756$); p -valor = $0,0001 < 0,05$). Por meio do teste de Dunn (5%) pode-se estabelecer que os tratamentos diferem entre si (Tabela 2).

Tabela 2- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (R_a) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	1,82	A		
Infiltrado	0,27		B	
Polimento	0,19			C

*medianas seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na condição de presença, verificou-se que não há diferença entre os tratamentos ($k_w = 0,61$); p -valor = $0,734 > 0,05$) (Tabela 3).

Tabela 3- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Ra) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	0,11	A		
Infiltrado	0,10	A		
Polimento	0,13	A		

*medianas seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para o parâmetro Rz, na condição de ausência, verificou-se que há diferença entre os tratamentos ($k_w = 39,13$); $p\text{-valor} = 0,0001 < 0,05$). Por meio do teste de Dunn (5%) pode-se estabelecer que os tratamentos diferem entre si (Tabela 4).

Tabela 4- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (Rz) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	9,93	A		
Infiltrado	3,01		B	
Polimento	1,28			C

*medianas seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na condição de presença, verificou-se que não há diferença entre os tratamentos ($k_w = 0,14$); $p\text{-valor} = 0,92 > 0,05$) (Tabela 5).

Tabela 5- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Rz) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	0,83	A		
Infiltrado	0,95	A		
Polimento	0,86	A		

*medianas seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para o parâmetro Rq, na condição de ausência, verificou-se que há diferença entre os tratamentos ($kw = 37,64$); $p\text{-valor} = 0,0001 < 0,05$). Por meio do teste de Dunn (5%) pode-se estabelecer que os tratamentos diferem entre si (Tabela 6).

Tabela 6- Estatística inferencial dos dados de ausência de desgaste (Rq) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	2,27	A		
Infiltrado	0,36		B	
Polimento	0,23			C

*medianas seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na condição de presença, verificou-se que não há diferença entre os tratamentos ($kw = 0,32$); $p\text{-valor} = 0,8505 > 0,05$) (Tabela 7).

Tabela 7- Estatística inferencial dos dados de presença de desgaste (Rq) obtidos segundo os grupos

Tratamentos	Mediana	Grupos Homogêneos*		
Glaze	0,15	A		
Infiltrado	0,14	A		
Polimento	0,17	A		

*medianas seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

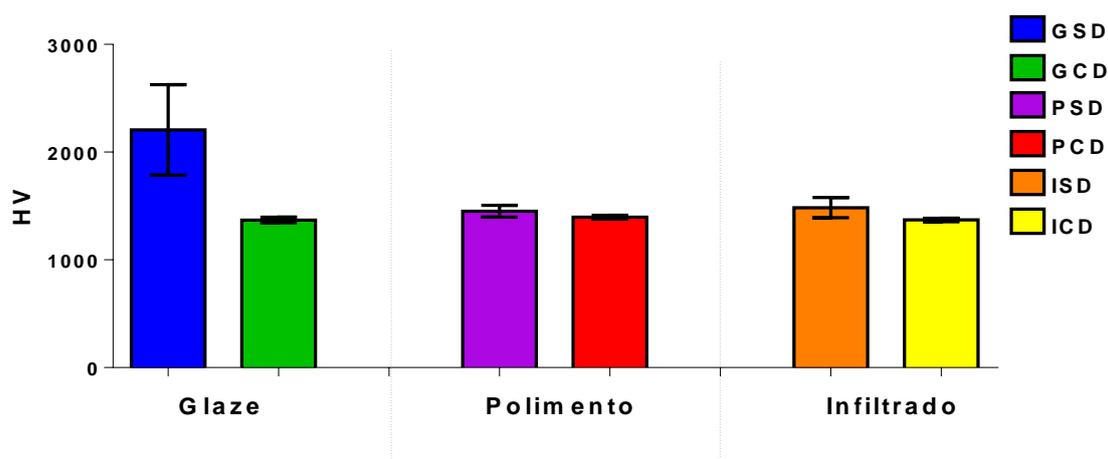
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4 Dureza

5.4.1 Estatística Descritiva

Os valores de dureza Vickers foram obtidos e submetidos a estatística. A estatística descritiva dos mesmos é apresentada mediante o gráfico (Figura 28).

Figura 28- Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de HV segundo os grupos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Houve diferença de variabilidade (desvio padrão) entre os grupos. Neste caso, aplicou-se uma abordagem estatística não paramétrica.

5.4.2 Estatística Inferencial

Neste item testou-se a hipótese de igualdade entre os tratamentos, quanto à dureza. Para testar essa hipótese, foi efetuado o teste da análise de variância não paramétrica de Kruskal-Wallis (ANOVA, 1 fator), em cada uma das condições de desgaste.

Na condição ausência verificou-se que há diferença entre os tratamentos ($kw= 28,35/ p\text{-valor}= 0,0001 < 0,05$). Por meio do teste de Dunnn (5%) pode-se estabelecer que os tratamentos diferem entre si (Tabela 8).

Tabela 8- Estatística inferencial dos dados de dureza (HV) na ausência de desgaste, obtidos segundo os grupos

Grupos	Posto Médio	Mediana	Grupos Homogêneos*	
GSD	131.96	2205	A	
ISD	92.52	1481		B
PSD	79.66	1457		B

*medianas seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na condição presença verificou-se que há diferença entre os tratamentos ($kw= 14,28/ p\text{-valor}= 0,0008 < 0,05$). Por meio do teste de Dunnn (5%) pode-se estabelecer que os tratamentos diferem entre si (Tabela 9).

Tabela 9- Estatística inferencial dos dados de dureza (HV) na presença de desgaste, obtidos segundo os grupos

Grupos	Posto Médio	Mediana	Grupos Homogêneos*	
GCD	60.02	1368	A	
ICD	48.78	1368	A	
PCD	40.06	1397		B

*medianas seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.5 Análise do desgaste do antagonista

Foi mensurado o peso da esteatita (n=3) antes e após a simulação do desgaste fisiológico, em uma balança analítica (Ohaus Adventurer, Barueri, SP) a fim de avaliar o desgaste promovido por cada tratamento. A porcentagem de desgaste dos tratamentos: *glaze*, polimento e infiltração foram respectivamente: 12,14%, 2,28% e 3,62%.

5.6 Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial e análise de Weibull

A Tabela 10 mostra os dados obtidos após o teste de resistência à flexão biaxial (MPa), média e desvio padrão, módulo de Weibull, resistência característica e intervalo de confiança para cada grupo testado.

Tabela 10- Dados de resistência à flexão biaxial, teste de Tukey e análise de Weibul

Grupos	Média (DP) e teste de Tukey*	m (IC)	σ_{θ} (IC)
GSD	886,7 ^B (102,48)	10,4 (8,3 - 13,1)	928,9 (895,5 - 963,5)
PSD	1157,6 ^A (124,37)	11,3 (9 - 14,1)	1208,7 (1168,6 - 1250,2)
ISD	851,3 ^B (94,83)	10,8 (8,9 - 13,1)	891,8 (861 - 923,8)
GCD	412 ^C (58,60)	8,3 (7,2 - 9,6)	436,6 (416,6 - 457,5)
PCD	401,4 ^C (47,63)	10,1 (7,9 - 12,9)	421,7 (406,2 - 437,8)
ICD	357,4 ^C (38,78)	11,1 (9,6 - 12,8)	374 (361 - 387,5)

Legenda: Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência à flexão biaxial em MPa e Teste de Tukey, módulo de Weibull (m), resistência característica (σ_{θ}), intervalo de confiança (IC) dos grupos (n=30).

* médias seguidas de letras diferentes diferem estatisticamente, Teste de Dunn (5%).

Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir destes dados, podemos observar que os grupos infiltrados não apresentaram as maiores médias de resistência à flexão biaxial porém, após a análise de Weibull, não houve diferença estatística significativa entre ele e os demais grupos.

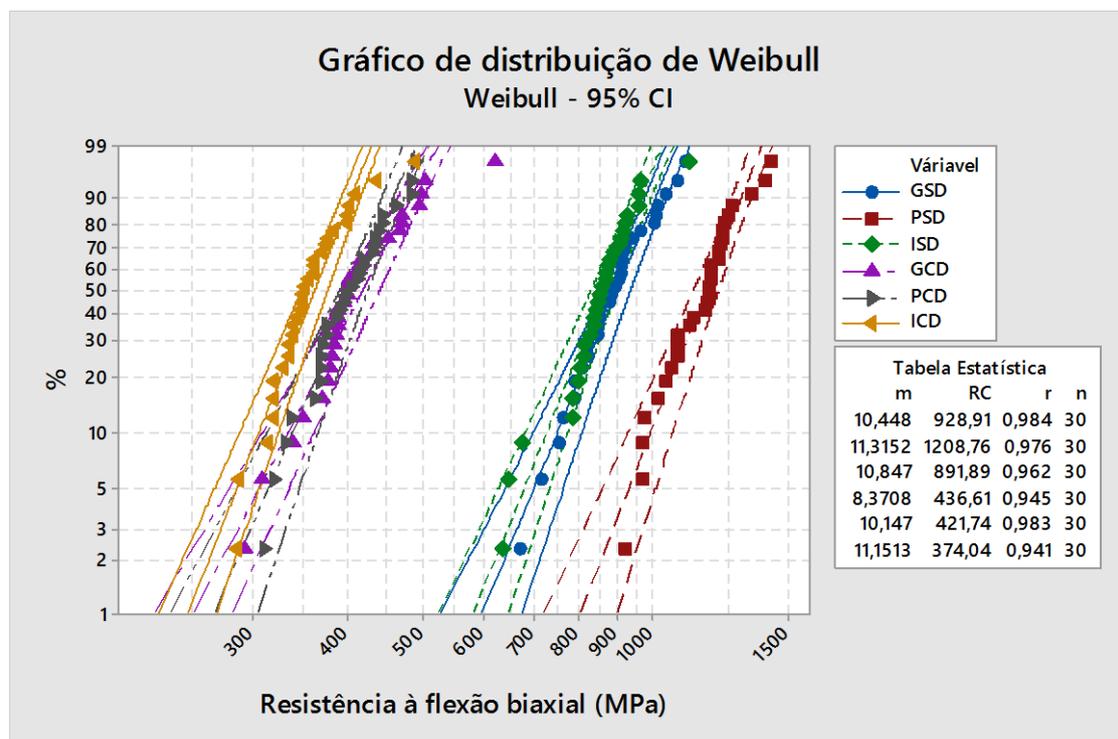
O Anova 2-fatores da resistência à flexão biaxial mostrou que houve diferença entre os tratamentos (p-valor = 0,000 <0,05). De acordo com o teste de Tukey (5%) foi possível determinar que o grupo com polimento foi estatisticamente diferente em comparação com os outros grupos. Os grupos

glazeados e infiltrados foram estatisticamente semelhantes, assim como os grupos desgastados.

O gráfico a seguir (Figura 29) representa a estatística de Weibull com a distribuição dos valores em uma reta, quanto mais inclinada a reta, menor o módulo e menor a homogeneidade estrutural.

Com a Figura 30 podemos observar as fraturas dos discos em diferentes números de pedaços, de 2 a 6.

Figura 29- Gráfico de Weibull para os dados de resistência à flexão biaxial em MPa



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 30- Imagem das fraturas dos discos em 2 até 6 partes

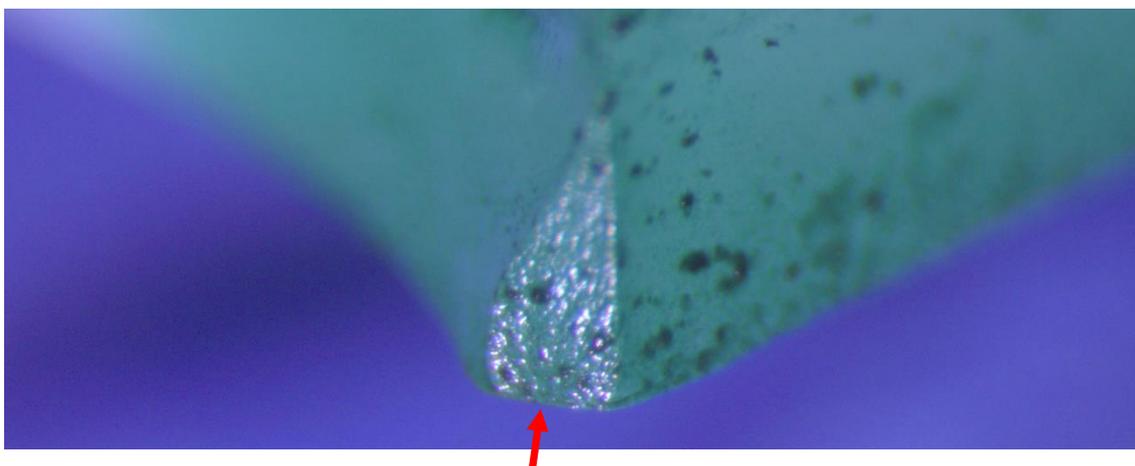


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.7 Análise fractográfica

Os defeitos originadores da fratura das amostras estavam presentes nas superfícies. Abaixo, análise de uma amostra de cada grupo, com o estereomicroscópio (Figuras 31, 32, 33, 34, 35 e 36).

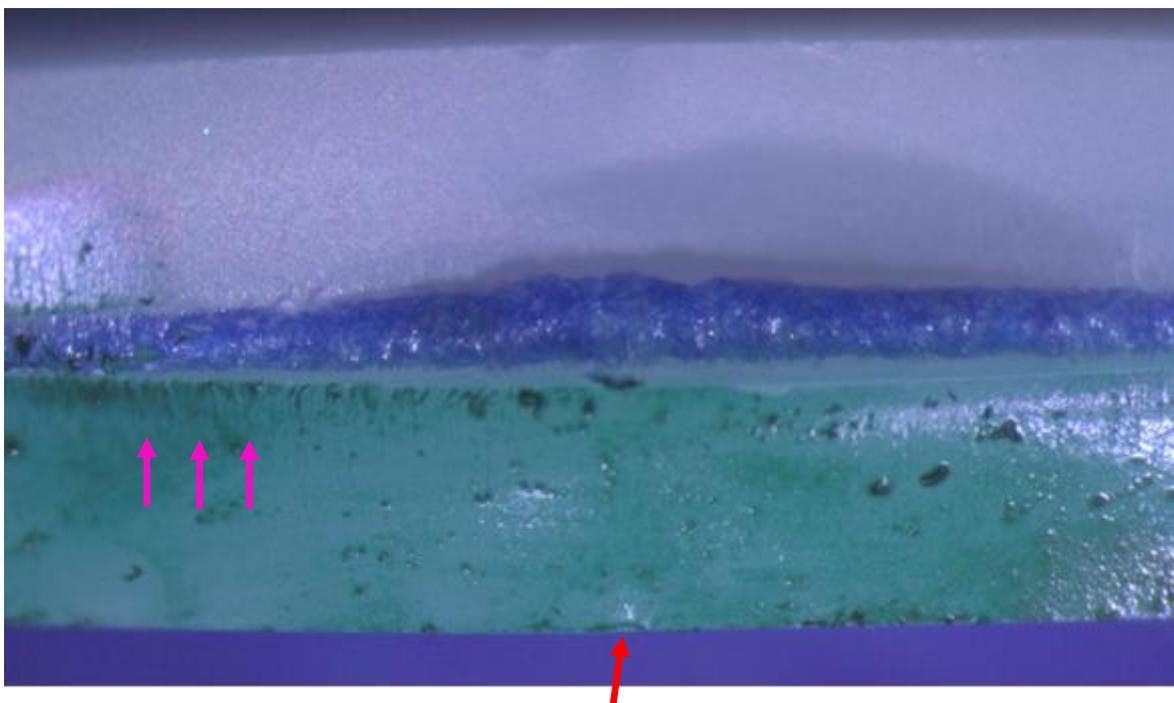
Figura 31- Superfície de fratura de uma amostra do grupo PSD



Legenda: amostra após a coloração, evidenciando a zona origem da fratura (espelho, região mais lisa) (seta), 40X.

Fonte: Elaborado pelo autor.

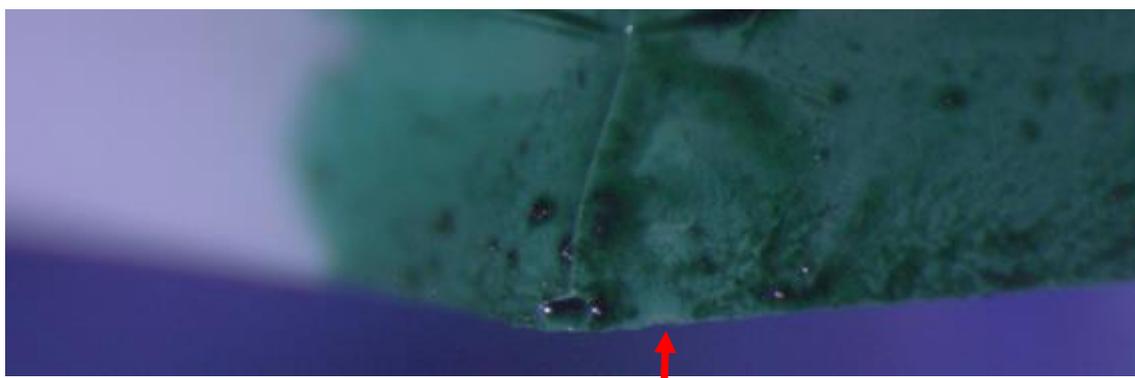
Figura 32- Superfícies de fratura de uma amostra do grupo PCD



Legenda: é possível analisar o defeito originador da fratura na superfície (seta vermelha). Também é possível observar a presença de *twist hackles* (setas rosas), 20x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

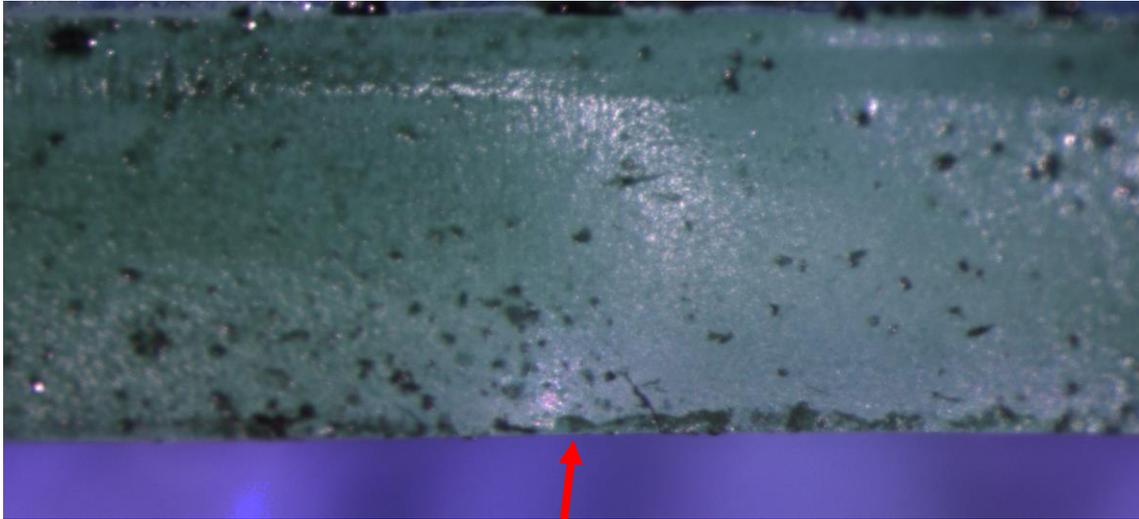
Figura 33- Superfície de fratura de uma amostra do grupo GSD



Legenda: é possível analisar o formato de torre de igreja, que é característico de algumas fraturas, com a presença do defeito causador da fratura na superfície (seta), 30x.

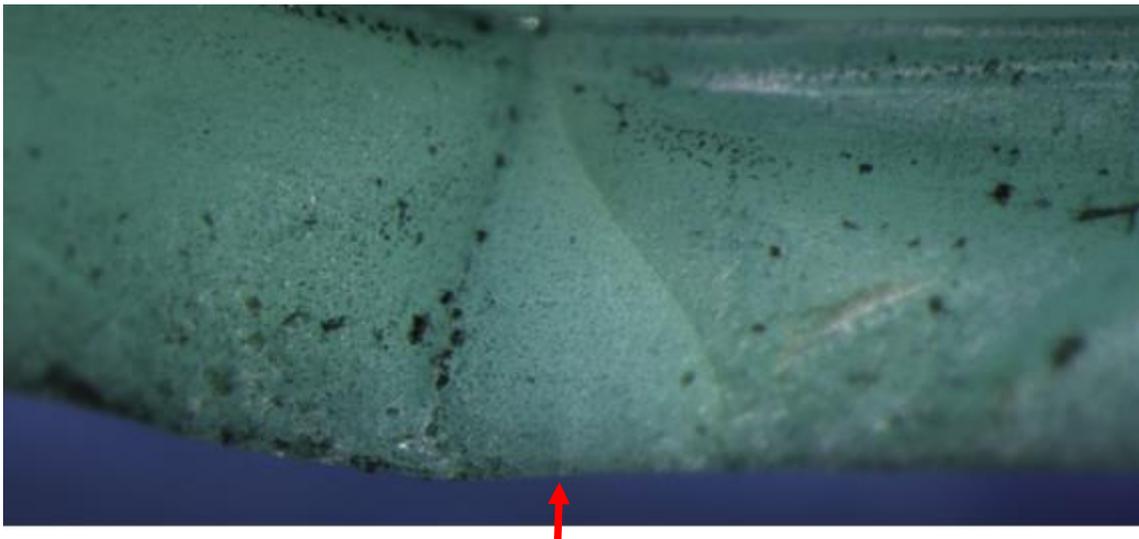
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 34- Superfície de fratura de uma amostra do grupo GCD



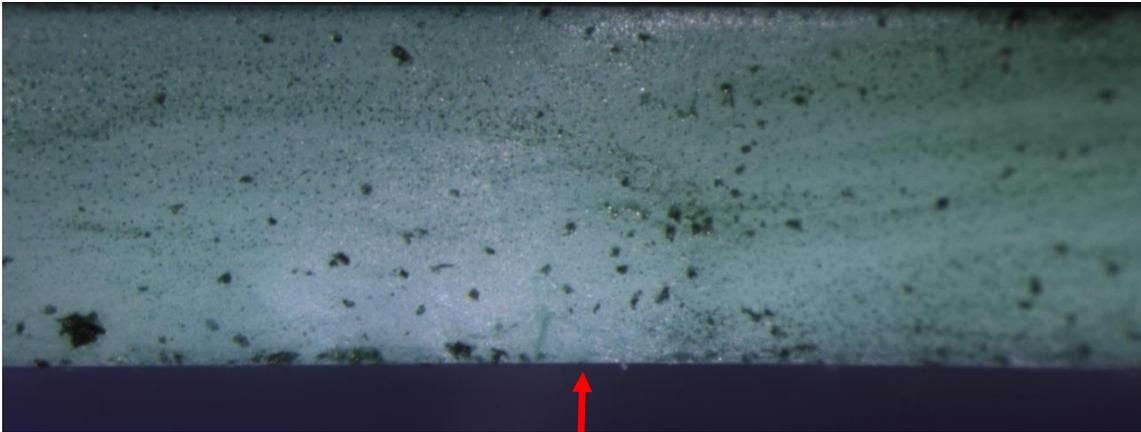
Legenda: é possível analisar o defeito originador da fratura na superfície (seta vermelha), 30x.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 35- Superfície de fratura de uma amostra do grupo ISD



Legenda: é possível analisar o formato de torre de igreja, que é característico de algumas fraturas, com a presença do defeito causador da fratura na superfície (seta), 40x.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 36- Superfície de fratura de uma amostra do grupo ICD



Legenda: visualização do defeito originador (seta), aumento de 30X.
Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

No presente estudo, foi analisado o comportamento de um material cerâmico submetido a diferentes tratamentos de superfície, após a simulação do desgaste fisiológico.

De acordo com os resultados, os três grupos apresentaram comportamentos diferentes em algumas propriedades e semelhantes em outras, sendo possível responder às questões investigadas. As zircônias infiltradas pelo método sol-gel, glazeadas e polidas apresentaram diferença estatística quanto a resistência à flexão biaxial, a rugosidade de superfície e a dureza. Após a simulação do desgaste fisiológico, não houve diferença entre os grupos nas propriedades testadas, porém constatou-se que as zircônias glazeadas possuem um potencial de desgaste ao análogo do esmalte cerca de 4 a 6 vezes mais, quando comparadas às infiltradas e polidas.

O potencial de desgaste pode estar relacionado com os resultados das análises de perfilometria óptica e rugosidade, pois constatou-se que o *glaze* proporciona uma superfície mais irregular e rugosa (Figura 25), resultado que vai de acordo com Sun et al. (2016) e Hmaidouch et al. (2014). Uma superfície rugosa pode promover um maior desgaste ao antagonista (*glaze* = 12,14%), resultado de uma maior abrasão. Também foi possível observar que após a realização do polimento, a rugosidade diminuiu consideravelmente, pois o processo de polimento consiste na remoção das irregularidades do material, promovendo alisamento. Esse tratamento desgastou 2,28% do antagonista. Assim, quanto maior a rugosidade, maior o desgaste, corroborando com os resultados de Hara et al. (2014) e Bai et al. (2016). Esses autores justificaram seus resultados com base no pequeno tamanho dos grãos da zircônia monolítica (Hara et al., 2014) ou na

remoção rápida de *glaze* durante o desgaste expondo a zircônia rugosa adjacente. A segunda explicação não parece ajustar-se aos nossos resultados, porque todos os três tratamentos promoveram a mesma exposição, portanto, pode-se dizer que a rugosidade inicial deve ser mais determinante para a quantidade de desgaste antagonista. Como exemplo, a zircônia infiltrada com sílica proposta no presente estudo apresentou substancialmente menor rugosidade, pois a camada de superfície formada por silicato de zircônia é mais homogênea e regular, em comparação às amostras glazeadas (Figuras 22 e 23), resultando no desgaste de 3,62% do análogo ao esmalte.

A partir dos testes de microdureza observou-se que o *glaze* proporciona uma superfície mais dura e, que o polimento e a infiltração não diferem estatisticamente (Tabela 8). Dureza e rugosidade dos materiais influenciam no potencial do desgaste (Heintze et al., 2008), com isso podemos associar as maiores médias de dureza e rugosidade do grupo glazeado ao maior desgaste ao antagonista, enquanto menores médias, grupo infiltrado seguido do polido, correspondem a menor desgaste.

Anselmi-Tamburini et al. (2007) e Zhang Y (2014), verificaram que a translucidez está associada à porosidade e a orientação cristalográfica dos grãos. Sendo assim, um material com menor quantidade de poros e maior densidade, apresentará maior translucidez.

Na infiltração de sílica pelo método sol-gel, a sílica difunde-se e reage com a zircônia, a partir da penetração em poros e defeitos, dado verificado em um estudo de Campos et al. (2016). Neste estudo foi proposto a infiltração de sílica em uma zircônia translúcida, que apresentou estrutura mais densa comparada a zircônia convencional, portanto, com menor porosidade. Esse fato resultou em uma infiltração com menor potencial de difusão e menor infiltração que levou à remoção da camada de sílica após a simulação do desgaste. Nesse sentido, a sílica

e o *glaze* apresentaram comportamentos semelhantes, pois podem ser rapidamente desgastadas por um análogo do esmalte.

Estudos laboratoriais devem se aproximar das condições clínicas reais, portanto a simulação do desgaste fisiológico em meio úmido norteou essa pesquisa para que os resultados apresentassem a maior veracidade possível. Também por isso, utilizou-se esteatita como antagonista, assim como os estudos de Preis et al. (2012, 2016) e Hahnel et al. (2011). Esta proposta se deve ao fato da esteatita ser considerada na literatura como um análogo ao esmalte dental, por possuírem modos de elasticidade próximos (Esteatita: 90 GPa, Esmalte dental: 40-80 GPa), (Wassell et al., 1994a, 1994b). No entanto, durante a realização do teste mecânico, observou-se fragilidade nas esteatitas muitas vezes não suportando a ciclagem até o final e precisou ser substituída. Assim, nem todos os pistões de esteatita puderam ser submetidos à quantificação de perda de massa. Com isso, antagonistas em zircônia poderiam ser mais ideais porque mantêm a sua forma durante todo o período de teste, como o resultado obtido por Ghazal et al. (2008b), mas um antagonista em esmalte talvez apresentasse a mesma fragilidade da esteatita.

Além da composição do antagonista, outros fatores influenciam a simulação do desgaste, como frequência e quantidade de ciclos. Há na literatura vários estudos com uma variação desses parâmetros. Para frequência pode-se encontrar valores entre 1,2 a 1,7 Hz. Já quantidade de ciclos existe uma variação mais significativa (Lambrechts et al., 2006). No presente estudo foi utilizado uma frequência de 1,7 Hz e 300.000 ciclos. Segundo Woda et al. (2006), a média de velocidade de mastigação para os indivíduos dentados é de 1,7 Hz e, Sakaguchi et al. (1986), relataram que o desgaste produzido por 300.000 ciclos mastigatórios em um simulador de mastigação corresponde em média a um ano e três meses de uso clínico.

Após as análises de MEV, observou-se a penetração do *glaze* nos defeitos da zircônia, ocasionando depressões na superfície e a formação de trincas. Essas trincas podem advir das diferenças de coeficiente de expansão térmica dos materiais (Serbena, Zanotto, 2012; Mackert et al., 1994) e podem influenciar na resistência do material. É possível observar na Tabela 10, que antes da simulação do desgaste, o grupo glazeado apresentou média de resistência inferior ao grupo polido. Para os grupos polidos, foi possível observar ranhuras na superfície, tanto na perfilometria óptica, como na microscopia eletrônica de varredura, resultantes do processo de polimento. Essas ranhuras indicam o tracionamento dos grãos na superfície.

Com as análises de DRX, observou-se que os grupos glazeados e infiltrados apresentaram apenas a zircônia tetragonal, ou seja, os tratamentos e a simulação do desgaste fisiológico não induziram a transformação de fase do material. Porém, no grupo PSD houve aumento do pico associado à formação de uma fase cúbica comprimida (ZrC2), com base nas análises de pico pelo método de Rietveld. Portanto, após uma quantificação abrangente das fases, foi possível verificar a presença de uma fase cúbica na zircônia translúcida (HT) (ZrC -19%). No entanto, na amostra PSD, observou-se a presença de duas fases cúbicas: uma com características semelhantes a ZrC (ZrC1- 12%) e outra fase cúbica comprimida (ZrC2 – 30%). A fase ZrC2 é comprimida porque tem menores valores de parâmetros de rede e volume, e maior densidade em comparação à ZrC e ZrC1.

Os grupos infiltrados com sílica apresentaram as menores médias de resistência à flexão biaxial (Tabela 10), o que pode ser devido às diferenças na formação de silicatos de zircônia e um certo grau de facetamento dos grãos de zircônia (Figura 18C) causados pela umidade da infiltração de sol gel (Tholey et al., 2009).

Porém, após a análise de Weibull os grupos não apresentaram diferença estatística significativa, o que significa que esse material também é homogêneo do ponto de vista estrutural, provavelmente devido a minimização dos defeitos na superfície a partir da infiltração, levando à menor variabilidade das resistências, resultado que corrobora com o estudo de Campos et al. (2016).

Após o teste de resistência à flexão biaxial, podemos correlacionar a quantidade de pedaços em que o disco fraturou com a resistência do material. Quanto mais pedaços são gerados após a fratura, significa que mais energia foi necessária para fraturá-lo. Neste estudo, os menores valores de resistência, grupos submetidos a simulação do desgaste fisiológico, ocasionaram na fratura do disco em 2 pedaços, já os maiores valores de resistência, grupos não submetidos a simulação do desgaste, resultaram em discos fraturados de 3 a 6 pedaços (Figura 30).

Dentre os grupos não submetidos ao desgaste, o grupo polido apresentou a maior média de resistência à flexão biaxial, esse fato pode ser resultado da minimização dos defeitos da superfície pelo polimento, diminuindo a probabilidade do início de uma trinca.

Em todos os grupos, as médias de resistência à flexão biaxial foram diminuídas após 3×10^5 ciclos. Assim como a aplicação de carga cíclica pode criar microfissuras na superfície de uma YTZP convencional e conseqüentemente reduzir a resistência mecânica (Cotes et al., 2014), a abrasão do desgaste também parece ser capaz de fazê-lo. Na realidade, tensões de tração são geradas com deslizamento do pistão contra o substrato e após a conclusão de cada ciclo uma fissura torna-se maior (Lee et al., 2014). Outros estudos clínicos são necessários para apoiar os resultados deste estudo *in vitro*.

7 CONCLUSÃO

Pode-se concluir que:

- a) as zircônias infiltradas por sílica são menos rugosas e possuem menor dureza se comparadas às glazeadas;
- b) a homogeneidade estrutural dos grupos foi a mesma, independentemente do tratamento de superfície ou da presença de desgaste na superfície;
- c) polimento e infiltração por sílica possuem menor potencial de desgaste ao antagonista do que o *glaze*;
- d) os grupos polidos apresentaram fase cúbica com grãos contraídos.

REFERÊNCIAS*

Amer R, Kürklü D, Kateeb E, Seghi RR. Three body wear potential of dental yttrium-stabilized zirconia ceramic after grinding, polishing, and glazing treatments. *J Prosthet Dent*. 2014 Nov;112(5):1151-5. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.12.021.

Anselmi-Tamburini U, Woolman JN, Munir ZA. Transparent Nanometric Cubic and Tetragonal Zirconia Obtained by High-Pressure Pulsed Electric Current Sintering. *Adv Funct Mater*. 2007 Nov;17:3267–73. doi: 10.1002/adfm.200600959.

Bai Y, Zhao J, Si W, Wang X. Two-body wear performance of dental colored zirconia after different surface treatments. *J Prosthet Dent*. 2016 Oct;116(4):584-590. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.02.006.

Biscaro L, Bonfiglioli R, Soattin M, Vigolo P. An in vivo evaluation of fit of zirconium-oxide based ceramic single crowns, generated with two CAD/CAM systems, in comparison to metal ceramic single crowns. *J Prosthodont*. 2013 Jan;22(1):36-41. doi: 10.1111/j.1532-849X.2012.00907.x.

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

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jan 2016]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Chai H, Lee JJ, Mieszko AJ, Chu SJ, Zhang Y. On the interfacial fracture of porcelain/zirconia and graded zirconia dental structures. *Acta Biomater.* 2014 Aug;10(8):3756-61. doi: 10.1016/j.actbio.2014.04.016.

Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc.* 2009 Aug;92(9):1901-20. doi: 10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x.

Chong BJ, Thangavel AK, Rolton SB, Guazzato M, Klineberg IJ. Clinical and laboratory surface finishing procedures for zirconia on opposing human enamel wear: A laboratory study. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015 Oct;50:93-103. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.06.007.

Condon JR, Ferracane JL. In vitro wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. *J Dent Res.* 1997 Jul;76(7):1405-11. doi: 10.1177/00220345970760071101.

Cotes C, Arata A, Melo RM, Bottino MA, Machado JP, Souza RO. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO₂-based dental ceramic. *Dent Mater.* 2014 Dec;30(12):e396-404. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.380.

DeHoff PH, Anusavice KJ. Viscoelastic stress analysis of thermally compatible and incompatible metal-ceramic systems. *Dent Mater.* 1998 Jul;14(4):237-45. doi: 10.1016/S0109-5641(98)00031-1.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007.

Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006 Apr;27(10):2186-92. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.11.021.

Dupriez ND, von Koeckritz AK, Kunzelmann KH. A comparative study of sliding wear of nonmetallic dental restorative materials with emphasis on

micromechanical wear mechanisms. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2015 May;103(4):925-34. doi: 10.1002/jbm.b.33193.

Faria AC, de Oliveira AA, Alves Gomes E, Silveira Rodrigues RC, Faria Ribeiro R. Wear resistance of a pressable low-fusing ceramic opposed by dental alloys. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014 Apr;32:46-51. doi: 10.1016/j.jmbbm.2013.12.018.

Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle CH. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent.* 2008 May;36(5):316-21. doi: 10.1016/j.jdent.2008.01.017.

Garcia A, Spim JA, Santos CA. *Ensaio dos materiais.* Rio de Janeiro: LTC; 2012.

Ghazal M, Yang B, Ludwig K, Kern M. Two-body wear of resin and ceramic denture teeth in comparison to human enamel. *Dent Mater.* 2008a Apr;24(4):502-7. doi: 10.1016/j.dental.2007.04.012.

Ghazal M, Albashaireh ZS, Kern M. Wear resistance of nanofilled composite resin and feldspathic ceramic artificial teeth. *J Prosthet Dent.* 2008b Dec;100(6):441-8. doi: 10.1016/S0022-3913(08)60262-0.

Hahnel S, Schultz S, Trempler C, Ach B, Handel G, Rosentritt M. Two-body wear of dental restorative materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2011 Apr;4(3):237-44. doi: 10.1016/j.jmbbm.2010.06.001.

Hara M, Takuma Y, Sato T, Koyama T, Yoshinari M. Wear performance of bovine tooth enamel against translucent tetragonal zirconia polycrystals after different surface treatments. *Dent Mater J.* 2014;33(6):811-7. doi: 10.4012/dmj.2014-097.

Heintze SD, Cavalleri A, Forjanic M, Zellweger G, Rousson V. Wear of ceramic and antagonist--a systematic evaluation of influencing factors in vitro. *Dent Mater.* 2008 Apr;24(4):433-49. doi: 10.1016/j.dental.2007.06.016.

Hmaidouch R, Müller WD, Lauer HC, Weigl P. Surface roughness of zirconia for full-contour crowns after clinically simulated grinding and polishing. *Int J Oral Sci.* 2014 Dec;6(4):241-6. doi: 10.1038/ijos.2014.34.

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

Johansson C, Kmet G, Rivera J, Larsson C, Vult Von Steyern P. Fracture strength of monolithic all-ceramic crowns made of high translucent yttrium oxide-stabilized zirconium dioxide compared to porcelain-veneered crowns and lithium disilicate crowns. *Acta Odontol Scand.* 2014 Feb;72(2):145-53. doi: 10.3109/00016357.2013.822098.

Jung RE, Sailer I, Hämmerle CH, Attin T, Schmidlin P. In vitro color changes of soft tissues caused by restorative materials. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2007 Jun;27(3):251-7.

Kandil FA, Lord JD, Fry AT, Grant PV. A Review of Residual Stress Measurement Methods- a guide to technique selection. NPL Report MATC(A)04, February 2001.

Kim MJ, Oh SH, Kim JH, Ju SW, Seo DG, Jun SH, et al. Wear evaluation of the human enamel opposing different Y-TZP dental ceramics and other porcelains. *J Dent.* 2012 Nov;40(11):979-88. doi: 10.1016/j.jdent.2012.08.004.

Kontos L, Schille C, Schweizer E, Geis-Gerstorfer J. Influence of surface treatment on the wear of solid zirconia. *Acta Odontol Scand.* 2013 May-Jul;71(3-4):482-7. doi: 10.3109/00016357.2012.696690.

Lambrechts P, Debels E, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. How to simulate wear? Overview of existing methods. *Dent Mater.* 2006 Aug;22(8):693-701. doi: 10.1016/j.dental.2006.02.004.

Lawson NC, Janyavula S, Syklawer S, McLaren EA, Burgess JO. Wear of enamel opposing zirconia and lithium disilicate after adjustment, polishing and glazing. *J Dent*. 2014 Dec;42(12):1586-91. doi: 10.1016/j.jdent.2014.09.008.

Lee A, Swain M, He L, Lyons K. Wear behavior of human enamel against lithium disilicate glass ceramic and type III gold. *J Prosthet Dent*. 2014 Dec;112(6):1399-405. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.08.002.

Lu J. Handbook of measurement of residual stresses. Lilburn, GA: Fairmont Press; 1996.

Mackert JR Jr, Rueggeberg FA, Lockwood PE, Evans AL, Thompson WO. Isothermal anneal effect on microcrack density around leucite particles in dental porcelain. *J Dent Res*. 1994 Jun;73(6):1221-7. doi: 10.1177/00220345940730061401.

Mitov G, Heintze SD, Walz S, Woll K, Muecklich F, Pospiech P. Wear behavior of dental Y-TZP ceramic against natural enamel after different finishing procedures. *Dent Mater*. 2012 Aug;28(8):909-18. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.010.

Miyamoto Y, Kaysser WA, Rabin BH, Kawasaki A, Ford RG. *Functionally Graded Materials: design, processing and applications*. Springer Science & Business Media; 1999. doi: 10.1007/978-1-4615-5301-4.

Mundhe K, Jain V, Pruthi G, Shah N. Clinical study to evaluate the wear of natural enamel antagonist to zirconia and metal ceramic crowns. *J Prosthet Dent*. 2015 Sep;114(3):358-63. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.03.001.

Nakashima J, Taira Y, Sawase T. In vitro wear of four ceramic materials and human enamel on enamel antagonist. *Eur J Oral Sci*. 2016 Jun;124(3):295-300. doi: 10.1111/eos.12272.

Park JH, Park S, Lee K, Yun KD, Lim HP. Antagonist wear of three CAD/CAM anatomic contour zirconia ceramics. *J Prosthet Dent*. 2014 Jan;111(1):20-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.06.002.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/S0142-9612(98)00010-6.

Potiket N, Chiche G, Finger IM. In vitro fracture strength of teeth restored with different all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2004 Nov;92(5):491-5. doi: 10.1016/S0022391304005840.

Preis V, Behr M, Kolbeck C, Hahnel S, Handel G, Rosentritt M. Wear performance of substructure ceramics and veneering porcelains. *Dent Mater*. 2011 Aug;27(8):796-804. doi: 10.1016/j.dental.2011.04.001.

Preis V, Behr M, Handel G, Schneider-Feyrer S, Hahnel S, Rosentritt M. Wear performance of dental ceramics after grinding and polishing treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2012 Jun;10:13-22. doi: 10.1016/j.jmbbm.2012.03.002.

Preis V, Weiser F, Handel G, Rosentritt M. Wear performance of monolithic dental ceramics with different surface treatments. *Quintessence Int*. 2013 May;44(5):393-405. doi: 10.3290/j.qi.a29151.

Preis V, Schmalzbauer M, Bougeard D, Schneider-Feyrer S, Rosentritt M. Surface properties of monolithic zirconia after dental adjustment treatments and in vitro wear simulation. *J Dent*. 2015 Jan;43(1):133-9. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.011.

Preis V, Grumser K, Schneider-Feyrer S, Behr M, Rosentritt M. Cycle-dependent in vitro wear performance of dental ceramics after clinical surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Jan;53:49-58. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.08.009.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004 Dec;92(6):557-62. doi: 10.1016/S0022391304006158.

Raja TA, Littlewood SJ, Munyombwe T, Bubb NL. Wear resistance of four types of vacuum-formed retainer materials: a laboratory study. *Angle Orthod.* 2014 Jul;84(4):656-64. doi: 10.2319/061313-448.1.

Sabrah AH, Cook NB, Luangruangrong P, Hara AT, Bottino MC. Full-contour Y-TZP ceramic surface roughness effect on synthetic hydroxyapatite wear. *Dent Mater.* 2013 Jun;29(6):666-73. doi: 10.1016/j.dental.2013.03.008.

Sakaguchi RL, Douglas WH, DeLong R, Pintado MR. The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater.* 1986 Dec;2(6):235-40. doi: 10.1016/S0109-5641(86)80034-3.

Samodurova A, Kocjan A, Swain MV, Kosmač T. The combined effect of alumina and silica co-doping on the ageing resistance of 3Y-TZP bioceramics. *Acta Biomater.* 2015 Jan;11:477-87. doi: 10.1016/j.actbio.2014.09.009.

Serbena FC, Zanotto ED. Internal residual stresses in glass–ceramics: a review. *J Non-Crystalline Solids.* 2012 Apr;358:975–84. doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2012.01.040.

Stober T, Bermejo JL, Rammelsberg P, Schmitter M. Enamel wear caused by monolithic zirconia crowns after 6 months of clinical use. *J Oral Rehabil.* 2014 Apr;41(4):314-22. doi: 10.1111/joor.12139.

Sun S, Liang R, Ren J, Xu Y, Zhao Y, Meng H. Influence of polishing and glazing on the wear of zirconia and enamel. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi.* 2016 May;51(5):300-4. doi: 10.3760/cma.j.issn.1002-0098.2016.05.010. Chinese.

Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater.* 2009 Jun;5(5):1668-77. doi: 10.1016/j.actbio.2008.12.016.

Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dent Mater.* 2009 Jul;25(7):857-62. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.006.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JA, Correr-Sobrinho L. Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength. *Oper Dent.* 2012 Mar-Apr;37(2):181-7. doi: 10.2341/10-220-L.

Wassell RW, McCabe JF, Walls AW. A two-body frictional wear test. *J Dent Res.* 1994a Sep;73(9):1546-53. doi: 10.1177/00220345940730091001.

Wassell RW, McCabe JF, Walls AW. Wear characteristics in a two-body wear test. *Dent Mater.* 1994b Jul;10(4):269-74. doi:10.1016/0109-5641(94)90073-6.

Woda A, Mishellany A, Peyron MA. The regulation of masticatory function and food bolus formation. *J Oral Rehabil.* 2006 Nov;33(11):840-9. doi: 10.1111/j.1365-2842.2006.01626.x.

Zhang F, Vanmeensel K, Batuk M, Hadermann J, Inokoshi M, Van Meerbeek B, et al. Highly-translucent, strong and aging-resistant 3Y-TZP ceramics for dental restoration by grain boundary segregation. *Acta Biomater.* 2015 Apr;16:215-22. doi: 10.1016/j.actbio.2015.01.037.

Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, et al. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater.* 2016 Dec;32(12):e327-e337. doi: 10.1016/j.dental.2016.09.025.

Zhang Y, Kim JW. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2009 Jun;25(6):781-90. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.002.

Zhang Y, Kim JW. Graded zirconia glass for resistance to veneer fracture. *J Dent Res.* 2010 Oct;89(10):1057-62. doi: 10.1177/0022034510375289.

Zhang Y, Sun MJ, Zhang D. Designing functionally graded materials with superior load-bearing properties. *Acta Biomater.* 2012a Mar;8(3):1101-8. doi: 10.1016/j.actbio.2011.11.033.

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

Zhang Y, Lee JJ, Srikanth R, Lawn BR. Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. *Dent Mater.* 2013 Dec;29(12):1201-8. doi: 10.1016/j.dental.2013.09.004.

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