



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

**CAMILA FERREIRA LEITE MADRUGA DOMINGUES**

**INFLUÊNCIA DO MODO DE SINTERIZAÇÃO NAS  
PROPRIEDADES SUPERFICIAIS E LIMITE DE FADIGA  
DE UMA NOVA CERÂMICA DE ZIRCÔNIA**

2020

**CAMILA FERREIRA LEITE MADRUGA DOMINGUES**

**INFLUÊNCIA DO MODO DE SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES  
SUPERFICIAIS E LIMITE DE FADIGA DE UMA NOVA CERÂMICA  
DE ZIRCÔNIA**

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

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de biomateriais e novas tecnologias em odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Bottino

São José dos Campos

2020

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2020]. 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).

Domingues, Camila Ferreira Leite Madruga

Influência do modo de sinterização nas propriedades superficiais e limite de fadiga de uma nova cerâmica de zircônia / Camila Ferreira Leite Madruga Domingues. - São José dos Campos : [s.n.], 2020.  
91 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2020.

Orientadora: Marco Antonio Bottino.

1. Zircônia translúcida. 2. Fadiga. 3. Sinterização. 4. Fractografia. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Tit. Marco Antonio Bottino**

Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” - Unesp  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**

Universidade de São Paulo  
Odontologia da USP  
Campus de São Paulo

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lilian Costa Anami**

Universidade Santo Amaro - Unisa  
Instituto de Ensino Superior  
Campus de Santo Amaro

**Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra**

Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” - Unesp  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus de São José dos Campos

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata Marques de Melo Marinho**

Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” - Unesp  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 6 de março de 2020.

## DEDICATÓRIA

Eu dedico esse trabalho aos meus pais, **Emídio Maciel Madruga** e **Margareth Ferreira Leite Madruga**. Vocês sempre foram o exemplo de força, dedicação e amor, me incentivando e me motivando a sempre seguir o meu caminho de forma tão intensa e independente.

À minha irmã e melhor amiga **Cristina Ferreira Leite Madruga Dinamarco** que, com o seu jeito doce e sincero, sempre esteve ao meu lado. Suas palavras, olhares e gestos sempre me acompanharam e foram responsáveis pelas decisões mais importantes da minha vida.

Ao meu marido e grande amor **Marcelo Domingues Pereira**, que acompanhou cada passo, cada etapa e cada momento dessa longa jornada, me apoiando, cuidando das nossas amadas filhas e contribuindo para que esse grande marco na minha vida fosse realizado. Sem você nada disso seria possível!

Às minhas filhas **Helena** e **Luiza** que simplesmente são a razão de eu acordar todos os dias.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente à Deus, por sempre abençoar o meu caminho.

Ao meu mentor e orientador **Prof. Dr. Marco Antonio Bottino**, que sempre demonstrou acreditar no meu potencial e me guiou de forma brilhante.

Ao **Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra**, um amigo para todas as horas.

Aos **Profª. Drª. Renata Marques de Melo Marinho** e **Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro**, pelos ensinamentos. Vocês foram verdadeiros mestres!

Ao **Gabriel Kalil Rocha Pereira**, que esteve presente em diversas etapas dessa jornada. Agradeço a imensa contribuição!

Aos meus colegas e anjos de pós-graduação **Amanda Maria de Oliveira Dal Piva** e **João Paulo Mendes Tribst**, por toda amizade e incentivo.

À **Profª. Drª. Taciana Marco Ferraz Caneppele**, pelas excelentes aulas e pelo grande auxílio na realização de um dos ensaios desse trabalho.

Ao **Prof. Dr. João Paulo Machado**, pelo exemplo de conhecimento.

A todos os professores que passaram pelo meu caminho durante esses anos de pós-graduação.

A todos os meus colegas de pós-graduação, pelas trocas de experiência e pelos bons momentos que passamos.

Agradeço à Ivoclar Vivadent, em especial ao **Thomas Völkel**, pelo grande incentivo e pelos materiais utilizados nesse trabalho.

"When a great moment knocks on the door of your life, it is often no louder than the beating of your heart, and it is very easy to miss it".

*Boris Pasternak*

## SUMÁRIO

|                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| LISTA DE FIGURAS .....                                                                                      | 9  |
| LISTA DE TABELAS.....                                                                                       | 11 |
| RESUMO .....                                                                                                | 12 |
| ABSTRACT .....                                                                                              | 14 |
| 1 INTRODUÇÃO .....                                                                                          | 15 |
| 2 REVISÃO DE LITERATURA .....                                                                               | 18 |
| 2.1 Cerâmicas.....                                                                                          | 18 |
| 2.2 Processos de sinterização .....                                                                         | 20 |
| 2.3 Ensaios de fadiga .....                                                                                 | 21 |
| 3 PROPOSIÇÃO .....                                                                                          | 25 |
| 4 MATERIAL E MÉTODOS.....                                                                                   | 26 |
| 4.1 Confecção dos corpos de prova .....                                                                     | 26 |
| 4.2 Caracterização da superfície do material .....                                                          | 29 |
| 4.2.1 Rugosidade do material .....                                                                          | 29 |
| 4.2.2 Perfilometria .....                                                                                   | 30 |
| 4.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) e<br>Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)..... | 30 |
| 4.2.4 Difração de Raios-X (DRX).....                                                                        | 31 |
| 4.3 Teste de fadiga <i>Staircase</i> .....                                                                  | 31 |
| 4.4 Análise fractográfica .....                                                                             | 33 |
| 4.5 Mensuração de Cor e Translucidez .....                                                                  | 33 |
| 4.6 Análise estatística .....                                                                               | 34 |
| 5 RESULTADO .....                                                                                           | 36 |
| 5.1 Caracterização da superfície do material .....                                                          | 36 |
| 5.1.1 Rugosidade superficial.....                                                                           | 36 |
| 5.1.2 Perfilometria .....                                                                                   | 38 |

|                                                       |    |
|-------------------------------------------------------|----|
| 5.1.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) e |    |
| Espectroscopia por dispersão de energia (EDS).....    | 39 |
| 5.1.4 Difração de Raios-X (DRX).....                  | 42 |
| 5.2 Teste de fadiga <i>Staircase</i> .....            | 43 |
| 5.3 Análise fractográfica .....                       | 45 |
| 5.4 Cor e Translucidez .....                          | 46 |
| 6 DISCUSSÃO .....                                     | 50 |
| 7 CONCLUSÃO .....                                     | 55 |
| REFERÊNCIAS .....                                     | 57 |
| APÊNDICE .....                                        | 63 |

## LISTA DE FIGURAS

|                                                                                                                                                                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 - Esquema da modificação da zircônia .....                                                                                                                                                            | 19 |
| Figura 2 - Gráfico de teste de fadiga <i>Staircase</i> .....                                                                                                                                                   | 24 |
| Figura 3 - Fluxograma do estudo .....                                                                                                                                                                          | 26 |
| Figura 4 - Imagens dos blocos que foram desgastados com lixas d'água de granulação decrescente #600 até #1200 para a obtenção de cilindros cerâmicos .....                                                     | 28 |
| Figura 5 - Imagem de um cilindro sendo seccionado em máquina de corte para a obtenção dos discos cerâmicos.....                                                                                                | 28 |
| Figura 6 - A) Amostras sendo sinterizadas no forno Programat CS4; B) Amostras antes e depois do processo de sinterização; C) Medição das amostras para confirmar a conformidade com a norma ISO 6872:2015..... | 29 |
| Figura 7 - Teste de normalidade para os dados de rugosidade .....                                                                                                                                              | 36 |
| Figura 8 - Imagens 2D e 3D de perfilometria .....                                                                                                                                                              | 39 |
| Figura 9 - MEV-FEG de amostra sinterizada pelo MP.....                                                                                                                                                         | 40 |
| Figura 10 - MEV-FEG de amostra sinterizada pelo MR .....                                                                                                                                                       | 40 |
| Figura 11 - MEV-FEG de amostras sinterizadas, respectivamente pelo MP e MR .....                                                                                                                               | 41 |

|                                                |    |
|------------------------------------------------|----|
| Figura 12 - Espectros de EDS das amostras..... | 42 |
| Figura 13 - Espectros de DRX das amostras..... | 43 |
| Figura 14 - Gráficos de <i>Staircase</i> ..... | 44 |
| Figura 15 - Análise fractográfica .....        | 46 |

## LISTA DE TABELAS

|                                                                                                                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 - ANOVA 1 fator (modo de sinterização) para cada parâmetro de rugosidade avaliado .....                                                                                                                           | 37 |
| Tabela 2 - Valores médios e desvio padrão da rugosidade ( $\mu\text{m}$ ) superficial de acordo com o modo de sinterização e parâmetro de rugosidade avaliado .....                                                        | 38 |
| Tabela 3 - Composição em massa dos espécimes por análise com EDS, sinterizados pelo modo padrão (MP) ou modo rápido (MR).....                                                                                              | 41 |
| Tabela 4 - Valores médios e desvio padrão (dp) para carga máxima à fratura, resistência à fadiga e 95% de intervalo de confiança segundo análise estatística de Collins (1993), de acordo com o modo de sinterização ..... | 45 |
| Tabela 5 - ANOVA1 fator para $L^*$ , $a^*$ e $b^*$ dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido .....                                                                                                              | 47 |
| Tabela 6 - Média e desvio padrão (dp) para $L^*$ , $a^*$ e $b^*$ dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido.....                                                                                                 | 48 |
| Tabela 7 - ANOVA1 fator para a translucidez dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido .....                                                                                                                     | 48 |
| Tabela 8 - Média e desvio padrão para translucidez dos discos sinterizados pelo MP ou MR.....                                                                                                                              | 49 |

Madruga CFL. Influência do modo de sinterização nas propriedades superficiais e limite de fadiga de uma nova cerâmica de zircônia. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

## RESUMO

O presente estudo tem como objetivo avaliar a influência do modo de sinterização nas propriedades superficiais e no limite de fadiga de uma nova cerâmica de zircônia (Y-TZP). 50 discos de cerâmica à base de óxido de zircônio (IPS e.max ZirCAD LT) para CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Manufacture) foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872:2015. Os discos foram divididos em dois grupos, de acordo com o modo de sinterização do material: MP (modo padrão) e MR (modo rápido). Os discos do grupo MP foram sinterizados conforme o programa padrão (n=25), enquanto os discos do grupo MR foram sinterizados utilizando o programa rápido (n=25). Por se tratar de um novo material, previamente ao ensaio de fadiga, cinco amostras de cada grupo foram confeccionadas de forma semelhante e utilizadas para as seguintes avaliações: rugosidade superficial, perfilometria, microscopia eletrônica de varredura (MEV), sistema de energia dispersiva (EDS), difração de raios-X e mensuração da cor e translucidez. Cinco discos de cada grupo foram submetidos ao teste monotônico de flexão biaxial com célula carga de 50 kgf e velocidade de 0,5 mm/min até o momento da fratura para determinação da carga a ser utilizada no teste de fadiga *staircase*. Setenta por cento do valor médio da carga máxima (MPa) registrada na fratura de cada espécime foi utilizado como carga inicial para o teste de fadiga. A carga foi aplicada sobre o espécime por 20.000 ciclos, a uma frequência de 20 Hz. As análises fractográficas dos espécimes foi realizada e amostras representativas foram submetidas à MEV para avaliação da origem da fratura. Comprovada a normalidade dos dados, os resultados de rugosidade superficial, limite de fadiga e leituras de cor foram avaliados através de ANOVA – 1 fator seguido pelo teste de Tukey, ambos com significância de 5%. O limite médio da fadiga em flexão biaxial foi calculado de acordo com o método de Collins (1993). As imagens de MEV e perfilometria foram avaliadas qualitativamente. ANOVA revelou não haver diferença para Ra, Rz e RSm ( $p>0.05$ ) entre MP ( $0,13\pm0,02$ ;  $1,21\pm0,26$ ;  $24,91\pm2,19$ ) e MR ( $0,14\pm0,03$ ;  $1,32\pm0,25$ ;  $24,68\pm2,26$ ). As microscopias confirmaram similaridade na morfologia superficial dos grupos. DRX apresentou semelhantes fases. A resistência à fadiga foi semelhante entre MP (512 MPa; 464.39 – 560.06) e MR (542 MPa; 472.49 - 611.51) e a fractografia apresentou a origem das falhas no lado de tração, independentemente do modo

de sinterização dos discos. Os valores de coordenadas  $L^*$  ( $p = 0,000$ ) e  $a^*$  ( $p = 0,001$ ) foram superiores para o grupo MR enquanto a coordenada  $b^*$  ( $p = 0,977$ ) foi semelhante entre os modos de sinterização. E, um valor de  $\Delta E = 2$  foi observado. Já a translucidez foi semelhante entre os grupos ( $p = 0,788$ ).

Palavras-chave: Zircônia translúcida. Fadiga. Sinterização.

Camila FLM. Influence of sintering mode on surface properties and fatigue limit of a new zirconia ceramic. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2020.

## ABSTRACT

The present study aims to evaluate the influence of sintering mode on surface properties and fatigue limit of a new zirconia ceramic (Y-TZP). 50 zirconium oxide (IPS e.max ZirCAD LT) ceramic discs for CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Manufacture) were prepared based on ISO 6872:2015. The discs were divided into two groups according to the material sintering mode: MP (standard mode) and MR (fast mode). MP group discs were sintered according to the standard program ( $n = 25$ ), while MR group discs were sintered using the fast program ( $n = 25$ ). As it is a new material, before the fatigue test, five samples from each group were similarly made and used for the following evaluations: surface roughness, profilometry, scanning electron microscopy (SEM), dispersive energy system (EDS), X-ray diffraction and color and translucency measurements. Five discs from each group were submitted to the monotonic biaxial flexion test with a load cell of 50 kgf and 0.5 mm/min speed until the fracture moment to determine the load to be used in the staircase fatigue test. Seventy percent of the mean maximum strength (MPa) recorded during fracture of each specimen was used as the initial load for the fatigue test. The load was applied to the specimen for 20,000 cycles at a frequency of 20 Hz. Fractographic analyzes of the specimens were performed and representative samples were submitted to SEM to assess the origin of the fracture. Once the data normality was verified, the results of surface roughness, fatigue limit and color readings were evaluated by one-way ANOVA followed by Tukey's test, both with 5% significance. The mean limit of biaxial flexion fatigue was calculated according to the Collins method (1993). SEM and profilometry images were qualitatively evaluated. ANOVA revealed no difference for  $R_a$ ,  $R_z$  and  $R_{Sm}$  ( $p > 0.05$ ) between MP ( $0.13 \pm 0.02$ ;  $1.21 \pm 0.26$ ;  $24.91 \pm 2.19$ ) and MR ( $0.14 \pm 0.03$ ,  $1.32 \pm 0.25$ ;  $24.68 \pm 2.26$ ). The microscopies confirmed similarity in the superficial morphology of the groups. XRD presented similar phases. Fatigue strength was similar among MP (512 MPa; 464.39 - 560.06) and MR (542 MPa; 472.49 - 611.51) and fractography showed the failure origin on the tensile side, regardless of the sintering mode of the discs. The  $L^*$  ( $p = 0.000$ ) and  $a^*$  ( $p = 0.001$ ) coordinate values were higher for the MR group while the  $b^*$  coordinate ( $p = 0.977$ ) was similar within the sintering modes and a value of  $\Delta E = 2$  was observed. Translucency was similar between groups ( $p = 0.788$ ).

Keywords: Translucent zirconia. Fatigue. Sintering.

## 1 INTRODUÇÃO

A busca pela estética está em constante crescimento e, para atender às elevadas expectativas tanto dos pacientes quanto dos dentistas por restaurações de aspecto natural, biocompatíveis e duradouras, diversos tipos de sistemas cerâmicos vêm sendo desenvolvidos (Guess et al., 2011), fazendo com que as restaurações livres de metal se tornem cada vez mais reconhecidas na área odontológica (Denry, Holloway, 2010).

A consolidação da cerâmica livre de metal na prática odontológica fez com que houvesse um grande avanço neste segmento, desde as vitrocerâmicas, usadas idealmente como material de cobertura, até as cerâmicas reforçadas, como as baseadas em óxido de alumínio ou zircônio, desenvolvidas para a fabricação de infraestruturas de coroas e pontes (Guess et al., 2011).

As propriedades da cerâmica de zircônia são extremamente favoráveis, quais sejam, elevada tenacidade à fratura, alta dureza e resistência ao desgaste, estabilidade química (Piconi, Maccauro, 1999), biocompatibilidade, baixa propensão à adesão bacteriana e elevado valor de resistência flexural entre 800 e 1.200 MPa (Lawn et al., 2004), se comparadas às propriedades das demais cerâmicas dentárias. As propriedades mecânicas vantajosas permitem que, com este material, sejam realizadas próteses parciais fixas posteriores, bem como uma redução substancial na espessura da infraestrutura. Essas capacidades são bastante interessantes na prótese dentária, em que resistência e estética são altamente relevantes (Denry, Kelly, 2008).

Em termos de composição, os parâmetros estética e resistência são inversamente proporcionais, ou seja, quanto mais componentes forem associados para aumentar a resistência do material, menos estético é o resultado final (Holand et al., 2006), sendo o inverso também verdadeiro. Um exemplo

prático é a cerâmica de zircônia, que desde os anos 70 vem sendo usada na medicina e na odontologia devido às suas propriedades favoráveis, no entanto, por se tratar de um material extremamente opaco, o fator estético é apontado como uma limitação (Zhang et al., 2012).

A cerâmica de zircônia é um material policristalino tetragonal parcialmente estabilizado por ítria sem fase vítrea (Valandro, Bottino, 2009), a qual, por mais de 15 anos, tem sido utilizado na confecção de infraestruturas e, mais recentemente, na fabricação de restaurações monolíticas (Denry, Kelly, 2014). Com o avanço na pesquisa e desenvolvimento deste material, o interesse e a capacidade de utilizar a zircônia na fabricação de restaurações monolíticas (Stawarczyk et al., 2017) vem crescendo, especialmente devido ao desenvolvimento de algumas gerações deste material que apresentam um maior nível de translucidez beneficiando sua estética (Denry, Kelly, 2014).

Simultaneamente à evolução das gerações da cerâmica de zircônia, o processo de sinterização deste material vem adquirindo destaque. Em geral, a sinterização em estado sólido representa a densificação térmica de um pó compacto ou de um corpo poroso sem envolvimento de uma reação química com o objetivo de reduzir o estado de energia (entalpia livre) do sistema geral (Rothbrust, 2006).

Nos fornos habituais, todo o processo de sinterização, do aquecimento ao resfriamento até a temperatura ambiente, leva entre 5 e 15 horas, dependendo do modelo e da estratégia de queima, tanto do equipamento quanto do material. Portanto, o processo de sinterização é um fator limitante durante a fabricação de restaurações à base de zircônia, em função dos longos períodos necessários para a conclusão do processo (Ebeid et al., 2014).

Contudo, nos últimos anos, foram introduzidos no mercado novos fornos e programas de sinterização com ciclo de tempo reduzido, atendendo a demanda por redução de tempo e custo. Os diferentes processos e parâmetros de

sinterização podem afetar diretamente a microestrutura e as propriedades da zircônia (Chevalier, 2006). Ebeid et al. (2014) assumem que o processo de sinterização reduz os poros entre os grãos e aumenta a densidade final da zircônia, produzindo, portanto, menos dispersão e mais transmissão de luz. A influência deste efeito tem causado interesse na comunidade científica após a introdução no mercado de ciclos de sinterização curtos. Com isso, muitos autores têm estudado o efeito das mudanças no tempo de sinterização, na temperatura, na translucidez, no tamanho dos grãos e na resistência à flexão biaxial da infraestrutura de zircônia. Entretanto, o efeito destas mudanças nas propriedades de zircônias monolíticas permanece gerando dúvidas (Stawarczyk et al., 2013).

Diante destes aspectos e por se tratar de uma nova cerâmica de zircônia, parece ser pertinente a análise do efeito de diferentes processos de sinterização (padrão e rápido) na morfologia superficial, microestrutura, estabilidade de cor, translucidez e no limite de fadiga do material.

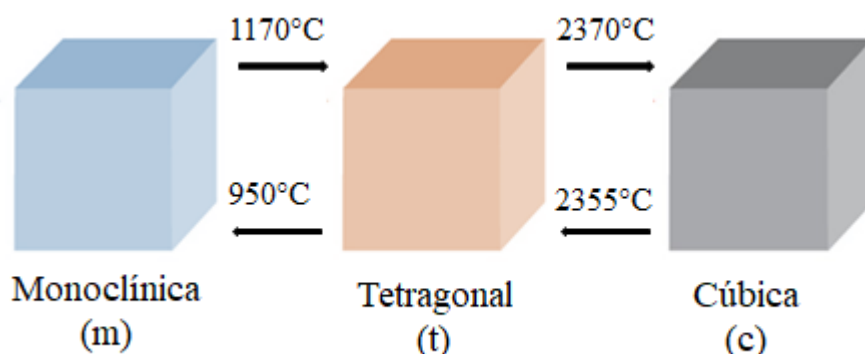
## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Cerâmicas

Uma das maneiras de classificar as cerâmicas odontológicas é através da sua microestrutura (Edward et al., 2009), ou seja, a partir da quantidade de fase vítrea e cristalina em sua composição. Deste modo, a zircônia pode ser classificada como um material policristalino tetragonal parcialmente estabilizado por ítria sem fase vítrea (Valandro, Bottino, 2009).

A zircônia é um material polimorfo que se apresenta em três fases principais (monoclínica, tetragonal e cúbica). Em temperatura ambiente, está presente na forma monoclínica (m) e é estável até 1.170 °C. Acima desta temperatura, os cristais passam à forma tetragonal (t) que é estável até 2.370 °C. A conformação cristalina estável acima desta temperatura é a cúbica (c) (Piconi, Maccauro, 1999; Rothbrust, 2006; Ebeid et al., 2014). Durante o resfriamento, a transformação de fase  $t \rightarrow m$  está associada a um aumento de volume de aproximadamente 3 a 4%. A tensão gerada por esta expansão pode originar trincas na estrutura da cerâmica (Piconi, Maccauro, 1999). Por este motivo, óxidos foram adicionados para estabilizar a zircônia, permitindo que a conformação tetragonal se mantenha em temperatura ambiente.

Figura 1 - Esquema da modificação da zircônia



Legenda: Modificação da zircônia em diferentes temperaturas.

Fonte: Elaborada pela autora.

Devido à baixa translucidez da cerâmica de zircônia tradicional e visando trazer benefícios ópticos para as restaurações, surgiram as coroas *bilayers*, que se constituem de infraestruturas de zircônia revestidas com uma cerâmica de cobertura, como por exemplo a cerâmica feldspática, de leucita ou fluorapatita (Benetti et al., 2014; Lee et al., 2015; D'Arcangelo et al., 2016). As diferentes características entre os dois materiais cerâmicos, bem como os distintos coeficientes de expansão térmica (CET), geram um estresse residual, que por sua vez pode causar falhas coesivas ou adesivas da cerâmica de cobertura, como delaminações ou lascamentos (Guess et al., 2008; Fahmy et al., 2010), comprometendo severamente a estética e/ou a função das restaurações. Uma alternativa encontrada para minimizar esses problemas foi a construção de coroas monolíticas, ou seja, restaurações fabricadas com um único tipo de material, entretanto, mesmo assim a estética muitas vezes ainda não é totalmente satisfatória (Schwindling et al., 2017).

Diante dessas adversidades, atualmente foram desenvolvidos outros tipos de cerâmicas de zircônia para uso monolítico, que apresentam um nível de translucidez ainda maior (Harada et al., 2016). Porém, as propriedades

mecânicas destas cerâmicas de alta translucidez, por possuírem um aumento na quantidade de fase cúbica e uma diminuição na quantidade de fase tetragonal, são comprometidas. Esta redução na resistência à flexão e na tenacidade à fratura leva a certas limitações referentes às indicações, à espessura e à dimensão de conectores. E, além da composição, Ebeid et al. (2014) afirmam que o aumento do tempo e a elevação da temperatura de sinterização da zircônia monolítica influenciam na melhora da translucidez e das características ópticas do material.

## **2.2 Processos de sinterização**

As restaurações de zircônia são fabricadas a partir de um material parcialmente sinterizado usinado de maneira suave seguido de um ciclo de sinterização final, ou através de um material totalmente sinterizado usinado de forma mais forte (Tinschert, 2004). A usinagem intensa pode induzir a transformação de fase  $t \rightarrow m$ , introduzir trincas e desgaste do equipamento de usinagem. Em contrapartida, a usinagem suave é mais fácil, mas pode produzir infraestruturas menos precisas em função da contração de sinterização que acompanha o processo de sinterização final (Luthardt et al., 2004).

Após a usinagem, a zircônia pré-sinterizada é finalmente densificada em um forno de alta temperatura desenvolvido especialmente para cerâmica de óxido. Por meio do processo de endurecimento final, os cristalitos individuais se aproximam a partir dos processos de difusão devido à ativação térmica, até que virtualmente nenhum poro permaneça na estrutura. Tal processo ocorre a 1.500 °C, sendo que tanto as taxas de aquecimento quanto de resfriamento são coordenadas com o procedimento de sinterização e, com isso, os processos

térmicos do equipamento e do material devem ser ajustados entre si (Rothbrust, 2006).

Os diferentes parâmetros de sinterização podem afetar diretamente a microestrutura e as propriedades da zircônia (Chevalier, 2006). Ebeid et al. (2014) assumem que o processo de sinterização reduz os poros entre os grãos e aumenta a densidade final da zircônia, produzindo, portanto, menos dispersão e mais transmissão de luz. A influência deste efeito tem causado interesse na comunidade científica após a introdução no mercado de ciclos de sinterização curtos. Muitos autores têm estudado o efeito das mudanças no tempo de sinterização e na temperatura, na translucidez, no tamanho dos grãos e na resistência à flexão biaxial da infraestrutura de zircônia. Entretanto, o efeito destas mudanças nas propriedades de zircônias monolíticas permanece gerando dúvidas (Stawarczyk et al., 2013).

Ebeid et al. (2014) afirmam que os diferentes parâmetros de sinterização afetam a rugosidade superficial, a resistência à flexão biaxial e a dureza de superfície de uma zircônia monolítica, pois o aumento na temperatura e no tempo de sinterização leva ao aumento do tamanho médio dos grãos e, da mesma forma, o aumento da densidade de sinterização pode promover um arranjo cristalino mais uniforme, favorecendo, portanto, uma melhor reflexão especular, transmissão de luz e percepção da cor.

## **2.3 Ensaio de fadiga**

A introdução das cerâmicas odontológicas trouxe muitos benefícios estéticos, mas muitas falhas clínicas surgiram associadas ao uso frequente destes materiais (Bonfante, Coelho, 2016), principalmente as cerâmicas com

propriedades estéticas mais desejáveis que tendem a ter menor resistência à propagação de trinca (Zhang et al., 2013).

Falha por fadiga pode ser definida como a fratura do material devido a propagação lenta de uma trinca sob tensões cíclicas repetidas de intensidade baixa (Zhang Y et al., 2013; Pereira GKR et al.2016). Para compreender melhor estas falhas, foram desenvolvidos ensaios mecânicos, tais como, testes de carga máxima à fratura e fadiga mecânica. Estes testes têm como finalidade avaliar a resistência de um material ou estrutura diante de um determinado tipo e intensidade de força.

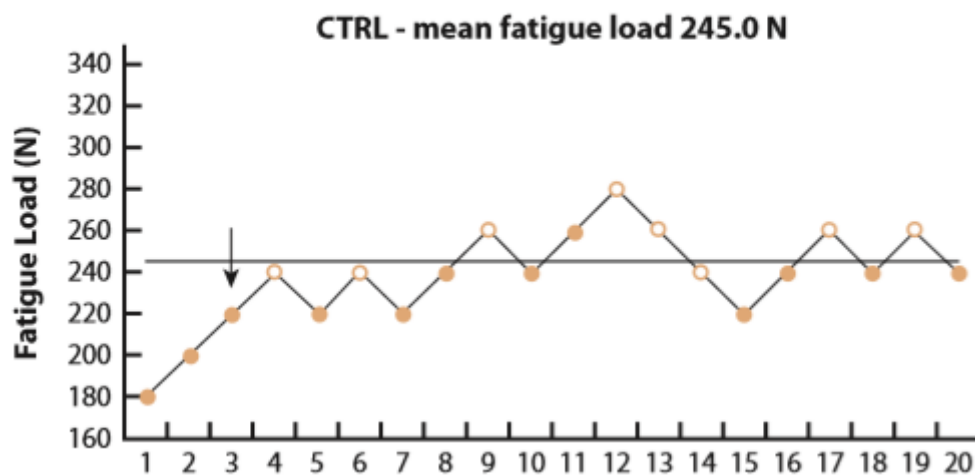
O teste de carga máxima à fratura é caracterizado pela aplicação de uma carga compressiva no material até que ocorra a sua fratura. Um gráfico de força versus deslocamento é gerado e a carga máxima é, portanto, identificada. Este teste, apesar de não representar o que acontece na boca, é bastante utilizado para compreender as falhas mecânicas, a resistência à fratura de materiais restauradores, além de ser utilizado como teste inicial na determinação dos perfis de testes de fadiga (El-Damanhoury et al., 2015; Aktas et al., 2016).

Por outro lado, os testes de fadiga mecânica foram introduzidos mais recentemente na literatura científica e representam cargas mecânicas cíclicas aplicadas sobre o material, seja em ambientes secos ou úmidos, simulando o acúmulo de danos que ocorrem nas restaurações no meio bucal (Venturini et al., 2017). Estes testes correspondem melhor às situações clínicas, pois, em boca, as restaurações cerâmicas estão susceptíveis a falharem por fadiga, principalmente em função da presença de umidade e forças mastigatórias cíclicas. Como exemplos de testes de fadiga, podemos citar o *Staircase*, o *Stepstress* e o *Stepwize*, cujos protocolos de execução ocorrem por meio da determinação das cargas inicial e final do teste de fadiga, realizado a partir dos valores obtidos pelo teste de carga máxima à fratura (monotônico) e utilizando-se 3 espécimes em máquina de ensaio universal. Apesar destes testes serem amplamente

conhecidos, não existem normas definidas a serem seguidas para a determinação dos valores de carga, assim como para o aumento da carga a cada número de ciclos completados.

O teste de fadiga *Staircase* (teste de escada) ou Up and Down é um dos ensaios experimentais mais utilizados para a determinação do valor médio do limite de resistência à fadiga de um componente mecânico e sua dispersão (Collins, 1993; Villefort et al., 2017). Neste método, um grupo de no mínimo 15 espécimes é selecionado para determinar o limite de resistência à fadiga para uma vida pré-determinada. O primeiro espécime é ensaiado com uma tensão superior à resistência esperada, até que falhe ou sobreviva. Se o espécime falhar antes de atingir a vida de interesse, a tensão é diminuída de um gradiente pré-selecionado e o segundo espécime é ensaiado sob esta nova tensão. Caso contrário, se o espécime atinge a vida de interesse sem ocorrência de falha, a tensão é elevada no valor correspondente ao gradiente pré-selecionado e, o segundo espécime, é então ensaiado sob uma tensão mais elevada. Logo, os espécimes avaliados sob esta metodologia, são submetidos a tensões inferiores ou superiores ao seu predecessor, conforme tenha havido ou não a falha.

Figura 2 - Gráfico de teste de fadiga *Staircase*



Legenda: Gráfico de teste de fadiga *Staircase* com 20 espécimes sendo que os círculos preenchidos representam os espécimes que sobreviveram e os círculos não preenchidos, os que falharam (Venturini AB et al., 2017).

Fonte: Elaborada pela autora.

### 3 PROPOSIÇÃO

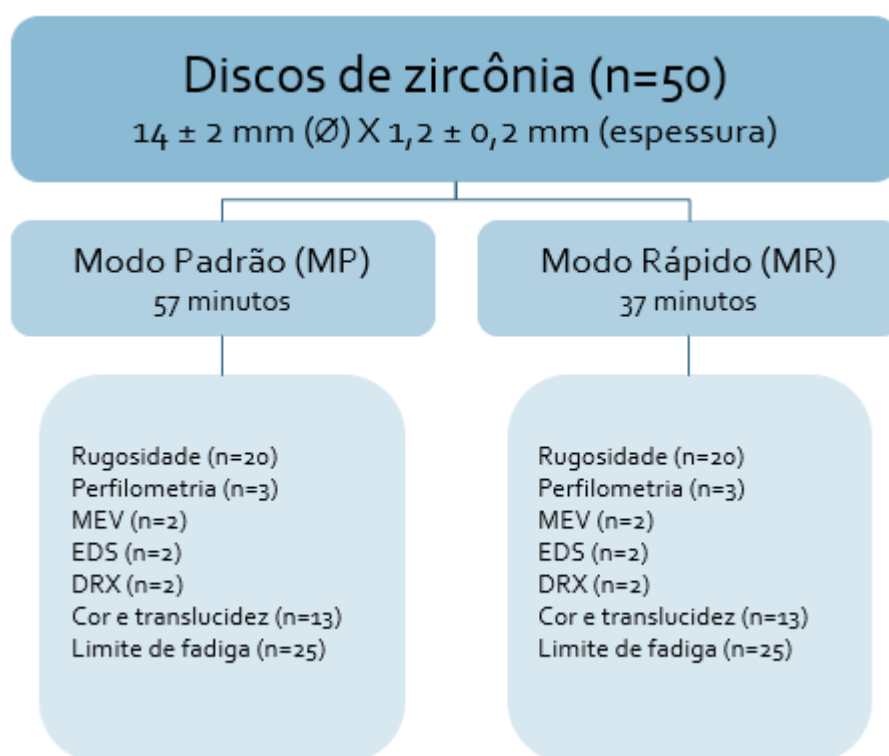
Este projeto tem como objetivos:

- a) Avaliar a influência do modo de sinterização nas propriedades superficiais de rugosidade e morfologia superficial de uma cerâmica monolítica à base de zircônia tetragonal, estabilizada por óxido de ítrio de alta translucidez;
- b) Avaliar a influência do modo de sinterização no limite de fadiga de uma cerâmica monolítica à base de zircônia tetragonal, estabilizada por óxido de ítrio de alta translucidez;
- c) Verificar se o modo de sinterização interfere na cor e no nível de translucidez de uma cerâmica monolítica à base de zircônia tetragonal, estabilizada por óxido de ítrio de alta translucidez.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

O fluxograma abaixo (Figura 3) apresenta resumidamente os grupos experimentais e o delineamento deste estudo:

Figura 3 - Fluxograma do estudo



Legenda: Distribuição das amostras nos grupos e metodologia empregada neste estudo.  
Fonte: Elaborada pela autora.

### 4.1 Confeccção dos corpos de prova

Os blocos da cerâmica de zircônia pré-sinterizados (lote W03411, IPS

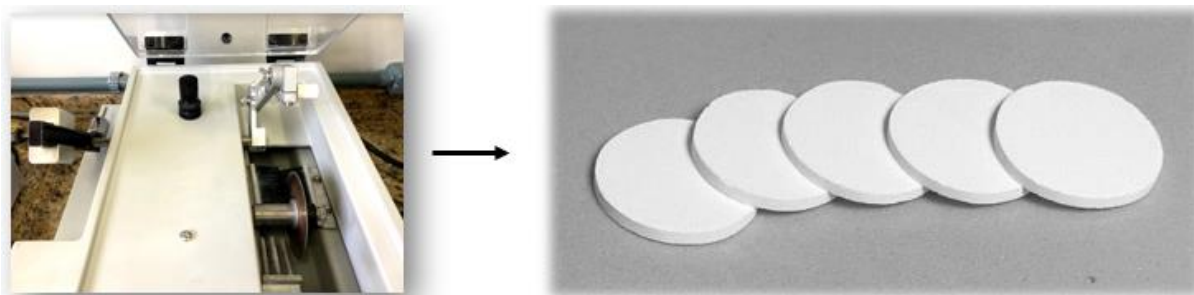
e.max ZirCAD LT, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Principado de Liechtenstein) foram desgastados com lixas d'água de granulação decrescente #600 até #1200 (3M ESPE, St Paul, EUA), sob refrigeração, para a obtenção de cilindros cerâmicos (Figura 4) que foram cortados em discos conforme indicado pela norma ISO 6872:2015. Estes discos foram seccionados com disco diamantado em máquina de corte (Isomet® 1000, Precision Sectioning Saw, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) também sob refrigeração constante, nas dimensões de 18 mm de diâmetro e 1,6 mm de espessura (Figura 6). Para remover as irregularidades ocasionadas pelo processo de corte dos cilindros, todos os discos tiveram as superfícies polidas com lixas d'água de granulação #1200, seguida de limpeza em banho ultrassônico com álcool isopropílico durante 5 minutos. Após limpeza, os discos foram submetidos aos processos de sinterização obtendo dimensões finais de 15 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura. Em seguida, os discos foram aleatoriamente distribuídos em dois grupos: MP e MR. No grupo MP o programa padrão foi utilizado para a sinterização da zircônia, com duração de 57 minutos no forno Programat® CS4 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Principado de Liechtenstein) (n=25). E, no grupo MR, foi utilizado o programa para rápida sinterização, com duração de 37 minutos no mesmo forno (n=25), de acordo com as instruções do fabricante. Após os processos de sinterização, todos os discos foram medidos cuidadosamente e, aqueles que apresentaram discrepâncias na dimensão acima do desvio recomendado ( $1,2 \pm 0,2$  mm), conforme indicado pela norma ISO 6872:2015, foram utilizados para as análises de superfície (Figura 6).

Figura 4 - Imagens dos blocos que foram desgastados com lixas d'água de granulação decrescente #600 até #1200 para a obtenção de cilindros cerâmicos



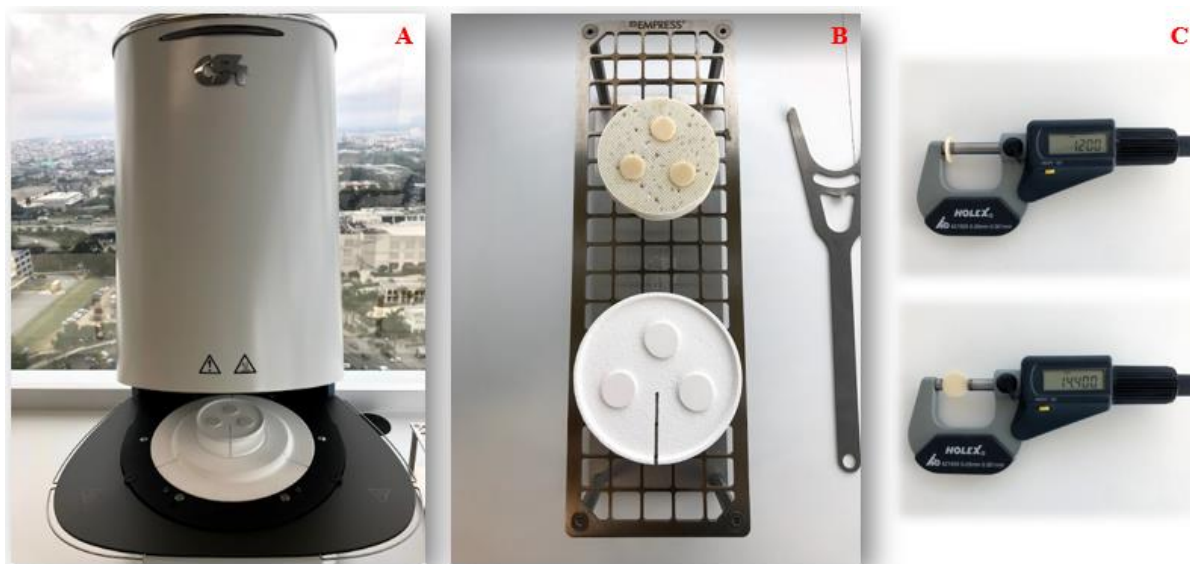
Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 5 - Imagem de um cilindro sendo seccionado em máquina de corte para a obtenção dos discos cerâmicos



Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 6 - A) Amostras sendo sinterizadas no forno Programat CS4; B) Amostras antes e depois do processo de sinterização; C) Medição das amostras para confirmar a conformidade com a norma ISO 6872:2015



Fonte: Elaborada pela autora.

## 4.2 Caracterização da superfície do material

### 4.2.1 Rugosidade do material

Para verificar a morfologia superficial dos discos, os mesmos foram submetidos à análise de rugosidade superficial sendo que três parâmetros foram verificados: Ra (rugosidade média), Rz (parâmetro de profundidade) e RSm (parâmetro de espaçamento entre os defeitos) (Dal Piva et al., 2018; Wennerberg, Albrektsson, 2000) através de 3 leituras (3 mm) paralelas equidistantes com velocidade de varredura de 0,8 mm/s, seguindo a norma ISO 4287:1997, com filtro Gaussiano e o valor cut-off de 0,8 mm, utilizando um

rugosímetro (Surftest SJ 400, Mitutoyo, Tóquio, Japão) (Dal Piva et al., 2018).

#### **4.2.2 Perfilometria**

Foram realizadas três leituras por espécime para análise qualitativa da superfície bidimensional e tridimensional de 3 discos de cada grupo, através de um perfilômetro óptico (Wyko NT1100, Veeco, Tucson, EUA). A análise da topografia superficial foi realizada utilizando o *software* Wyco Vision 32 (Veeco, Tucson, EUA) com aumento de 20<sup>x</sup> em uma área de 301,3 x 229,2 µm.

#### **4.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) e Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)**

Foi realizada análise EDS para observar se os diferentes modos de sinterização promoveriam alguma modificação na estrutura química da superfície dos espécimes. Para a realização da análise química, foi utilizado um espectrômetro por dispersão de energia acoplado ao MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca). Também foi realizada a microscopia eletrônica de varredura de alta resolução com canhão de emissão de campo para nanoestruturas (Magellan 400L, FEI Company, Brno - Moravia, República Tcheca) das superfícies de 2 amostras de cada grupo com a finalidade de caracterizar morfologicamente a superfície dos espécimes. Para isso, os discos foram metalizados com liga de ouro e paládio (Polaron SC 7620 Sputter Coater, Technologies Quorum, Newhaven, Reino Unido) por 65 segundos, a corrente de

10-15 mA, vácuo de 130 mTorr, taxa de revestimento: 3,5 nm / min e Pd - Au camada cerca de 80 Å. O MEV-FEG foi operado entre 15 e 30 kV.

#### **4.2.4 Difração de Raios-X (DRX)**

Foi realizada a análise de DRX a partir de um difratômetro de raios-X de alta resolução (GIXRD; Philips X'pert PRO MRD, Almelo, Holanda) em duas amostras por grupo, para analisar se os modos de sinterização influenciariam na mudança de fase do material. 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  $\lambda_{Cu} = 0,15418$  nm em um intervalo (-2) entre 10°C e 100°C, velocidade de varredura de 2 °min<sup>-1</sup>, 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.

#### **4.3 Teste de fadiga *Staircase***

Previamente ao teste *Staircase*, 5 amostras de cada grupo foram submetidas ao teste monotônico de flexão biaxial, conforme indicado pela norma ISO 6872:2015, em máquina de ensaio universal (DL1000, EMIC São

José dos Pinhais, Brasil) com célula carga de 50 kgf e velocidade de 1 mm/min até o momento da fratura. Antes do ensaio, uma fita adesiva foi fixada no lado de compressão de cada disco para evitar que os fragmentos se espalhassem (Quinn, 2007) e proporcionar um melhor contato entre o pistão e a amostra (Wachtman et al., 1972). A resistência flexural foi calculada de acordo com a norma ISO 6872:2015:  $\sigma = -0,2387P (X - Y)/b^2$ , onde  $\sigma$  é a tensão de tração máxima (MPa), P é a carga máxima à fratura (N), b é a espessura do espécime na origem da fratura (mm) e X e Y são calculados conforme equações (ISO 6872:2015) 1 e 2 descritas abaixo.

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

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

Onde  $\nu$  é o coeficiente de Poisson (0,23),  $r_1$  é o raio do círculo de suporte (5,77 mm),  $r_2$  é o raio da área carregada (0,8 mm) e,  $r_3$  corresponde ao raio do espécime (7,5 mm). O valor médio de resistência máxima à fratura (MPa) obtido para cada grupo determinou o perfil de aplicação das cargas durante o teste de fadiga. O limite de fadiga foi determinado para cada grupo com a sobrevivência do espécime às cargas durante 20.000 ciclos cada degrau (*step*) de carga, utilizando o método descrito por Collins (1993). A carga foi aplicada com amplitude variando de um mínimo de 10 MPa, apenas para evitar o movimento do espécime, até a tensão máxima aplicada com uma frequência de 20 Hz (Fraga et al., 2016).

70% do valor médio para cada grupo foi considerado como a carga inicial do teste. Havendo a sobrevivência do espécime à esta carga durante 20.000 ciclos, o espécime seguinte recebeu esta carga acrescida de 5% de valor

da carga máxima à fratura (CMF). Em caso de falha do primeiro espécime, o segundo espécime começou com o valor inicial subtraído de 5% da CMF. Este processo foi repetido até a conclusão dos testes de todos os corpos de prova (Pereira et al., 2016).

#### **4.4 Análise fractográfica**

Após o teste de fadiga, todos os espécimes fraturados foram avaliados em estereomicroscópio (Discovery V20, Carl-Zeiss, LLC, EUA) para análise da origem das falhas. Em seguida, os espécimes representativos foram submetidos à MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca).

#### **4.5 Mensuração de Cor e Translucidez**

Para realizar os procedimentos de tomada de cor e translucidez, foi utilizado o espectrofotômetro CM-2600d (Konica Minolta, Osaka, Japão), que possui uma esfera integrada. A cor e a distribuição espectral foram medidas de acordo com o Sistema CIE  $L^*a^*b^*$ , através do *software* Spectra Magic NX (Konica Minolta, Osaka, Japão) onde foi regulado o iluminante padrão D65 no modo de reflectância, com ou sem inclusão do ultravioleta (Lee et al., 2006; Caneppele et al., 2015), ângulo do observador 2° e a reflexão especular incluída (SCI). Antes da leitura, o aparelho foi calibrado com os padrões branco e preto fornecidos pelo fabricante juntamente com o aparelho. As coordenadas de cor dos fundos foram: branco (L:84.95; a:-0.38;b:2.93) e preto: (L:25.58; a:-0.15;

b:-0.24). Foi utilizado um contato óptico entre o espécime e o fundo utilizado (Ebeid et al., 2014).

Para a avaliação da cor dos espécimes, a leitura foi realizada sobre o fundo branco, com componente UV incluído. As diferenças de cor foram mostradas através das equações 3 e 4 fornecidas através do *software* Spectra Magic NX:

$$\Delta E_{ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad \text{Eq. (3)}$$

$$\Delta E_{00} = \{[\Delta L/(K_L S_L)]^2 + [\Delta C/(K_C S_C)]^2 + [\Delta h/(K_h S_h)]^2 + \Delta R\}^{1/2} \quad \text{Eq. (4)}$$

Onde  $\Delta L$ ,  $\Delta C$ ,  $\Delta h$  são as diferenças em luminosidade, saturação e matiz, respectivamente e,  $\Delta R$  é um termo de interação entre as diferenças de saturação e matiz.

A translucidez foi avaliada de acordo com o parâmetro de translucidez, que é a diferença de cor ( $\Delta E^*_{ab}$ ) entre a leitura sobre o fundo branco e o fundo preto. Esta diferença é calculada através da seguinte fórmula (5):

$$PT = [(L_p^* - L_b^*)^2 + (a_p^* - a_b^*)^2 + (b_p^* - b_b^*)^2]^{1/2} \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde, as letras subscritas p referem-se às coordenadas de cor sobre o fundo preto e as letras subscritas b referem-se àquelas sobre o fundo branco (Johnston et al., 1995; Caneppele et al., 2015).

#### 4.6 Análise estatística

Os dados de rugosidade, limite de fadiga e leituras de cor e translucidez foram avaliados através de ANOVA 1 fator, seguido pelo teste de Tukey ( $p=5\%$ ). O limite médio da fadiga em flexão biaxial foi calculado de acordo com o método de Collins (1993) e as imagens de MEV e perfilometria, avaliadas qualitativamente.

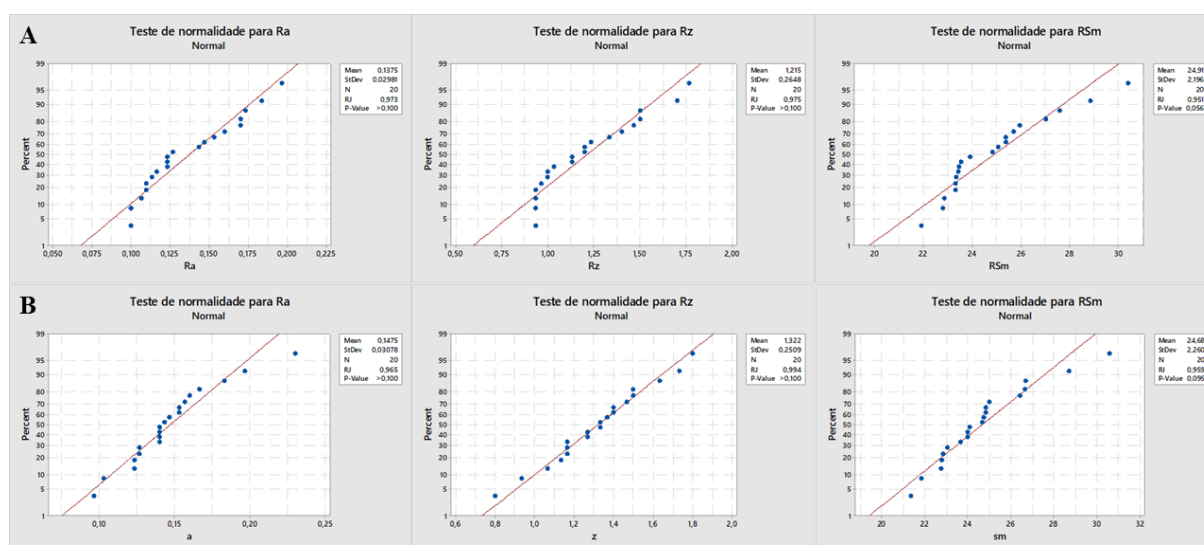
## 5 RESULTADO

### 5.1 Caracterização da superfície do material

#### 5.1.1 Rugosidade superficial

Após teste de normalidade Ryan-Joiner (similar ao Shapiro-Wilk), observou-se que os dados seguiram a normalidade ( $p > 0.05$ ) (Figura 4). Logo, foi realizada ANOVA 1 fator, comparando o modo de sinterização para cada parâmetro de rugosidade (Tabela 1).

Figura 7 - Teste de normalidade para os dados de rugosidade



Legenda: A) MP (Ra, Rz e RSm); B) MR (Ra, Rz e RSm).

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 1 - ANOVA 1 fator (modo de sinterização) para cada parâmetro de rugosidade avaliado

| Source               | DF | Adj SS   | Adj MS   | F-value | P-value |
|----------------------|----|----------|----------|---------|---------|
| Ra                   |    |          |          |         |         |
| Modo de sinterização | 1  | 0,001000 | 0,001000 | 1,09    | 0,303   |
| Error                | 38 | 0,024883 | 0,000918 |         |         |
| Total                | 39 | 0,035883 |          |         |         |
| Rz                   |    |          |          |         |         |
| Modo de sinterização | 1  | 0,1128   | 0,11378  | 1,71    | 0,199   |
| Error                | 38 | 2,5283   | 0,06654  |         |         |
| Total                | 39 | 2,6421   |          |         |         |
| RSm                  |    |          |          |         |         |
| Modo de sinterização | 1  | 0,552    | 0,5522   | 0,11    | 0,741   |
| Error                | 38 | 188,680  | 4,9653   |         |         |
| Total                | 39 | 189,232  |          |         |         |

ANOVA 1 fator revelou não haver influência do modo de sinterização nos parâmetros de rugosidade avaliados. Os valores médios dos parâmetros de rugosidade ( $\mu\text{m}$ ) e desvio padrão estão descritos na Tabela 2.

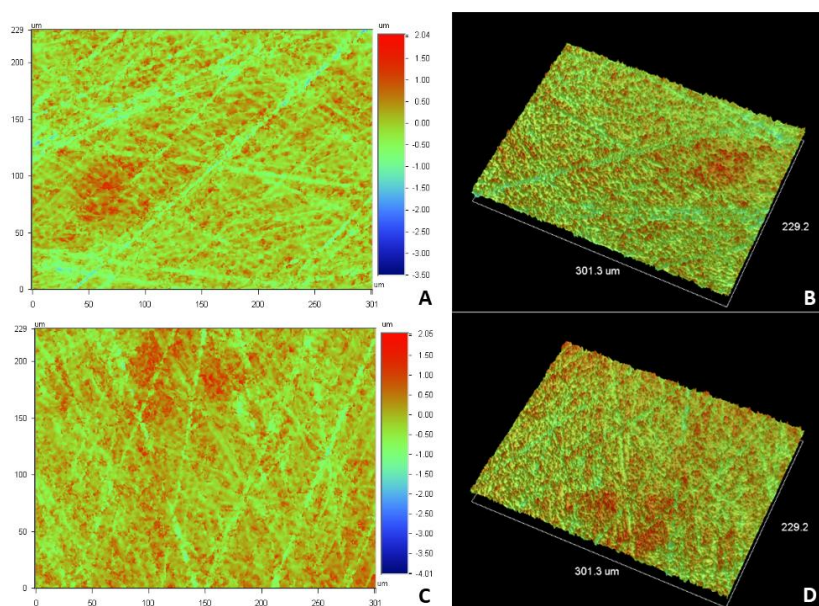
Tabela 2 - Valores médios e desvio padrão da rugosidade ( $\mu\text{m}$ ) superficial de acordo com o modo de sinterização e parâmetro de rugosidade avaliado

| Modo de sinterização | Ra              | Rz              | RSm              |
|----------------------|-----------------|-----------------|------------------|
| Modo padrão          | $0,13 \pm 0,02$ | $1,21 \pm 0,26$ | $24,91 \pm 2,19$ |
| Modo rápido          | $0,14 \pm 0,03$ | $1,32 \pm 0,25$ | $24,68 \pm 2,16$ |

### 5.1.2 Perfilometria

Através das imagens 2D e 3D de perfilometria, é possível confirmar os dados apontados estatisticamente pela análise da rugosidade superficial. Nas imagens (Figura 5), os detalhes em vermelho representam os picos e os em verde, os vales.

Figura 8 - Imagens 2D e 3D de perfilometria



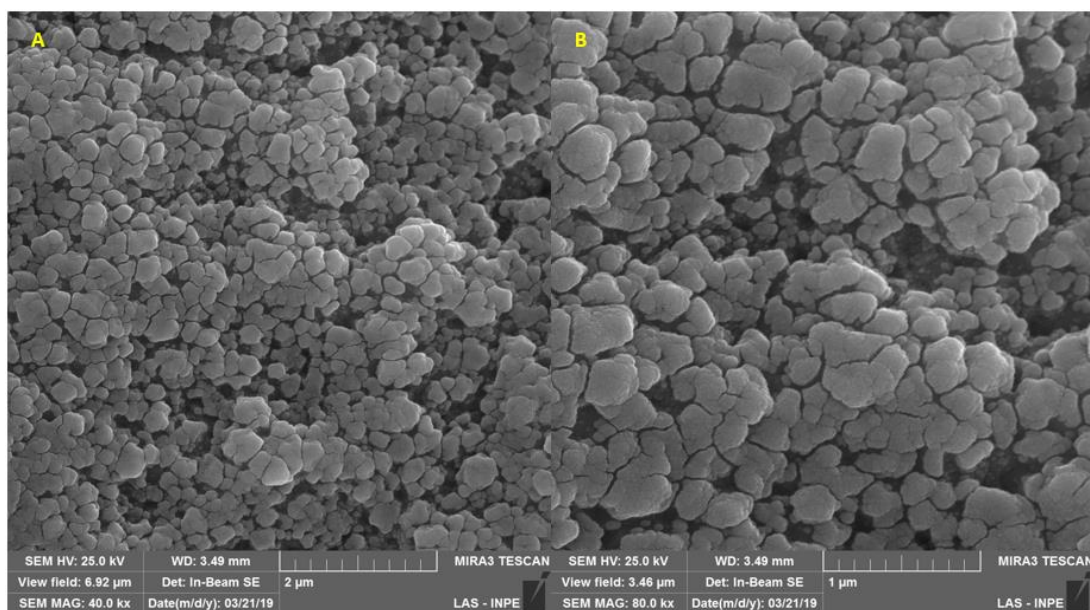
Legenda: Imagens 2D e 3D, respectivamente A-B) MP; C-D) MR.

Fonte: Elaborada pela autora.

### 5.1.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) e Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)

A partir das micrografias das superfícies obtidas em MEV-FEG, observa-se grande semelhança entre os espécimes que foram sinterizados tanto pelo MP quanto pelo MR (Figuras 6 e 7). Através de uma maior magnificação é possível identificar que os espécimes sinterizados pelo MR são visualmente mais homogêneos (Figura 8).

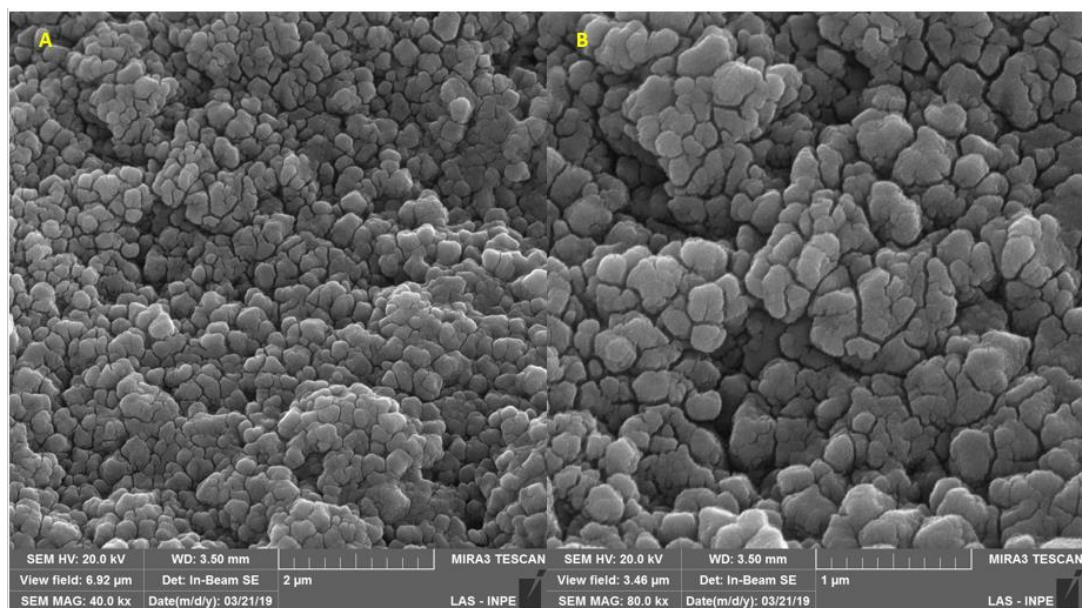
Figura 9 - MEV-FEG de amostra sinterizada pelo MP



Legenda: Análise microscópica da estrutura dos grãos de amostra sinterizada pelo MP, sob magnificações de A) 40K× e B) 80K×.

Fonte: Elaborada pela autora.

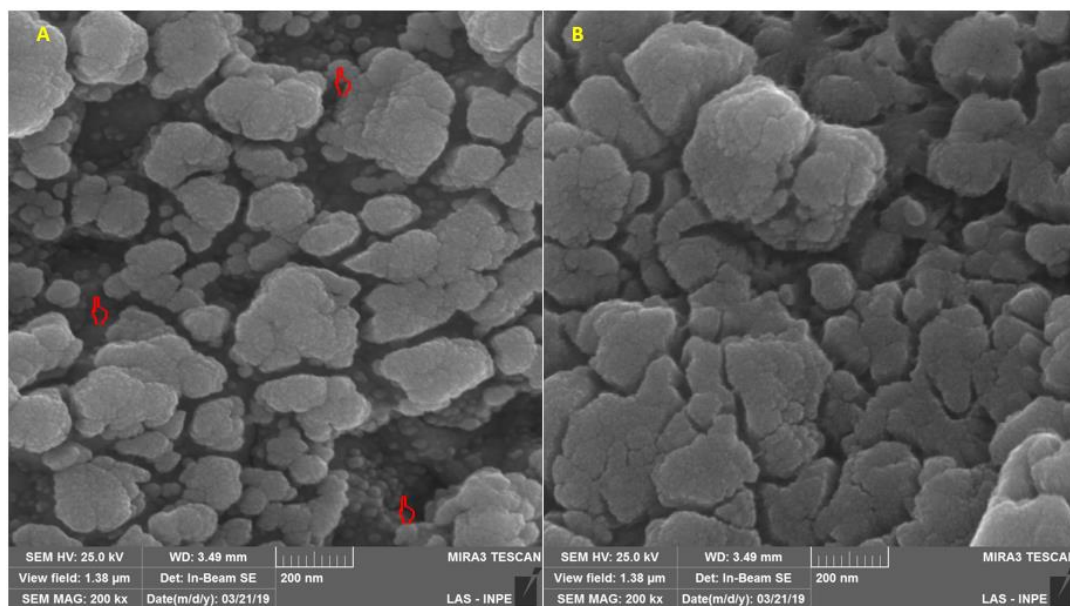
Figura 10 - MEV-FEG de amostra sinterizada pelo MR



Legenda: Análise microscópica da estrutura dos grãos de amostra sinterizada pelo MR, sob magnificações de A) 40K× e B) 80K×.

Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 11 - MEV-FEG de amostras sinterizadas, respectivamente pelo MP e MR



Legenda: Análise microscópica em 200K $\times$  das estruturas dos grãos de amostras sinterizadas pelo A) MP e B) MR.

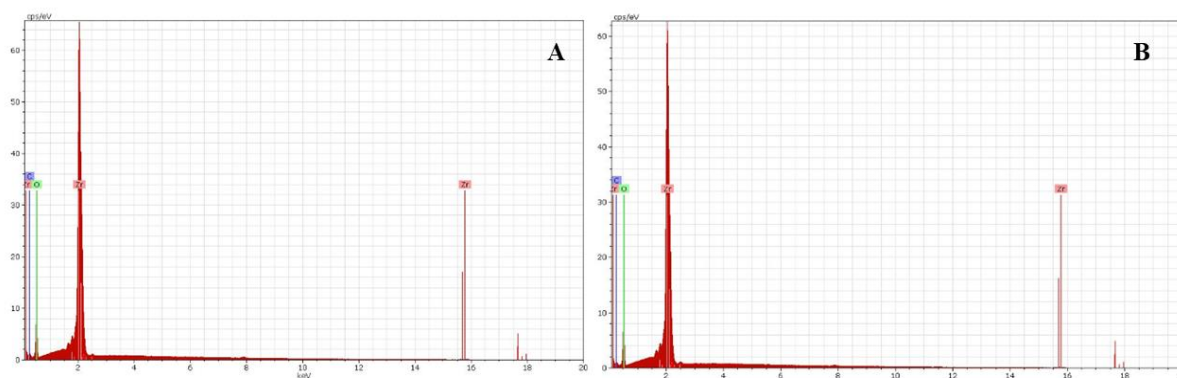
Fonte: Elaborada pela autora.

Os resultados de EDS apresentaram os constituintes químicos das amostras (Figura 9). E, independentemente do modo de sinterização, os gráficos de EDS se apresentam praticamente idênticos. A tabela 3 apresenta a composição em massa dos espécimes detectada pela análise EDS.

Tabela 3 - Composição em massa dos espécimes por análise com EDS, sinterizados pelo modo padrão (MP) ou modo rápido (MR)

| Constituinte químico | MP     | MR     |
|----------------------|--------|--------|
| Zircônio             | 69,88% | 71,31% |
| Oxigênio             | 22,95% | 23,05% |

Figura 12 - Espectros de EDS das amostras



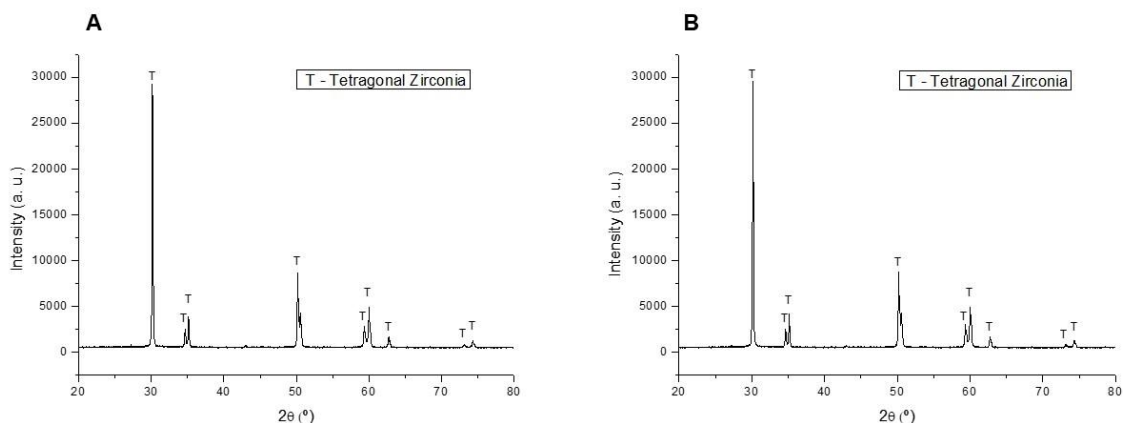
Legenda: Imagens dos espectros de EDS para as amostras sinterizadas pelo A) MP; B) MR.

Fonte: Elaborada pela autora.

#### 5.1.4 Difração de Raios-X (DRX)

Após a análise de difração de Raios-X, foram obtidos gráficos para as amostras de ambos os grupos, que podem ser visualizados através da Figura 10. Os espécimes sinterizados pelos modos Padrão e Rápido, mostraram todos os picos exatos à zircônia na fase tetragonal (T – zircônia tetragonal).

Figura 13 - Espectros de DRX das amostras



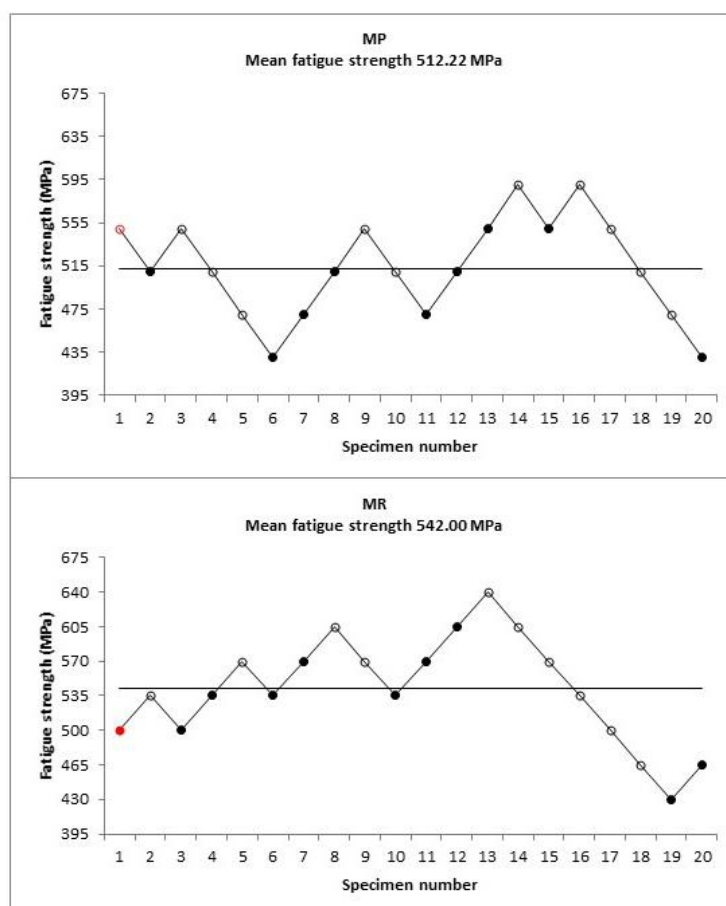
Legenda: Imagens dos espectros de DRX, respectivamente para A) MP; B) MR.

Fonte: Elaborada pela autora.

## 5.2 Teste de fadiga *Staircase*

Os gráficos obtidos a partir do teste de fadiga *Staircase* estão apresentados na Figura 11. Através da análise estatística de Collins, foi observado que não houve influência do modo de sinterização na resistência à fadiga dos discos avaliados (Tabela 4).

Figura 14 - Gráficos de *Staircase*



Legenda: Perfis de sobrevivência (círculo preenchido) e falha (círculo vazio) observados durante o teste de fadiga. O círculo vermelho representa o início do teste.

Fonte: Elaborada pela autora

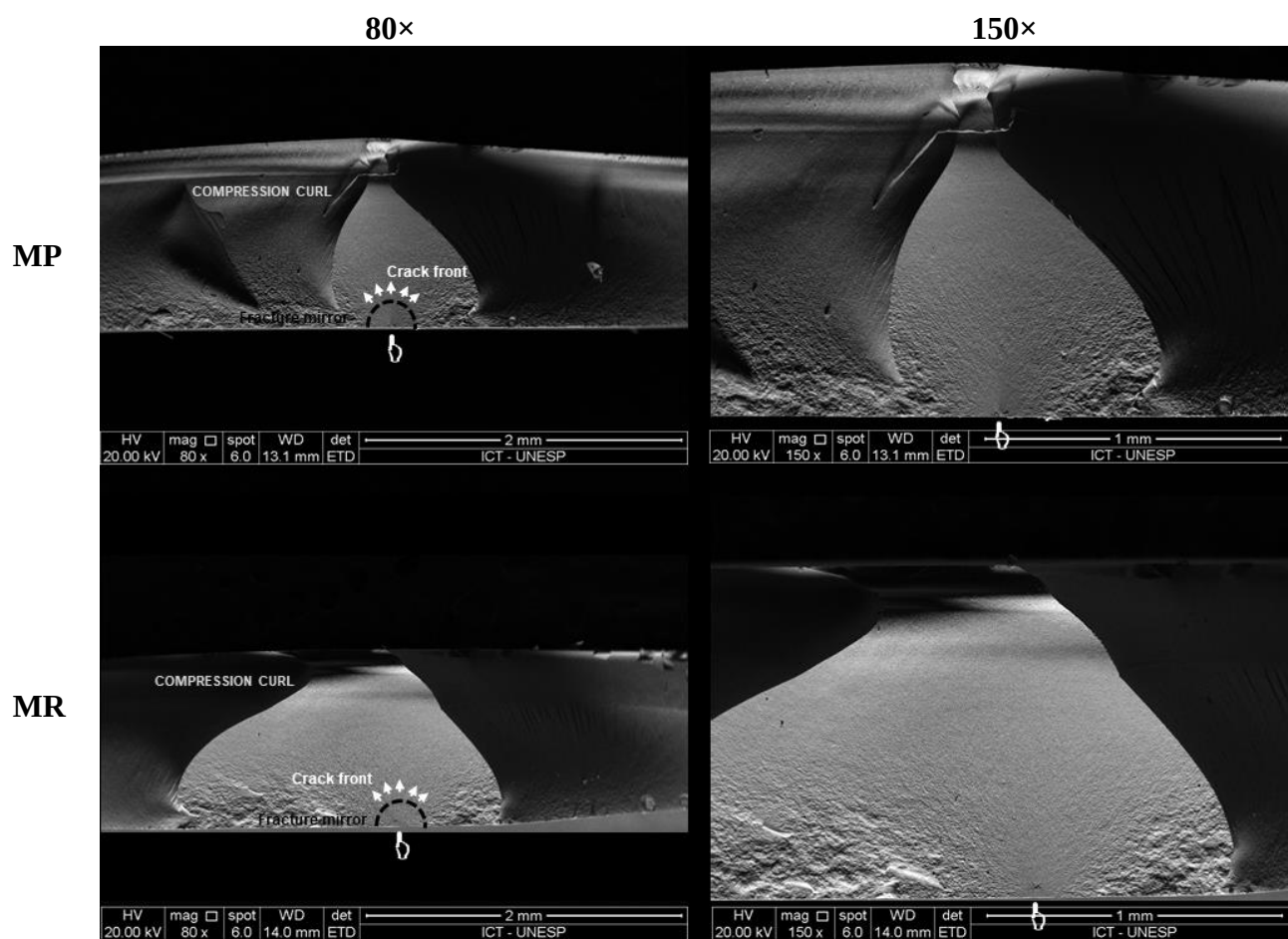
Tabela 4 - Valores médios e desvio padrão (dp) para carga máxima à fratura, resistência à fadiga e 95% de intervalo de confiança segundo análise estatística de Collins (1993), de acordo com o modo de sinterização

| Modo de sinterização | Monotônico | Fadiga <i>Stair case</i>     |
|----------------------|------------|------------------------------|
|                      |            | Collins                      |
|                      | Média (dp) | Média (95 % IC)              |
| MP                   | 784 ± 145  | 512 (464 – 560) <sup>A</sup> |
| MR                   | 711 ± 118  | 542 (472 – 611) <sup>A</sup> |

### 5.3 Análise fractográfica

Todas as amostras foram analisadas em diferentes magnitudes através do estereomicroscópio, sugerindo que, em ambos os grupos, as falhas iniciaram de forma semelhante, a partir da superfície de tração. As imagens representativas de cada grupo foram avaliadas em MEV para a identificação da origem das falhas e das características da fratura. Através da Figura 12, é possível observar padrões fractográficos semelhantes entre os grupos testados.

Figura 15 - Análise fractográfica



Legenda: Micrografias representativas (MEV, 80× e 150×) das amostras fraturadas de cada grupo, indicam o início da fratura a partir da superfície de tração. A região destacada pelo meio círculo preto e apontada pelo indicador branco, demonstra a origem da fratura, localizada no lado de tensão de tração. As setas brancas sinalizam a direção da propagação da trinca.

Fonte: Elaborada pela autora.

## 5.4 Cor e Translucidez

Após comprovação da normalidade pelo teste Ryan-Joiner, observou-se que os dados de cor e de translucidez seguiram a normalidade ( $p > 0.05$ ). Com os dados normais, foi realizada uma análise de ANOVA 1 fator, comparando a cor e o nível de translucidez das amostras sinterizadas por ambos os modos de

sinterização.

Para a análise da cor, AVOVA 1 fator revelou que o modo de sinterização influenciou nos valores de  $L^*$  e  $a^*$ , porém, não para  $b^*$  (Tabela 5). A tabela 6 apresenta os valores médio e desvio padrão para cada parâmetro, assim, como o agrupamento conforme o teste de Tukey.

Tabela 5 - ANOVA1 fator para  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido

| Source               | DF | Adj SS  | Adj MS   | F-value | P-value            |
|----------------------|----|---------|----------|---------|--------------------|
| $L^*$                |    |         |          |         |                    |
| Modo de sinterização | 1  | 10,09   | 10,09    | 17,16   | 0,000 <sup>8</sup> |
| Error                | 24 | 14,12   | 0,58     |         |                    |
| Total                | 25 | 24,21   |          |         |                    |
| $a^*$                |    |         |          |         |                    |
| Modo de sinterização | 1  | 0,3037  | 0,30370  | 13,46   | 0,001 <sup>8</sup> |
| Error                | 24 | 0,5416  | 0,02257  |         |                    |
| Total                | 25 | 0,8453  |          |         |                    |
| $b^*$                |    |         |          |         |                    |
| Modo de sinterização | 1  | 0,00025 | 0,000246 | 0,000   | 0,977              |
| Error                | 24 | 7,15011 | 0,297921 |         |                    |
| Total                | 25 | 7,15035 |          |         |                    |

Tabela 6 - Média e desvio padrão (dp) para L\*, a\* e b\* dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido

| Modo de sinterização | L*             | a*               | b*               |
|----------------------|----------------|------------------|------------------|
| MP                   | $80 \pm 1,0^B$ | $0,34 \pm 0,1^B$ | $14,7 \pm 0,6^A$ |
| MR                   | $82 \pm 0,3^A$ | $0,56 \pm 0,1^A$ | $14,7 \pm 0,3^A$ |

Através do cálculo da variação de cor entre os grupos, conforme a fórmula 3, observa-se um  $\Delta E$  igual a 2. Considerando os resultados de translucidez, foi observada que não houve influência do modo de sinterização na translucidez do material (Tabela 7). Os valores médios e desvio padrão dos níveis de translucidez estão descritos na Tabela 8.

Tabela 7 - ANOVA1 fator para a translucidez dos discos sinterizados pelos modos padrão ou rápido

| Source               | DF | Adj SS  | Adj MS | F-value | P-value |
|----------------------|----|---------|--------|---------|---------|
| Modo de sinterização | 1  | 0,2442  | 0,2442 | 0,07    | 0,788   |
| Error                | 24 | 78,9308 | 3,2888 |         |         |
| Total                | 25 | 79,1751 |        |         |         |

Tabela 8 - Média e desvio padrão para translucidez dos discos sinterizados pelo MP ou MR

| Modo de sinterização | Média $\pm$ dp |
|----------------------|----------------|
| MP                   | 10,3 $\pm$ 2,3 |
| MR                   | 10,5 $\pm$ 0,9 |

## 6 DISCUSSÃO

O avanço e a velocidade tecnológicos vêm conduzindo o rápido desenvolvimento e inovação de diferentes materiais e, no campo odontológico, isso não seria diferente. Além disso, para atender às altas expectativas de pacientes e dentistas por restaurações naturais, biocompatíveis e de longa duração, vários tipos de sistemas cerâmicos foram desenvolvidos (Guess et al., 2011; Gracis et al., 2015) e introduzidos no mercado. Devido à sua considerável resistência mecânica, o papel da cerâmica de zircônia nesse contexto foi destacado e por isso, novas possibilidades mais estéticas associando resistência e simplificação técnica, têm atraído a comunidade odontológica, especialmente o grupo de profissionais CAD/CAM que possuem um conceito de atendimento odontológico em uma única sessão.

Por ser um material polimórfico e com três fases principais (monoclínica, tetragonal e cúbica), a zircônia é suscetível à transformação de fases (Piconi, Maccauro, 1999; Rothbrust, 2006; Dal Piva et al., 2018). Apesar da adição de óxidos para estabilizar o material e permitir que a conformação tetragonal seja mantida à temperatura ambiente, a zircônia ainda é um material suscetível à transformação de fases, alteração de cor e translucidez, além de fraturas (Ebeid et al., 2017). Essa vulnerabilidade do material está intimamente associada às condições de sinterização (Kaizer et al., 2017). Ebeid et al. (2014) mostraram que o tempo e a temperatura de sinterização influenciam no tamanho médio dos grãos de zircônia e, embora um programa pré-fabricado de sinterização rápida tenha sido utilizado neste estudo, pudemos observar um resultado semelhante através das micrografias de alta magnificação. Mesmo não tendo sido realizada a mensuração do tamanho dos grãos, a partir das mesmas, o grupo que foi submetido à sinterização em modo rápido (MR) apresentou

tamanho e distribuição de grãos mais homogêneos.

Para avaliar se o MR de sinterização poderia gerar diferença na topografia em comparação com as amostras sinterizadas usando o modo padrão (MP), foi realizada a análise de rugosidade superficial. Embora diferentes parâmetros de rugosidade ( $R_a$ ,  $R_z$  e  $R_{Sm}$ ) tenham sido avaliados, o MR não afetou a topografia superficial dos espécimes. Resultado observado pelos dados da rugosidade da superfície da zircônia e corroborado pelas imagens de perfilometria. Com isso, a hipótese de que o modo de sinterização rápida poderia influenciar na morfologia superficial da cerâmica de zircônia foi descartada.

Durante a análise da composição cristalina da zircônia sinterizada por ambos os modos avaliados, foi observado que todas as amostras continham principalmente fase tetragonal com ausência de transformação de fase, uma vez que não foi realizado nenhum condicionamento físico ou térmico após cada modo de sinterização. Provavelmente, o uso de programas pré-fabricados e calibrados, que impedem a modificação dos parâmetros de sinterização, proporcionou uma maior padronização na topografia, na microestrutura e nas propriedades físicas utilizadas entre os discos de zircônia, independentemente do modo de sinterização. Estudo anterior cujos programas de sinterização foram personalizados para que a temperatura fosse aumentada e o tempo prolongado, mostrou um aumento no crescimento dos grãos (Kaizer et al., 2017), fato esse não encontrado no presente estudo.

A falha por fadiga pode ser definida como fratura do material devido à propagação lenta de trincas sob tensões cíclicas repetidas em baixa intensidade (Zhang et al., 2012; Pereira et al., 2016). Para entender melhor essas falhas, foram desenvolvidos testes mecânicos como carga máxima à fratura e testes de fadiga mecânica, com o objetivo principal de avaliar a resistência do material ou da estrutura, a um determinado tipo de força e intensidade. Estudos anteriores *in vitro* mostraram que a temperatura de sinterização e o tempo de manutenção

podem afetar a resistência à flexão da zircônia monolítica translúcida. Embora Juntavee e Attashu (2018) tenham demonstrado que um tempo prolongado de sinterização aumenta a resistência flexural de uma zircônia monolítica translúcida em função da variação do tamanho dos grãos e da transformação de fase ( $t \rightarrow m$ ), os dados obtidos neste estudo mostraram resultados semelhantes entre os dois protocolos de sinterização utilizados (MP e MR), corroborando com os achados de Ebeid et al. (2014), onde os diferentes parâmetros de sinterização não proporcionou efeito na resistência flexural biaxial do material testado. O fato da topografia superficial ser semelhante entre os grupos avaliados também sugere que, independentemente do modo de sinterização, a característica superficial é semelhante entre os grupos, o que corrobora com os achados do teste de fadiga. A manutenção dos grupos na fase tetragonal também permitiu que o comportamento sob fadiga fosse o mesmo. A análise fractográfica dos espécimes apresentou marcas de fratura e origem de falha semelhantes, começando sempre pelo lado de tração, como observado em estudos anteriores (Fraga et al., 2017; Madruga et al., 2019). A fractografia é um método importante para identificar a origem da fratura, bem como marcas características (Scherrer et al., 2017), a fim de se determinar a causa da fratura, sendo assim, esta análise visa complementar os testes mecânicos laboratoriais. Estudos anteriores mostraram que a principal causa de falha em restaurações cerâmicas está relacionada a falhas e tensões localizadas na superfície onde tensões de tração estão concentradas (Kelly et al., 1990; Dal Piva et al., 2018).

Por fim, este estudo realizou mensurações de cor e translucidez com o uso de um espectrofotômetro, devido aos seus resultados mais precisos e previsíveis (Horn et al., 1998). No entanto, mesmo trabalhando com um instrumento preciso, alguns cuidados são cruciais para obter uma metodologia bem-sucedida. Estudos anteriores mostraram que, quando as coordenadas das cores são avaliadas de forma independente, os valores de  $L^*$ , que representam a

luminosidade, parecem ser mais significativos que o croma ( $a^*$  e  $b^*$ ) (Dietschi et al., 2006). Nos resultados obtidos, foi detectado um aumento nas coordenadas de cor  $L^*$  e  $a^*$  para os discos sinterizados usando o MR. Apesar da diferença em duas destas coordenadas, os dados de diferença de cores ( $\Delta E$ ) observados entre os grupos foi igual a 2, os quais são considerados clinicamente aceitáveis (Abu-Izze et al., 2018). Sendo assim, o MR de sinterização não modificou a cor dos espécimes em comparação com o MP. A translucidez foi a outra propriedade óptica avaliada neste estudo. Essa propriedade é representada pelo comportamento da luz em uma superfície, que permite sua passagem parcial e sua dispersão (Lee, Powers, 2001). O parâmetro de translucidez medido foi definido com base na diferença de cores de amostras com espessura uniforme, entre um fundo preto e um fundo branco (Lee et al., 2006; Caneppele et al., 2015). O processo de sinterização pode levar à uma mudança de cor e de translucidez na zircônia. Este ponto é atribuído à uma possível redução dos poros entre os grãos, melhorando as propriedades ópticas da zircônia translúcida monolítica (Ebeid et al., 2014). Apesar do MR apresentar uma microestrutura mais homogênea segundo as micrografias apresentadas em alta resolução, o modo de sinterização rápida utilizado não afetou a translucidez do material, rejeitando a terceira hipótese. Este achado difere do estudo de Kaizer et al. (2017), que identificaram um aumento da translucidez de uma outra cerâmica de zircônia translúcida monolítica, quando sinterizada de forma super-rápida, com duração de apenas 10 minutos, resultado este interpretado pela densidade e tamanho dos grãos da cerâmica terem sido afetados pelo modo de sinterização utilizado.

Este estudo avaliou o efeito de dois modos de sinterização na topografia, microestrutura, limite de fadiga e propriedades ópticas de uma nova cerâmica de zircônia monolítica translúcida. Em função do objetivo principal ter sido a caracterização de um novo material sinterizado a partir de um novo forno de

sinterização, esse processo não foi realizado com outros programas ou equipamentos. Diante das limitações deste estudo, mais investigações precisam ser feitas para que se possa compreender a influência do tempo e do modo de sinterização nas diferentes cerâmicas de zircônia.

## 7 CONCLUSÃO

Em todas as áreas, é difícil acompanhar a inovação e o desenvolvimento de materiais, técnicas e conceitos nos diferentes segmentos mundiais e, logicamente, no âmbito odontológico isso não seria diferente. Essa velocidade está trazendo uma sensação de que não há tempo a perder e, com isso, os clínicos estão buscando cada vez mais materiais eficazes, cientificamente testados e de fácil utilização.

Atualmente, os técnicos em prótese dentária e principalmente os cirurgiões dentistas são atraídos por equipamentos e técnicas mais simples e digitais, como os materiais que são desenhados e fabricados com o auxílio de um computador (como, por exemplo, CAD/CAM e *softwares* de realidade aumentada), permitindo que os mesmos sejam utilizados na Odontologia de atendimento em uma única sessão.

Os materiais cerâmicos, principalmente aqueles que são livres de metal, possuem uma grande participação e aplicabilidade nesse contexto. E para suprir essa necessidade, anualmente, novos materiais, equipamentos e técnicas são introduzidos no mercado, sendo de extrema relevância a realização de ensaios tanto laboratoriais quanto clínicos, para auxiliar os profissionais nas suas diversas práticas diárias.

Este projeto teve como objetivo principal realizar a caracterização de uma recém lançada zircônia translúcida monolítica, bem como avaliar a influência de novos modos de sinterização nesse material, os quais vêm sendo incluídos em equipamentos também recém introduzidos no mercado. Nesse estudo, foram realizados os processos de sinterização dessa zircônia translúcida monolítica utilizando um programa padrão e um rápido, por meio de um mesmo forno cerâmico. Através de todos os ensaios realizados, foi possível observar

que a utilização do protocolo de sinterização rápida utilizado neste estudo e indicada pelo fabricante como opção de sinterização, não causou influência na microestrutura e nas propriedades físicas desse material, sendo que o único efeito identificado foi com relação à cor (coordenadas  $L^*$  e  $a^*$ ). No entanto, conforme estudos publicados quanto a este tema, a alteração de cor apresentada ( $\Delta E = 2$ ) é clinicamente aceitável.

Outro ponto relevante discutido foi o fato de outros estudos sobre o tema terem apresentado resultados de alteração de cor, translucidez, resistência e desgaste dos dentes antagonistas nas cerâmicas de zircônia monolítica translúcida. Entretanto, esses resultados estão associados à alteração na temperatura e tempo de sinterização.

Com isso, outros trabalhos laboratoriais devem ser conduzidos com a finalidade de se observar o comportamento das novas gerações de zircônia frente aos diferentes programas e modos de sinterização.

## REFERÊNCIAS\*

- Abu-Izze FO, Dal Piva AMO, Bottino MA, Valandro LF, Melo RM. The Influence of Ceramic Re-pressing on Surface Properties, Bond Strength, and Color Stability of Leucite Ceramic. *J Adhes Dent*. 2018;20(5):389-95. doi: 10.3290/j.jad.a41365.
- Aktas G, Yerlikaya H, Akca k. Mechanical failure of endocrowns manufactured with different ceramic materials: an in vitro biomechanical study. *J Prosthodontics*. 2016 Apr;27(4):340-6. doi: 10.1111/jopr.12499.
- Amaral M, Cesar PF, Bottino MA, Lohbauer U, Valandro LF. Fatigue behavior of Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Apr;57:149-56. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.042.
- Anami LC, Lima JM, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue Resistance of Y-TZP/Porcelain Crowns is Not Influenced by the Conditioning of the Intaglio Surface. *Oper Dent*. 2016 Jan-Feb;41(1):E1-12. doi: 10.2341/14-166-L.
- Bonfante EA, Coelho PG. A Critical Perspective on Mechanical Testing of Implants and Prostheses. *Adv Dent Res*. 2016 Mar;28(1):18-27. doi: 10.1177/0022034515624445.
- Caneppele TM, Rocha Gomes Torres C, Bresciani E. Analysis of the color and fluorescence alterations of enamel and dentin treated with hydrogen peroxide. *Braz Dent J*. 2015 Oct;26(5):514-8. doi: 10.1590/0103-6440201300249.
- Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006;27:535-43.
- Collins JA. Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention. 2<sup>nd</sup> edition. Wiley: 1993. 672. ISBN nº 978-0-471-55891-0.
- Collins JA. Fatigue testing procedures and statistical interpretations of data. Collins JA. Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention. 2<sup>nd</sup> edition. Wiley: 1993.383-8. ISBN nº 978-0-471-55891-0.

---

\* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [cited 2019 Jan 20]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Available from: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.htmlhtml](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.htmlhtml)

Dal Piva AMO, Contreras LPC, Ribeiro FC, Anami LC, Camargo SEA, Jorge AOC, et al. Monolithic ceramics: effect of finishing techniques on surface properties, bacterial adhesion and cell viability. *Oper Dent*. 2018 May/Jun;43(3):315-25. doi: 10.2341/17-011-L.

Dal Piva AMO, Tribst JPM, Borges ALS, Souza ROAE, Bottino MA. CAD-FEA modeling and analysis of different full crown monolithic restorations. *Dent Mater*. 2018 Sep;34(9):1342-50. doi: 10.1016/j.dental.2018.06.024.

Dal Piva AM, Tribst JP, Gondim LD, Ribeiro IL, Campos F, Arata A, et al. Y-TZP surface behavior under two different milling systems and three different accelerated aging protocols. *Minerva Stomatol*. 2018 Dec;67(6):237-45. doi: 10.23736/S0026-4970.18.04138-9.

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

Denry I, Holloway JA. Ceramics for dental applications: a review. *Materials (Basel)*. 2010 Jan;3(1):351-68. doi: 10.3390/ma3010351.

Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*. 2014 Dec;93(12):1235-42. doi: 10.1177/0022034514553627.

Dietschi D, Rossier S, Krejci I. In vitro colorimetric evaluation of the efficacy of various bleaching methods and products. *Quintessence Int*. 2006 Jul-Aug;37(7):515-26.

Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salad T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater*. 2014 Dec;30:e419-24. doi: 10.1016/j.dental.2014.09.003.

El-Demanhoury HM, Haj-Ali RN, Platt JA. Fracture resistance and microleakage of endocrowns utilizing three CAD-CAM blocks. *Oper Dent*. 2015 Mar-Apr;40(2):201-10. doi: 10.2341/13-143-L.

Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008.

Fraga S, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, Kleverlaan CJ, May LG. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. *Dent Mater*. 33(11), 1286–97. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.019>.

Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015 May-Jun;28(3):227-35. doi: 10.11607/ijp.4244.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am*. 2011 Apr;55(2):333-52, ix. doi: 10.1016/j.cden.2011.01.005.

International Organization for Standardization – ISO. ISO 6872:2015. Dentistry - Ceramic materials. Geneva: ISO: 2015.

International Organization for Standardization – ISO. ISO 4287:1997. Geometrical product specifications (GPS) - surface texture: profile method - terms, definitions and surface texture parameters. Geneva: ISO: 1997.

Ivoclar Vivadent AG. IPS e.max ZirCAD Scientific Documentation. Schaan: 2017.

Johnston WM, Ma T, Kienle BH. Translucency parameter of colorants for maxillofacial prostheses. *Int J Prosthodont*. 1995 Jan-Feb;8(1):79-86.

Juntavee N, Attashu S. Effect of different sintering process on flexural strength of translucency monolithic zirconia. *J Clin Exp Dent*. 2018 Aug 1;10(8):821-30. doi: 10.4317/jced.54749. eCollection 2018 Aug.

Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int*. 2017 Oct 1;43(14):10999-11005. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.05.141.

Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont* 1990;3(5):430-40.

Holand W, Apel E, Hoen C, Rheinberger V. Studies of Crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass-ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2006;352:4041-50.

Horn DJ, Bulan-Brady J, Hicks ML. Sphere spectrophotometer versus human evaluation of tooth shade. *J Endod*. 1998 Dec;24(12):786-90.

Lawn BR, Pajares A, Zhang Y, Deng Y, Polack MA, Lloyd IK, et al. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. *Biomaterials*. 2004 Jun;25(14):2885-92. doi: 10.1016/j.biomaterials.2003.09.050.

Lee YK, Powers JM. Color and optical properties of resin-based composites for bleached teeth after polymerization and accelerated aging. *Am J Dent*. 2001 Dec;14(6):349-54.

Lee YK, Lu H, Powers JM. Influence of fluorescent and opalescent properties of resin composites on the masking effect. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006 Jan;76(1):26-32.

Luthardt RG, Holzhüter MS, Rudolph H, Herold V, Walter MH. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent Mater*. 2004 Sep;20(7):655-62.

Madruga CFL, Bueno MG, Dal Piva AMO, Prochnow C, Pereira GKR, Bottino MA, et al. Sequential usage of diamond bur for CAD/CAM milling: Effect on the roughness, topography and fatigue strength of lithium disilicate glass ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Mar;91:326-34. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.12.037.

Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaand CJ, Valandro LF. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Aug;61:45-54. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.006.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25.

Quinn GD. NIST recommended practice guide: fractography of Ceramics and Glasses. National Institute of Standards and Technology. 2007.

Rothbrust F. IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent AG Report 17. 2006;17-25.

Scherrer SS, Lohbauer U, Della Bona A, Vichi A, Tholey MJ, Kelly JR, et al. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. *Dent Mater* 2017;33(6):599-620. doi: 10.1016/j.dental.2017.03.004.

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke mann N. Three generations of zirconia: from veneered to monolithic. Part I. Quintessence Int; 2017;48(5):369-80. doi: 10.3290/j.qi.a38057.

Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hammerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. Clin Oral Investig. 2013 Jan;17(1):269-74. doi: 10.1007/s00784-012-0692-6.

Stawarczyk B, Özcan M, Trottmann A, Schmutz F, Roos M, Hämmerle CH. Two-body wear rate of CAD/CAM resin blocks and their enamel antagonists. J Prosthet Dent. 2013 May;109(5):325-32. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60309-1.

Tinschert J, Natt G, Hassenpflug S, Spiekermann H. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. Int J Comput Dent. 2004 Jan;7(1):25-45.

Valandro L, Bottino MA. Cimentação adesiva de restaurações cerâmicas. In: Bottino MA. Percepção: estética em próteses livres de metal em dentes naturais e implantes. São Paulo: Artes médicas; 2009. p.469-542. cap. 7.

Valandro LF, de Melo RM. Effects of two grading techniques of zirconia material on the fatigue limit of full-contour 3-unit fixed dental prostheses. Dent Mater. 2017 Apr;33(4):e155-e164. doi: 10.1016/j.dental.2016.12.010.

Venturini AB, Prochnow C, May LG, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Fatigue failure load of feldspathic ceramic crowns after hydrofluoric acid etching at different concentrations. J Prosthet Dent. 2018 Feb;119(2):278-85. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.03.021.

Wennerberg A, Albrektsson T. Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. Int J Oral Maxillofac Implants. 2000 May-Jun;15(3):331-44.

Wachtman Jr JB, Capps W, Mandel J. Biaxial flexure tests of ceramic substrates. J. Mater. 1972 7:188-94.

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

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

## APÊNDICE

### Effect of two different sintering modes on the properties of a new translucent monolithic zirconia

Camila Ferreira Leite Madruga<sup>A</sup>, Amanda Maria de Oliveira Dal Piva<sup>A</sup>, Gabriel Kalil Rocha Pereira<sup>B</sup>, Luiz Felipe Valandro<sup>C</sup>, Marco Antonio Bottino<sup>A</sup>

<sup>A</sup> MSciD and PhD Post-Graduate Program in Restorative Dentistry (Prosthodontics Unit), São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology, São José dos Campos, São Paulo, Brazil.

<sup>B</sup> MSciD Graduate Program in Dentistry, Meridional Faculty-IMED, Passo Fundo, Rio Grande do Sul State, Brazil.

<sup>C</sup> MSciD and PhD Post-Graduate Program in Oral Science (Prosthodontics Units), Faculty of Dentistry, Federal University of Santa Maria (UFSM), Santa Maria, Rio Grande do Sul State, Brazil.

#### \*Corresponding author:

Camila Ferreira Leite Madruga, e-mail: [camila.madruga13@gmail.com](mailto:camila.madruga13@gmail.com), São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology, São José dos Campos, São Paulo, Brazil, Avenida Engenheiro Francisco José Longo, 777, 12245-000, São José dos Campos, Brazil. Fax: +55-12-3947-9032.

#### E-mails:

[camila.madruga13@gmail.com](mailto:camila.madruga13@gmail.com) (C.F.L. Madruga)

[amodalpiva@gmail.com](mailto:amodalpiva@gmail.com) (A.M.O. Dal Piva)

[gabrielkrpereira@hotmail.com](mailto:gabrielkrpereira@hotmail.com) (G.K.R. Pereira)

[lfvalandro@hotmail.com](mailto:lfvalandro@hotmail.com) (L.F. Valandro)

[mmbottino@uol.com.br](mailto:mmbottino@uol.com.br) (M. A. Bottino)

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of two sintering modes on the surface roughness, topography, phase transformation ( $t \rightarrow m$ ), optical properties and fatigue limit of a translucent monolithic zirconia (Y-TZP). Fifty (50) discs ( $\varnothing$  15 mm; thickness 1.2 mm; IPS e.max ZirCAD LT) were prepared and divided into two groups according to the material sintering process: SM (standard mode) and FM (fast mode). Fatigue test was performed by a staircase approach using the piston-on-three balls technique according to ISO 6872:2015 recommendation. Surface roughness, topography, phase transformation ( $t \rightarrow m$ ), optical properties analysis and fractography were also carried out. ANOVA revealed no difference for  $R_a$ ,  $R_z$  and  $R_{Sm}$  ( $p > 0.05$ ) between SM ( $0.13 \pm 0.02$ ;  $1.21 \pm 0.26$ ;  $24.91 \pm 2.19$ ) and FM ( $0.14 \pm 0.03$ ;  $1.32 \pm 0.25$ ;  $24.68 \pm 2.26$ ) and microscopies confirmed similarity in the groups superficial morphology. X-ray diffraction presented similar phases for the zirconia's sintered by both standard and fast modes. Fatigue strength was similar between SM (512 MPa; 464.39 - 560.06) and FM (542 MPa; 472.49 - 611.51) and fractography showed the failure origin on the tensile side, regardless of the sintering mode.  $L^*$  ( $p = 0.000$ ) and  $a^*$  ( $p = 0.001$ ) color coordinate values were higher for FM group while the  $b^*$  coordinate ( $p = 0.977$ ) was similar within the sintering modes. A  $\Delta E = 2$  was observed between the groups; and, the sintering mode did not influence the material translucency ( $p = 0.788$ ). The fast sintering mode does not influence the surface topography, fatigue performance and translucency of a translucent monolithic zirconia.

*Keywords.* Translucent zirconia. Fatigue. Sintering.

**HIGHLIGHTS**

- Evidence of color change (coordinates  $L^*$  and  $a^*$ ) after the different sintering modes.
- Sintering modes do not conduce to different ceramic surface roughness, topography and phase transformation ( $t \rightarrow m$ ).
- Sintering modes do not influence the fatigue strength of a translucent monolithic zirconia.

## 1. Introduction

The consolidation of metal-free ceramics in the dental practice has led to a breakthrough in this segment, from glass ceramics, ideally used as a veneering material, to reinforced ceramics, such as those based on aluminum or zirconium oxide, developed for the manufacturing of crown and bridge infrastructures ([Guess et al., 2011](#)).

With highly advantageous properties, zirconia ceramics are increasingly being used in the fabrication of infrastructures as well as monolithic restorations ([Denry, Kelly, 2014](#)). Recently, the interest and ability to use zirconia in monolithic restorations ([Stawarczyk et al, 2017](#)) has been growing, especially due to the development of new generations of this material that have a higher level of translucency, benefiting its aesthetics ([Denry, Kelly, 2014](#)) as well as the increased knowledge in working the material microstructure, to obtain such property.

Simultaneously with the evolution of zirconia ceramics' generations, the sintering process of this material has been acquiring prominence and new furnaces and sintering programs, with short time cycle have been studied and introduced in the market, meeting the demand for time and cost reduction ([Kaizer et al., 2017](#)). Different sintering processes and parameters can directly affect the microstructure and properties of zirconia ([Chevalier, 2006](#)). [Ebeid et al. \(2014\)](#) assume that the sintering process reduces pores between grains and increases the final zirconia density, thus producing less scattering and more light transmission. The influence of this effect has caused interest in the scientific community following the introduction of short sintering cycles. Thus, many authors have studied the changes effect in sintering time, temperature, translucency, grain size and biaxial flexural strength of the zirconia infrastructure. However, the effect of these changes on the monolithic zirconia's properties remains debatable ([Stawarczyk et al., 2013](#)).

Given these aspects, it seems to be relevant to analyze the effect of different sintering processes (Standard and Fast) on the surface morphology, microstructure, color stability, translucency and fatigue limit of a newly introduced translucent monolithic zirconia.

## **2. Material and methods**

### *2.1 Specimen preparation*

Pre-sintered zirconia ceramic blocks (Batch number W03411, IPS e.max ZirCAD LT, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) were ground with # 600 to # 1200 silicon carbide (SiC) papers (3M ESPE, St Paul, USA) under water cooling, to obtain ceramic cylinders that have been sectioned into discs as recommended by ISO 6872:2015 ([ISO, 2015](#)). These discs were obtained with a diamond saw machine (Isomet® 1000, Precision Sectioning Saw, Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) under constant water cooling, in dimensions of 18 mm (Ø) and 1.6 mm (thickness). To remove the irregularities caused by the cylinders cutting process, all discs were polished with # 1200 grit SiC followed by an ultrasonic bath with isopropyl alcohol 78% for 5 min and then, sintered to obtain the final dimensions of 15 mm (Ø) and 1.2 mm (thickness).

For the sintering process, the discs were randomly distributed into two groups: Standard mode (SM) and Fast mode (FM). For SM group, the standard 57-min zirconia sintering program was used in Programat® CS4 furnace (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) (n = 25). And for FM group, it was used the program for fast sintering (37 min) in the same furnace (n = 25), according to manufacturer's instructions. After sintering, all discs were carefully measured and discs with discrepancies in size above the recommended deviation ( $1.2 \pm 0.2$  mm) as indicated by ISO 6872:2015 were used for surface analysis.

### *2.2 Surface topography characterization*

### 2.2.1 Surface roughness

To verify the surface morphology of the discs, they were submitted to surface roughness analysis and three parameters were verified:  $R_a$  (mean roughness),  $R_z$  (average distance between the five highest peaks and five deepest valleys) and  $R_{Sm}$  (spacing parameter) (Dal Piva et al., 2018; Wennerberg; Albrektsson, 2000) through 3 parallel and equidistant readings (3 mm) with a scan speed of 0.8 mm/s, following the ISO 4287:1997 (ISO, 1997), with a Gaussian filter and a cut-off value of 0.8 mm, a resolution of 0.000125  $\mu\text{m}$ , using a roughness meter (Surftest SJ 400, Mitutoyo, Tokyo, Japan) (Dal Piva et al., 2018).

### 2.2.2 Profilometry

Three readings per specimen ( $n = 3$ ) were performed for qualitative analysis of the two-dimensional and three-dimensional surface using an optical profilometer (Wyko NT1100, Veeco, Tucson, USA). Surface topography analysis was carried out using Wyco Vision 32 software (Veeco, Tucson, USA) with 20 $\times$  magnification over an area of 301.3 x 229.2  $\mu\text{m}$ .

### 2.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM-FEG) and Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

Energy dispersive X-ray (EDS) analysis was performed to see if the different sintering modes would promote any modification in the specimens' surface chemical structure. For the chemical analysis, it was used an energy dispersive X-ray spectrometer coupled to SEM (Inspect S50, FEI Company, Brno, Czech Republic). High resolution field emission scanning electron micrographs (SEM-FEG; 15 and 30 kV; Magellan 400L, FEI Company, Brno - Moravia, Czech Republic) at 40,000 $\times$ , 80,000 $\times$  and 200,000 $\times$  magnification were taken to morphologically characterize the surface of the specimens ( $n = 2$ ).

### 2.2.4 X-ray diffraction analysis (XRD)

XRD was conducted ( $n = 2$ ) (GIXRD; Philips X'pert PRO MRD, Almelo, Netherlands) to verify whether sintering modes would influence on the material phase transformation. The analysis was performed with CuK radiation (Cu wavelength = 0.15418 nm; range (-2) between 10° C and 100° C; 2° min<sup>-1</sup> speed; 40 kV; 20 mA (Philips PW 1830/1840)). The identification of crystalline phases was given after comparing the experimental spectra with standard diffraction spectra from the Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) and ICSD (Inorganic Crystal Structure) databases. A program called HighScore helped with spectrum assignments.

### 2.3 Staircase fatigue test

Prior to the Staircase test, the initial load and the step size were determined based on the results of the monotonic tests ( $n = 5$ ) (50 kgf and 1 mm/min until fracture; DL1000, EMIC São José dos Pinhais, Brazil). An adhesive tape was attached to the compression side of each discs to prevent fragments loss (Quinn, 2007) and to provide a better contact between the piston and the sample (Wachtman et al., 1972). Flexural strength was calculated according to ISO 6872:2015 using the Eqs. (1) and (2).

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

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

Where  $\nu$  is the Poisson's ratio (0.23),  $r_1$  is the support circle radius (5.77 mm),  $r_2$  is the loaded area radius (0.8 mm), and  $r_3$  corresponds to the specimen radius (7.5 mm). The mean monotonic load for fracture (MPa) obtained for each group determined the load profile during the fatigue test. The fatigue limit was obtained based on the specimen survival under the determined load during 20,000 cycles (each loading step) using the method described by Collins (1993). The load was applied with an amplitude ranging from a minimum of 10 MPa, just to prevent specimen movement at a frequency of 20 Hz (Fraga et al., 2016).

70% of the mean value was assumed as the initial load. If the specimen survived the 20,000 cycles, the subsequent specimen was cycled at a higher load (+ 5% of maximum fracture strength). In case of failure of the tested specimen, the next specimen was cycled at a lower load (- 5% of maximum fracture strength). This process was repeated until all tests were completed (Pereira et al., 2016).

#### 2.4 Fractographic analysis

All the fractured specimens were evaluated under a stereomicroscope (Discovery V20, Carl-Zeiss, Gottingen, Germany) for failure origin analysis. Representative specimens were then submitted to SEM (80× and 150× of magnification; Inspect S50, FEI Company, Brno, Czech Republic) to determine failure origin and fractographic characteristics.

#### 2.5 Color and translucency measurements

To perform the color and translucency measurements, the CM-2600d spectrophotometer with an integrated sphere (Konica Minolta, Osaka, Japan), was used. Color and spectral distribution were measured according to the CIE L\* a\* b\* system (Spectra Magic NX software, Konica Minolta, Osaka, Japan). The standard illuminant D65 was set in reflectance mode with or without ultraviolet inclusion (Lee et al., 2006), observer angle 2° and specular reflection included (SCI). Prior to measuring, the spectrophotometer was calibrated to the black and white pattern provided by the manufacturer. The backgrounds' color coordinates were white (L: 84.95; a: -0.38; b: 2.93) and black (L: 25.58; a: -0.15; b: -0.24). An optical contact between the specimen and the background was used (Ebeid et al., 2014).

The color evaluation was performed by measuring the specimen on the white background with the UV component included. Color differences were obtained through Spectra Magic NX software using the Eqs. (3) and (4).

$$\Delta E_{ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad \text{Eq. (3)}$$

$$\Delta E_{00} = \{[\Delta L/(K_L S_L)]^2 + [\Delta C/(K_C S_C)]^2 + [\Delta h/(K_h S_h)]^2 + \Delta R\}^{1/2} \quad \text{Eq. (4)}$$

$\Delta L$ ,  $\Delta C$ ,  $\Delta h$  are the differences in lightness, chroma and hue, respectively, and  $\Delta R$  is an interaction term between chroma and hue differences.

Translucency was evaluated according to its parameter (color difference ( $\Delta E^*_{ab}$ ) between the black and white backgrounds' measurement). This difference was calculated using the Eq. (5):

$$PT = \left[ (L_p^* - L_b^*)^2 + (a_p^* - a_b^*)^2 + (b_p^* - b_b^*)^2 \right]^{1/2} \quad \text{Eq. (5)}$$

The subscript letters  $p$  refer to color coordinates on the black background and the subscript letters  $b$ , refer to those on the white one (Johnston et al., 1995).

## 2.6 Statistical analysis

The roughness, fatigue limit and color and translucency measurements were evaluated by one-way ANOVA and Tukey's test ( $p = 5\%$ ). Fatigue strength data was calculated according to the Collins method (1993) and the SEM and profilometry images evaluated qualitatively.

## 3. Results

### 3.1 Surface topography

Surface roughness was not influenced by the different sintering modes and no differences were observed among the groups for  $Ra$ ,  $Rz$ , and  $RSm$  roughness parameters. Mean roughness values ( $\mu m$ ) and standard deviations for all considered parameters are described in Table 1. This data is corroborated by the 2D and 3D profilometry images. Fig. 1 shows the peaks in red and the valleys in green.

SEM micrographs show similarity among the specimens (Fig. 2 and Fig. 3). Through higher magnification, the microstructure of the specimens sintered using the fast mode were

visually more homogeneous (Fig. 4). The EDS results show almost identical chemical elements of the samples and the mass composition of specimens detected by the analysis are described in Table 2.

X-ray diffraction graphs are shown in Fig. 5 and regardless the sintering mode, the peaks represent exactly the zirconia tetragonal phase.

### 3.2 Staircase fatigue test and failure analysis

All tested conditions presented statistically similar fatigue strength results that are presented in Fig. 6. Mean values and standard deviation (sd) for maximum fracture strength, fatigue strength and confidence interval according to Collins analysis (1993) are described in Table 3.

After the analysis of all samples at different magnitudes, in both groups the failures started similarly from the tensile side. Through Fig. 7, it is possible to observe similar fractographic patterns between the tested groups.

### 3.4 Color and translucency analysis

Regarding the color evaluation, one-way ANOVA revealed significant differences in the  $L^*$  and  $a^*$  values (Table 4) when sintered using different modes. Table 5 presents the mean and standard deviation values for each parameter, as well as the grouping according to Tukey's test. By calculating the color variation among the groups (according to Eq. 3), an  $\Delta E = 2$  is observed.

Concerning translucency, the sintering modes used did not affect the material translucency (Table 6).

## 4. Discussion

Advancement and technological speed have led to a faster development and innovation of different materials and in the dental field this would not be different. Additionally, to meet

the high expectations of both patients and dentists for natural, biocompatible and long-lasting restorations, several types of ceramic systems have been developed ([Guess et al., 2011](#)) and introduced to the market. The role of zirconia ceramics in this context has been highlighted and new possibilities for aesthetics, strength and technical simplification have been attracting the dental community, especially the group of CAD/CAM professionals with a one-day dental care concept.

Being a polymorphic material and having three main phases (monoclinic, tetragonal and cubic), zirconia is susceptible to phase transformation ([Piconi, Maccauro, 1999](#); [Rothbrust, 2006](#); [Dal Piva et al., 2018](#)). Despite the addition of oxides to stabilize the material and allow tetragonal conformation to be maintained at room temperature, zirconia is still a susceptible material to phase transformation, color change and translucency, as well as fracture ([Ebeid et al., 2017](#)). This material vulnerability is closely associated with sintering conditions ([Kaizer et al., 2017](#)). [Ebeid et al. \(2014\)](#) showed that the sintering time and temperature influence the average grain size of zirconia and, although a prefabricated rapid sintering program was used in this study, we were able to observe a similar result through high magnification micrographs. Even though the grain size was not measured, the group that was submitted to the fast sintering mode (FM) showed a more homogeneous grain size and distribution.

To assess whether the fast sintering mode could generate difference in the topography profile compared to the specimens sintered using the standard mode, roughness analysis was performed. Even though different roughness parameters ( $Ra$ ,  $Rz$ , and  $RSm$ ) were evaluated, the fast mode did not affect the surface topography of the specimens. The result was observed by the zirconia surface roughness data, and corroborated by profilometry images. Thus, the hypothesis that the fast sintering mode could influence the surface morphology of zirconia ceramic was discarded.

Concerning the analysis of the crystalline composition, for both sintering modes, all specimens contained mainly tetragonal phase with the absence of phase transformation, since it was not performed any physical or thermal etching after each sintering mode. Probably, the use of prefabricated and calibrated programs, without being able to modify the sintering parameters, provided a greater standardization in the topography, microstructure and physical properties used among the zirconia discs regardless of the sintering mode. A previous study in which sintering programs were customized, so that the temperature was increased and the time prolonged, showed an increase in grain growth (Kaizer et al., 2017), a fact that was not found in the present study.

Fatigue failure can be defined as material fracture due to slow crack propagation under low intensity repeated cyclic stresses (Zhang et al., 2012; Pereira et al. 2016). To better understand these failures, mechanical tests such as maximum fracture load and mechanical fatigue tests have been developed and the evaluation of the material or structure resistance to a specific strength type and intensity is the purpose of these tests. Earlier *in vitro* studies have shown that the sintering temperature and holding time can affect the flexural strength of translucent monolithic zirconia. Although Juntavee and Attashu (2018) evidenced that a prolonged sintering time increases the flexural strength of a translucent monolithic zirconia as a function of grain size variation and phase transformation ( $t \rightarrow m$ ), our data showed similar results among the fast and standard sintering modes used, corroborating the findings of Ebeid et al. (2014), where the different sintering parameters did not have an effect on the biaxial flexural strength of the tested material. The fact that the surface topography is similar among the groups evaluated, also suggests that, regardless of the sintering mode, the surface characteristic is similar between the groups, which corroborates the findings of the fatigue test. The maintenance of the groups in the tetragonal phase also allowed the same behavior under fatigue. Complementing the *in vitro* mechanical tests, the fractography is an important

method to identify the fracture origin and its characteristics (Scherrer et al., 2017). The fractographic analysis of the specimens showed similar fracture patterns and failure origin, always starting from the tensile side, as observed in previous studies (Fraga et al., 2017; Madruga et al., 2019). Previous studies showed that the main cause of failure in ceramic restorations is related to flaws and stresses located on the surface tensile stresses are concentrated (Kelly et al., 1990; Dal Piva et al., 2018).

Finally, this study performed measurements of color and translucency with the use of a spectrophotometer, due to its more accurate and predictable results (Horn et al., 1998). However, even when working with an accurate instrument, some precautions are crucial to obtain a successful methodology. Earlier studies have shown that when color coordinates are independently evaluated, the  $L^*$  values, that represent lightness, appear to be more significant than the chroma ( $a^*$  and  $b^*$ ) (Dietschi et al., 2006). In our results, it was detected an increase in the color coordinates  $L^*$  and  $a^*$  for the discs sintered using the fast mode. Despite the difference in two of these coordinates, the color difference data ( $\Delta E$ ) observed between the groups was equal to 2, which is considered clinically acceptable (Abu-Izze et al., 2018). Thus, the fast sintering mode did not change the color of the specimens compared to the standard mode. Translucency was the other optical property evaluated in this study. This property is represented by the light behavior on a surface, which allows its partial passage and dispersion (Lee, Powers, 2001). The measured translucency parameter was defined based on the color difference of samples with uniform thickness, between a black and a white background (Lee et al., 2006; Caneppele et al., 2015). The sintering process can lead to a change in color and translucency in the zirconia. This point is attributed to a possible pores reduction between the grains, improving the optical properties of monolithic translucent zirconia (Ebeid et al., 2014). Although the FM has a more homogeneous microstructure according to the micrographs presented in high resolution, the fast sintering method used did not affect the translucency of

the material, rejecting the third hypothesis. This finding differs from the study by [Kaizer et al. \(2017\)](#), who identified an increase in the translucency of another monolithic translucent zirconia ceramic, when super-speed sintered in only 10 minutes. The result was interpreted by the ceramic grains density and size being affected by the sintering method used.

This study evaluated the effect of two sintering modes on topography, microstructure, fatigue limit and optical properties of a new translucent monolithic zirconia ceramic. Because the main objective was to characterize a new material sintered in a new sintering furnace, the sintering process was not carried out with other programs or equipment. Taking into consideration the limitations of this study, further investigations need to be made in order to understand the influence of time and sintering mode on different zirconia ceramics.

## 5. Conclusion

- The fast sintering mode performed in this study allowed similar surface topography, fatigue performance and translucency of a translucent monolithic zirconia sintered using the standard protocol.

## References

- [1] Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am.* 2011 Apr;55(2):333-52, ix. doi: 10.1016/j.cden.2011.01.005. Epub 2011 Mar 3.
- [2] Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res.* 2014 Dec;93(12):1235-42. doi: 10.1177/0022034514553627. Epub 2014 Oct 1.
- [3] Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence International.* 2017;48:369-380.
- [4] Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int.* 2017 Oct 1;43(14):10999-11005. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.05.141. Epub 2017 May 19.
- [5] Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006;27:535-43. Epub 2005 Sep 6.
- [6] Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salad T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater.* 2014 Dec;30:e419-24. doi: 10.1016/j.dental.2014.09.003. Epub 2014 Sep 26.

- [7] Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hammerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013 Jan;17(1):269-74. doi: 10.1007/s00784-012-0692-6. Epub 2012 Feb 23.
- [8] ISO 6872:2015. Dentistry – Ceramic Materials. International Organization for Standardization. Geneva, Switzerland, 2015.
- [9] Dal Piva A et al. Monolithic Ceramics: Effect of Finishing Techniques on Surface Properties, Bacterial Adhesion and Cell Viability. *Oper Dent*. 2018 May/Jun;43(3):315-325. doi: 10.2341/17-011-L. Epub 2018 Mar 13.
- [10] Wennerberg A, Albrektsson T. Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2000 May-Jun;15(3):331-44.
- [11] ISO 4287:1997. Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters. International Organization for Standardization. Geneva, Switzerland; 1997.
- [12] Quinn GD. NIST recommended practice guide: fractography of Ceramics and Glasses. National Institute of Standards and Technology. 2007.
- [13] Wachtman Jr JB, Capps W, Mandel J. Biaxial flexure tests of ceramic substrates. *J. Mater.* 1972 7:188-194.
- [14] Collins JA. Failure of Materials in Mechanical Design: Analysis, Prediction, Prevention. A Wiley Interscience Publication. John Wiley & Sons. Second edition. 1993.
- [15] Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008. Epub 2016 Jan 20.
- [16] Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaand CJ, Valandro LF. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Aug;61:45-54. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.006. Epub 2016 Jan 19.
- [17] Lee YK, Lu H, Powers JM. Influence of fluorescent and opalescent properties of resin composites on the masking effect. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006 Jan;76(1):26-32.
- [18] Johnston WM, Ma T, Kienle BH. Translucency parameter of colorants for maxillofacial prostheses. *Int J Prosthodont*. 1995 Jan-Feb;8(1):79-86.
- [19] Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25.
- [20] Rothbrust F. IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent AG Report 17. 2006;17-25.
- [21] Zhang Y, Chai H, W.Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res* 2012 Mar;91(3):311-5. doi: 10.1177/0022034511434356. Epub 2012 Jan 9.
- [22] Juntavee N, Attashu S. Effect of different sintering process on flexural strength of translucency monolithic zirconia. *J Clin Exp Dent*. 2018 Aug 1;10(8):e821-e830. doi: 10.4317/jced.54749. eCollection 2018 Aug.
- [23] Scherrer SS, Lohbauer U, Della Bona A, Vichi A, Tholey MJ, Kelly JR, van Noort R, Cesar PF. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. *Dent Mater* 2017;33(6):599-620. doi: 10.1016/j.dental.2017.03.004.
- [24] Madruga CFL, Bueno MG, Dal Piva AMO, Prochnow C, Pereira GKR, Bottino MA, Valandro LF, de Melo RM. Sequential usage of diamond bur for CAD/CAM milling: Effect on the roughness, topography and fatigue strength of lithium disilicate glass ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Mar;91:326-334. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.12.037.
- [25] Dal Piva A.M.O., Tribst J.P.M., Borges A.L.S., Souza R.O.A.E., Bottino M.A.. CAD-FEA modeling and analysis of different full crown monolithic restorations. *Dent Mater*. 2018 Sep;34(9):1342-1350. doi: 10.1016/j.dental.2018.06.024.
- [26] Dal Piva A.M., Tribst J.P., Gondim L.D., Ribeiro I.L., Campos F., Arata A., Souza R.O. Y-TZP surface behavior under two different milling systems and three different accelerated aging protocols. *Minerva Stomatol*. 2018 Dec;67(6):237-245. doi: 10.23736/S0026-4970.18.04138-9.
- [27] Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont* 1990;3(5):430-40.
- [28] Horn DJ, Bulan-Brady J, Hicks ML. Sphere spectrophotometer versus human evaluation of tooth shade. *J Endod*. 1998 Dec;24(12):786-90.
- [29] Dietschi D, Rossier S, Krejci I. In vitro colorimetric evaluation of the efficacy of various bleaching methods and products. *Quintessence Int*. 2006 Jul-Aug;37(7):515-26.

- [30] Abu-Izze F.O., Dal Piva A.M.O., Bottino M.A., Valandro L.F., Melo R.M. The Influence of Ceramic Re-pressing on Surface Properties, Bond Strength, and Color Stability of Leucite Ceramic. *J Adhes Dent*. 2018;20(5):389-395. doi: 10.3290/j.jad.a41365.
- [31] Lee YK, Powers JM. Color and optical properties of resin-based composites for bleached teeth after polymerization and accelerated aging. *Am J Dent*. 2001 Dec;14(6):349-54.
- [32] Caneppele T.M., Rocha Gomes Torres C., Bresciani E. Analysis of the Color and Fluorescence Alterations of Enamel and Dentin Treated With Hydrogen Peroxide. *Braz Dent J*. 2015 Oct;26(5):514-8. doi: 10.1590/0103-6440201300249.

## Tables

**Table 1.** Mean roughness values and standard deviations ( $\mu\text{m}$ ) according to the sintering mode and the roughness parameter evaluated.

| Sintering mode | Ra              | Rz              | RSm              |
|----------------|-----------------|-----------------|------------------|
| Standard (SM)  | $0.13 \pm 0.02$ | $1.21 \pm 0.26$ | $24.91 \pm 2.19$ |
| Fast (FM)      | $0.14 \pm 0.03$ | $1.32 \pm 0.25$ | $24.68 \pm 2.16$ |

**Table 2.** Mass composition of specimens by EDS analysis, sintered through standard (SM) and fast (FM) modes.

| <b>Chemical element</b> | <b>SM</b> | <b>FM</b> |
|-------------------------|-----------|-----------|
| Zirconium               | 69.88%    | 71,31%    |
| Oxygen                  | 22.95%    | 23,05%    |

**Table 3.** Mean values and standard deviation (sd) for maximum fracture strength, fatigue strength and confidence interval according to Collins analysis, for each sintering group.

| Sintering mode | Staircase Fatigue |                              |
|----------------|-------------------|------------------------------|
|                | Monotonic         | Collins                      |
|                | Mean (dp)         | Mean (95 % CI)               |
| SM             | 784 ± 145         | 512 (464 – 560) <sup>A</sup> |
| FM             | 711 ± 118         | 542 (472 – 611) <sup>A</sup> |

**Table 4.** One-way ANOVA for L\*, a\* and b\* of the samples sintered by the standard and fast modes.

| <i>Source</i>  | <i>DF</i> | <i>Adj SS</i> | <i>Adj MS</i> | <i>F-value</i> | <i>P-value</i> |
|----------------|-----------|---------------|---------------|----------------|----------------|
| <b>L*</b>      |           |               |               |                |                |
| Sintering mode | 1         | 10.09         | 10.09         | 17.16          | <b>0.000</b>   |
| Error          | 24        | 14.12         | 0.58          |                |                |
| Total          | 25        | 24.21         |               |                |                |
| <b>a*</b>      |           |               |               |                |                |
| Sintering mode | 1         | 0.3037        | 0.30370       | 13.46          | <b>0.001</b>   |
| Error          | 24        | 0.5416        | 0.02257       |                |                |
| Total          | 25        | 0.8453        |               |                |                |
| <b>b*</b>      |           |               |               |                |                |
| Sintering mode | 1         | 0.00025       | 0.000246      | 0.000          | 0.977          |
| Error          | 24        | 7.15011       | 0.297921      |                |                |
| Total          | 25        | 7.15035       |               |                |                |

**Table 5.** Mean values and standard deviation (sd) for L\*, a\* and b\* of the samples sintered by the standard (SM) and fast (FM) modes.

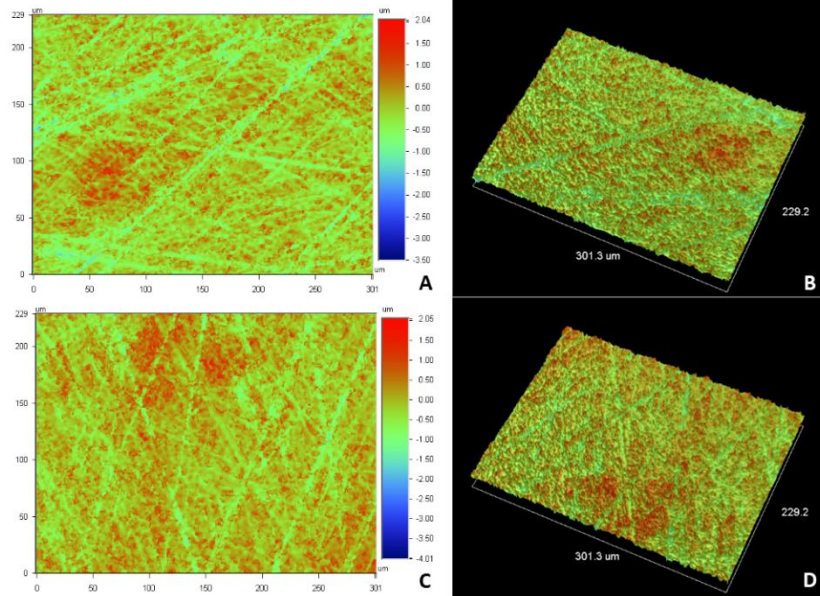
| Sintering mode | L*             | a*               | b*               |
|----------------|----------------|------------------|------------------|
| SM             | $80 \pm 1.0^B$ | $0.34 \pm 0.1^B$ | $14.7 \pm 0.6^A$ |
| FM             | $82 \pm 0.3^A$ | $0.56 \pm 0.1^A$ | $14.7 \pm 0.3^A$ |

**Table 6.** Mean values and standard deviation (sd) for the translucency of the samples sintered by SM and FM.

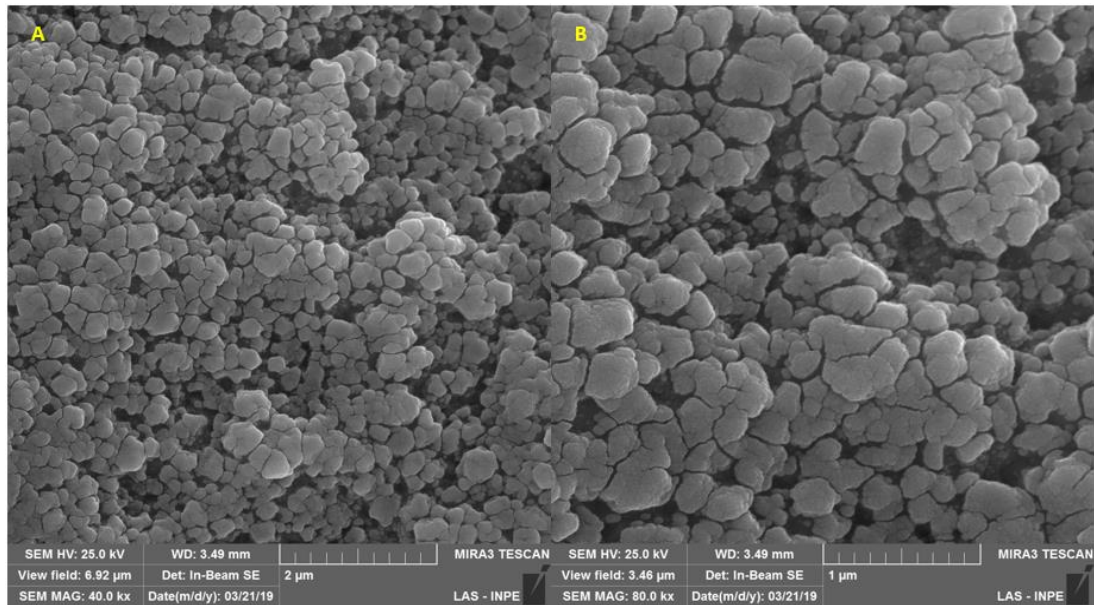
| Sintering mode | Mean $\pm$ sd  |
|----------------|----------------|
| SM             | 10.3 $\pm$ 2.3 |
| FM             | 10.5 $\pm$ 0.9 |

## Figure Legends

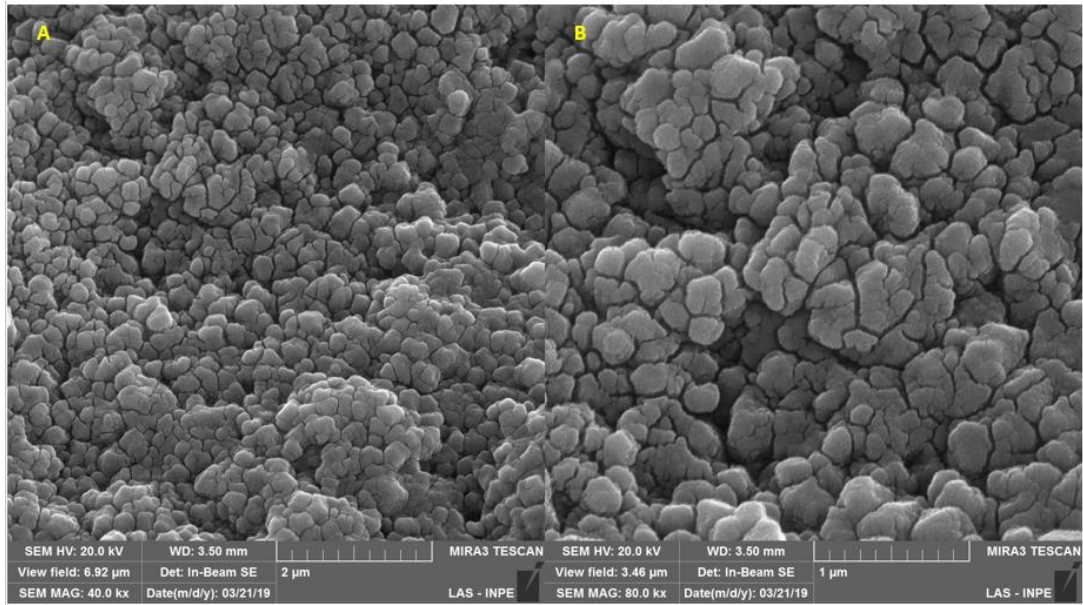
**Figure 1.** 2D and 3D profilometry images. A-B) SM; C-D) FM, respectively.



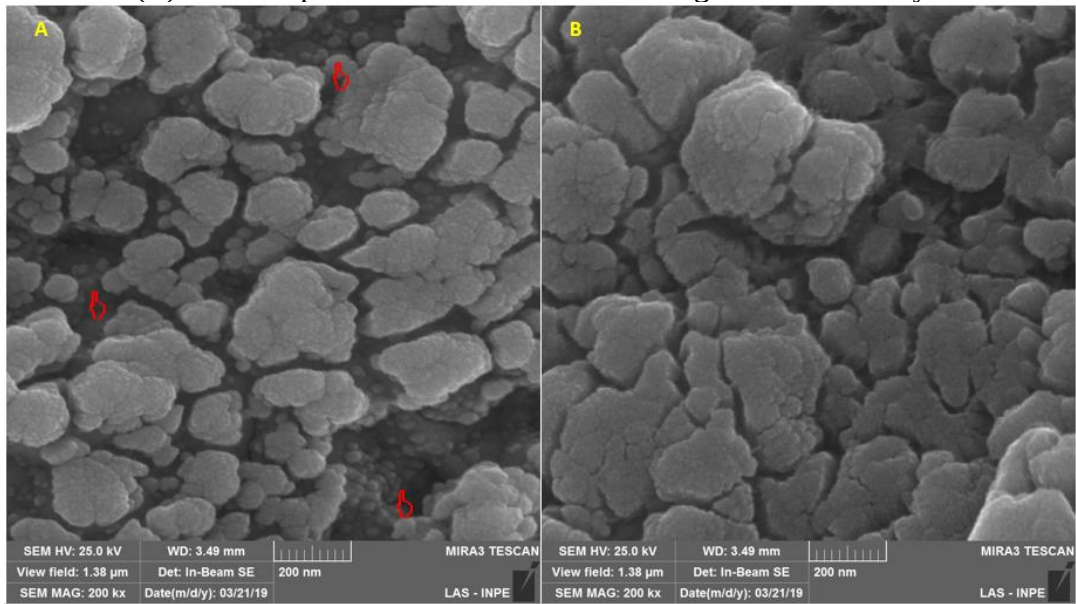
**Figure 2.** Micrographs (FEG-SEM, A) 40K $\times$  and B) 80K $\times$ ) of the grains microstructure of the samples sintered through the standard mode (SM).



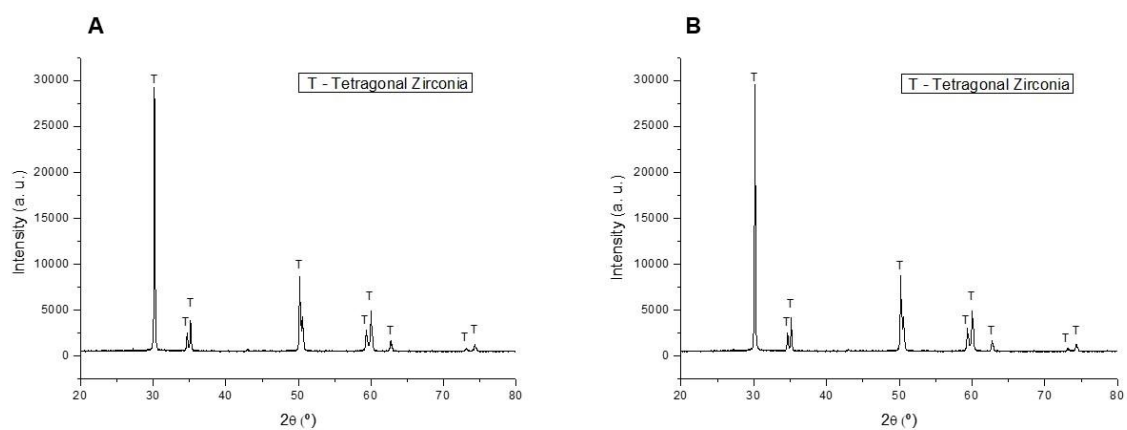
**Figure 3.** Micrographs (FEG-SEM, A) 40K $\times$  and B) 80K $\times$ ) of the grains microstructure of the samples sintered through the fast mode (FM).



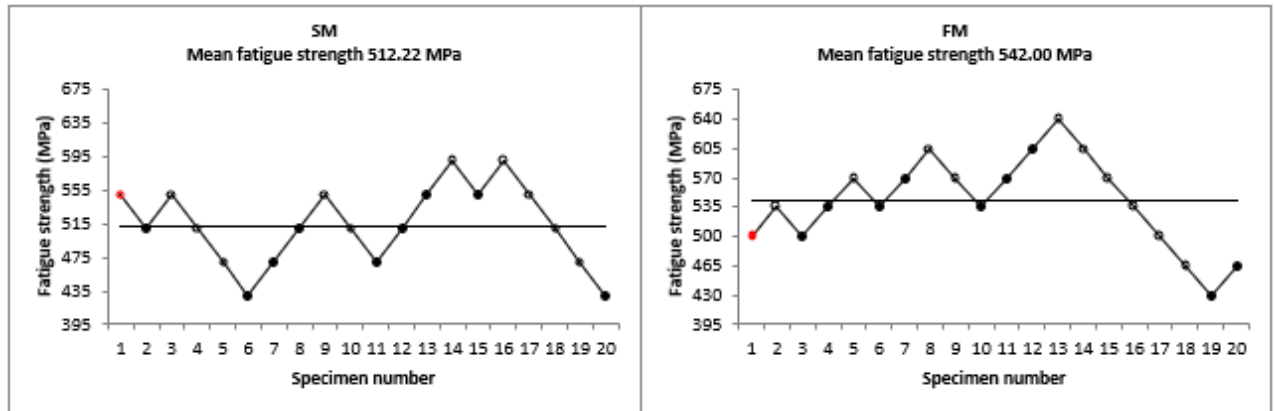
**Figure 4.** Micrographs (FEG-SEM, 200K $\times$ ) of the samples sintered through the standard (A) and fast modes (B). The red pointers show areas where the grains are visually smaller.



**Figure 5.** Images of the XRD spectra, respectively for A) SM; B) FM.



**Figure 6.** Staircase graphs for both groups. The red circle represents the beginning of the test. Survival (filled circle) and failure (empty circle) profiles observed during the fatigue test.



**Figure 7.** Representative micrographs (SEM, 80× and 150×) of the fractured specimens from each group indicate the beginning of the fracture from the tensile surface. The region highlighted by the black half circle and indicated by the white pointers, demonstrates the fracture origin (tensile side). White arrows signal the direction of crack propagation.

