



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

**KARINA BARBOSA SOUZA**

**EFEITO DO ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO NA  
RESISTÊNCIA AO DESGASTE, TOPOGRAFIA SUPERFICIAL,  
MICRODUREZA E TENACIDADE À FRATURA DE DIFERENTES  
ZIRCÔNIAS**

2023

**KARINA BARBOSA SOUZA**

**EFEITO DO ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO NA RESISTÊNCIA AO  
DESGASTE, TOPOGRAFIA SUPERFICIAL, MICRODUREZA E TENACIDADE À  
FRATURA DE DIFERENTES ZIRCÔNIAS**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRA, pelo Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIAS APLICADAS À SAÚDE BUCAL.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais e técnicas restauradoras.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

Coorientador: Prof. Dr. Tiago Moreira Bastos Campos

São José dos Campos

2023

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2024]. 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).

Souza, Karina Barbosa

Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência ao desgaste, topografia superficial, microdureza e tenacidade à fratura de diferentes zircônias / Karina Barbosa Souza. - São José dos Campos : [s.n.], 2023. 63 f. : il.

Dissertação (Mestrado) - Pós-Graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2023.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientador: Tiago Moreira Bastos Campos

1. Cerâmica. 2. Zircônio. 3. Desgaste de restauração dentária. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Campos, Tiago Moreira Bastos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

## **IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA**

Esta pesquisa teve como objetivo avaliar o envelhecimento hidrotérmico nas características de diferentes zircônias, de modo a compreender as limitações do material, uma vez que será utilizado em um ambiente que favorece a degradação em baixa temperatura. Assim, as indicações clínicas podem ser feitas com critério e base científica, visando a qualidade e longevidade do tratamento restaurador e satisfação do paciente.

## **POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH**

This research aimed to evaluate hydrothermal aging effect on the characteristics of different zirconias, to understand the limitations of the material, since it will be used in an environment that favors low temperature degradation. Thus, clinical indications can be made with criteria and a scientific basis, aiming at the quality and longevity of restorative treatment and patient satisfaction.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Tit. Marco Antonio Bottino** (Orientador)

Universidade Estadual Paulista  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus de São José dos Campos

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

Universidade Estadual Paulista  
Instituto de Ciência e Tecnologia  
Campus de São José dos Campos

**Prof<sup>a</sup> Dra. Marina Amaral**

Universidade de Taubaté  
Departamento de Odontologia  
Campus de Taubaté

São José dos Campos, 08 de dezembro de 2023.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus maravilhosos pais, Clenilsa Dantas Barbosa Souza e Claudenilson Xavier de Souza, por todo o amor, dedicação, apoio e por estarem presentes nos momentos de alegria e nos de incerteza, segurando minha mão e me tornando mais forte.

## AGRADECIMENTOS

Diariamente somos postos frente a frente com a brevidade e finitude da vida, nos fazendo lembrar o quanto devemos ser gratos pelas oportunidades oferecidas e por aqueles que estão no nosso caminho, nos ajudando e tornando a caminhada mais feliz. Dessa forma, agradeço a Deus por tantas pessoas incríveis que fizeram e fazem parte dessa jornada.

Agradeço aos meus pais, Claudenilson Xavier de Souza e Clenilsa Dantas Barbosa Souza, por serem pais incríveis. Por todo o amor e por todos os anos de dedicação, lapidando meu caráter, me ensinando sobre a vida e como é indispensável o respeito na nossa conduta diária. Não posso expressar em palavras o quanto sou grata e tenho orgulho de ser filha de vocês! Agradeço aos meus avós Nilson Soares, Clarice Dantas, Severina Marcelino, Clidenor Xavier e aos meus tios, Clenildo Xavier, Ângela Moura e Cléia Dantas, por todo o suporte durante o período do mestrado. Agradeço à toda minha família pela ajuda e por entenderem meus momentos de ausência dedicados à vida acadêmica.

Agradeço a Victor Warner por todo o incentivo para que eu fizesse o mestrado, por todo apoio e assistência durante a minha vinda para São José dos Campos. Agradeço à Telma Dantas e Wilson Reiff por me receberem e me acolherem em sua casa, dando todo o auxílio necessário para que eu pudesse me estabelecer e me adaptar à nova cidade.

Aos meus amigos, meus agradecimentos pelo companheirismo e por tantos momentos felizes compartilhados. À minha amiga Brenda Allany, que sempre esteve torcendo por mim ao longo de tantos anos de amizade, meu muito obrigada! Agradeço aos amigos que a Odontologia me trouxe, Ingrid Isley e Ítalo Gustavo, por dividirem comigo os dias de angústia e de alegria e por continuarem presentes em minha vida mesmo à distância. Aos amigos queridos que a UNESP me presenteou, Juliana Silva, Larissa Barreto, Amir Demachkia, Ana Carolina Silva, Elisa Aboucauch, Lucas Tanaka, Gabriela Santos, Caique Casarini, Antônio Torres, Stefany Couto, Laura Calvache e Jadson Mathyas, agradeço por tantos ensinamentos, por fazerem os dias de pós-graduação mais leves e por se tornarem uma família, acolhendo uns aos outros quando a saudade de casa bateu forte. Agradeço a todos os colegas de pós-

graduação por compartilharem experiências e aprendizados, contribuindo com meu crescimento pessoal e profissional.

Agradeço também aos meus professores que desempenharam um papel fundamental na minha história como estudante e no meu desenvolvimento acadêmico. Em especial ao meu orientador, professor Marco Antonio Bottino, por ser um exemplo de profissional, sempre incentivando e buscando o melhor para seus alunos. Ao meu coorientador, professor Tiago Moreira Bastos Campos, por todo apoio no desenvolvimento desta pesquisa. Ao professor Rodrigo Othávio de Assunção e Souza, por todo o aprendizado, confiança, pelas oportunidades oferecidas, por acreditar em mim e por ser um exemplo de professor. À professora Nathália Ramos, obrigada por toda a ajuda e colaboração ao longo do meu mestrado. Ao professor Julio Luz, obrigada pelos ensinamentos compartilhados, pelo incentivo, conselhos, sendo além de professor, um amigo. Às professoras Renata Marques de Melo Marinho e Marina Amaral, deixo meus agradecimentos por fazerem parte da minha banca e por contribuírem com este trabalho.

Agradeço aos funcionários do Departamento e Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese Dentária do ICT-UNESP, Juliane Damasceno, Thaís Paradella, Marco Alfredo e Márcio Eduardo Marques por sempre estarem disponíveis em ajudar e possibilitar o desenvolvimento das nossas pesquisas.

Agradeço à Universidade Estadual Paulista – ICT/UNESP São José dos Campos e ao Departamento Materiais Odontológicos e Prótese pelos momentos únicos que vivi nesta instituição e pela oportunidade de conhecer e aprender com grandes profissionais. À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), meus agradecimentos pela concessão de bolsa durante o primeiro semestre de mestrado. À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) por todo o financiamento desta pesquisa por meio da minha bolsa de mestrado (processo FAPESP 2021/11320-2).

Meus sinceros agradecimentos a todos que me ajudaram a chegar até aqui e contribuíram não só para a realização deste trabalho, mas para que todo o processo fosse mais gratificante.

## RESUMO

Souza KB. Efeito do envelhecimento hidrotérmico na resistência ao desgaste, topografia superficial, microdureza e tenacidade à fratura de diferentes zircônias. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2023.

Este estudo propôs avaliar o efeito do envelhecimento hidrotérmico no padrão de desgaste, topografia superficial, microdureza, tenacidade à fratura e composição cristalina das zircônias 3Y-TZP, 5Y-PSZ e multicamadas. Para isso, foram utilizadas as zircônias 3Y-TZP - Zpex e 5Y-TZP - Zpex Smile (Tosoh Corporation) para confecção de discos ( $\varnothing = 12$  mm e 1,2 mm de espessura) e a ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent) para confecção de blocos (14 x 14 x 1,5 mm). Os espécimes foram divididos em 6 grupos (n=18) entre os fatores “tipo de zircônia” (3Y-TZP, 5Y-TZP e multicamadas) e “envelhecimento hidrotérmico” (com e sem). Exceto para os grupos controle, as amostras passaram por envelhecimento em reator hidrotérmico (134°C, 20 horas, 2,2 bar). As amostras (n=10) foram submetidas ao desgaste por deslizamento horizontal de 2 mm, com esferas de zircônia 3Y-TZP como antagonistas (150N, 4Hz, 600.000 ciclos). O volume do desgaste e os parâmetros de rugosidade foram quantificados em perfilômetro de contato. A altura do desgaste dos antagonistas foi determinada em estereomicroscópio óptico. Foram realizadas a análise de difração de raios-X, espectroscopia Raman e microscopia eletrônica de varredura para cada grupo experimental, bem como microdureza Vickers e tenacidade à fratura. Os dados de volume de desgaste, altura dos antagonistas e rugosidade foram analisados estatisticamente por meio do ANOVA on Ranks e teste de Dunn. Os dados de microdureza e tenacidade à fratura foram analisados estatisticamente por meio do ANOVA 2 fatores e Tukey 5%. Os dados das análises de difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura foram submetidos à análise qualitativa. Com os resultados obtidos, foi possível observar que o envelhecimento hidrotérmico afetou o desgaste apenas para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas, tendo o grupo 3Y-TZP com envelhecimento o maior volume de desgaste, semelhante estatisticamente à zircônia multicamadas com envelhecimento. Para os parâmetros de rugosidade, o fator “envelhecimento” foi significativo apenas para o parâmetro Ra. O envelhecimento hidrotérmico afetou a dureza e tenacidade à fratura para a zircônia 3Y-TZP e para as diferentes camadas da zircônia multicamadas. As análises microestruturais indicaram que a fase monoclinica é mais sujeita ao desgaste e o envelhecimento hidrotérmico causou mudança de fase para 3Y-TZP. O MEV mostrou que o envelhecimento hidrotérmico causou arrancamento de grãos e desgaste em camadas para a zircônia 3Y-TZP e superfícies mais irregulares e rugosas para a zircônia 5Y-PSZ e multicamadas. Desse modo, podemos concluir que o envelhecimento hidrotérmico aumenta o desgaste para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas e produz transformação de fase, sendo a camada monoclinica mais sujeita ao desgaste. Além disso, o envelhecimento hidrotérmico não alterou a incidência do desgaste para a zircônia 5Y-PSZ, mas produziu alterações superficiais vistas por micrografias.

Palavras-chave: Cerâmica; Zircônio; Desgaste de Restauração Dentária.

## ABSTRACT

Souza KB. *Effect of hydrothermal aging on wear resistance, surface topography, microhardness and fracture toughness of different zirconias. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2023.*

*This study aimed to evaluate the effect of hydrothermal aging on the wear pattern, surface topography, microhardness, fracture toughness and crystalline composition of 3Y-TZP, 5YPSZ and multilayer zirconia. 3Y-TZP - Zpex and 5Y-TZP - Zpex Smile (Tosoh Corporation, Japão) were used to fabricate discs ( $\varnothing = 12 \text{ mm} \times 1,2 \text{ mm}$ ) and ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) to fabricate blocks ( $14 \text{ mm} \times 14 \text{ mm} \times 1,5 \text{ mm}$ ). The specimens were divided into 6 groups ( $n=18$ ) according to the following factors "type of zirconia" (3Y-TZP, 5Y-TZP e multilayers) and "hydrothermal aging" (with and without). Except for the control groups, the samples aged in hydrothermal reactor ( $134^\circ\text{C}$ , 20 horas, 2,2 bar). The samples were subjected to wear through cyclic load (150N, 4Hz, 600.000 cycles) with horizontal sliding of 2 mm ( $n=10$ ) under distilled water, using 3Y-TZP zirconia spheres ( $\varnothing = 6\text{mm}$ ) as antagonist. The wear volume and roughness parameters were quantified using a contact profilometer. The height of the wear of the antagonists was determined by stereomicroscope. X-rays diffraction analysis, Raman spectroscopy, and scanning electron microscopy were performed for each experimental group, along with fracture toughness and Vickers microhardness measurements. The data of the wear volume and roughness were analyzed statistically by ANOVA on Ranks and Dunn test. The microhardness and fracture toughness data were statistically analyzed by two-way ANOVA and Tukey test ( $\alpha=0.05$ ). The data of X-rays diffraction analysis and electronic microscope were subjected to the descriptive analysis. The results showed that hydrothermal aging affected the wear of only 3Y-TZP and multilayers zirconia. The 3Y-TZP group with aging had the highest wear volume; however, it was statistically similar to the wear observed in the multilayer zirconia with aging. Regarding the wear of the antagonist, there was no statistical difference between the groups. For the roughness parameters, the "aging" factor was significant only for the Ra parameter. The hydrothermal aging affected the hardness and fracture toughness for 3Y-TZP zirconia and the different layers of zirconia multilayers. The microstructure analyses indicated that the monoclinic phase is more susceptible to wear, and hydrothermal aging caused phase transformation on 3Y-TZP. The scanning electron microscope showed that hydrothermal aging caused grain detachment in 3Y-TZP, resulting in layered wear. For the 5Y-PSZ and multilayers zirconia, the aging caused more irregular and rougher surface. Thus, we can conclude that the hydrothermal aging increases wear in 3-TZP and multilayers zirconia, leading to a phase transformation and formation of a monoclinic layer that is more susceptible to wear. Furthermore, the hydrothermal aging did not alter the incidence of wear for 5Y-PSZ zirconia, but it caused surface alterations seen by micrograph.*

*Keywords: Ceramic; Zirconia; Wear of the dental restoration.*

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>15</b>
<b>2.1 Zircônia: uma cerâmica odontológica</b> .....	<b>15</b>
<b>2.1.1 Zircônia multicamadas</b> .....	<b>18</b>
<b>2.1.2 Degradação hidrotérmica</b> .....	<b>20</b>
<b>2.2 Desgaste superficial</b> .....	<b>22</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>24</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>25</b>
<b>4.1 Preparação das amostras</b> .....	<b>25</b>
<b>4.2 Envelhecimento hidrotérmico</b> .....	<b>26</b>
<b>4.3 Inclusão dos espécimes</b> .....	<b>27</b>
<b>4.4 Desgaste por deslizamento</b> .....	<b>27</b>
<b>4.5 Quantificação do desgaste e rugosidade superficial</b> .....	<b>29</b>
<b>4.6 Difração de raios-x (DRX)</b> .....	<b>30</b>
<b>4.7 Espectroscopia Raman</b> .....	<b>31</b>
<b>4.8 Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)</b> .....	<b>31</b>
<b>4.9 Microdureza Vickers</b> .....	<b>32</b>
<b>4.10 Tenacidade à fratura</b> .....	<b>32</b>
<b>4.11 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b> .....	<b>33</b>
<b>4.12 Análise estatística</b> .....	<b>33</b>
<b>5 RESULTADO</b> .....	<b>34</b>
<b>5.1 Desgaste por deslizamento</b> .....	<b>34</b>
<b>5.2 Rugosidade</b> .....	<b>37</b>
<b>5.3 Difração de raios-X (DRX)</b> .....	<b>38</b>
<b>5.4 Espectroscopia Raman</b> .....	<b>39</b>
<b>5.5 Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)</b> .....	<b>40</b>
<b>5.6 Microdureza Vickers</b> .....	<b>42</b>
<b>5.7 Tenacidade à fratura</b> .....	<b>44</b>
<b>5.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b> .....	<b>46</b>
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	<b>56</b>

<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>64</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>65</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A zircônia, caracterizada pelo seu conteúdo policristalino, é um material com crescente aplicabilidade na Odontologia (Lan et al., 2016) devido às suas propriedades que favorecem à utilização de restaurações indiretas livres de metal (Cavalcanti et al., 2009; Rodrigues et al., 2020). Em sua forma pura, a zircônia pode ser encontrada em três tipos de fase cristalina: monoclinica, tetragonal e cúbica (Zhang, Lawn, 2018), cujas configurações e estabilidade variam de acordo com determinadas faixas de temperatura (Araújo Júnior et al., 2020). Entretanto, como a forma pura é instável quimicamente (Prado et al., 2017), diferentes estabilizadores são incorporados à zircônia, entre eles o óxido de ítrio (Sadan et al., 2005) é o mais comumente utilizado. Assim, diversas zircônias foram introduzidas, classificadas na literatura em gerações, apresentando microestrutura e comportamento mecânico diferentes (Zhang, Lawn, 2018; Araújo Júnior et al., 2020).

A zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3Y-TZP), classificada como primeira geração, apresenta satisfatórias propriedades mecânicas (Manicone et al., 2007; Guess et al., 2008; Rondoni, 2016; Moura et al., 2018), as quais são favorecidas pelo processo de tenacificação por transformação. Entretanto, como a primeira geração apresenta uma deficiência estética pelo seu alto grau de opacidade (Stawarczyk et al., 2017; Le et al., 2019), alterações microestruturais possibilitaram uma melhora na translucidez da zircônia de segunda geração. A menor quantidade de grãos tetragonais possibilitou diminuição da refração da luz, favorecendo a translucidez do material (Stawarczyk et al., 2017), entretanto, estudos demonstram diminuição das propriedades mecânicas quando comparada à geração anterior (Ghodsi, Jafarian, 2018).

Já a zircônia ultratranslúcida, de terceira geração (5Y-PSZ), é caracterizada pelo seu alto conteúdo cristalino em fase cúbica com grande teor de óxido de ítrio (>3mol%) (Stawarczyk et al., 2017; Mao et al., 2018). A característica isotrópica da fase cúbica permite que a luz seja emitida e transmitida mais uniformemente, aumentando a translucidez do material (Stawarczyk et al., 2017). Por outro lado, esta geração apresenta redução significativa de suas propriedades mecânicas, uma vez que o mecanismo de tenacificação por transformação não ocorre como nas gerações

anteriores (Carraba et al, 2017; Kwon et al., 2018; Vila-Nova et al., 2020). Nessa perspectiva, ocorreu a introdução da zircônia multicamadas cujo objetivo seria reunir em um único material os benefícios mecânicos da primeira geração de zircônia, com as características estéticas da terceira geração, possibilitando a sua utilização para todas as situações clínicas, como uma “zircônia universal” (Michailova et al., 2020). Dessa forma, a zircônia 5Y-PSZ estaria nas camadas mais superficiais proporcionando melhor resultado estético, enquanto as camadas para a infraestrutura da restauração estariam com as propriedades da zircônia 3Y-TZP, havendo uma gradação estrutural do material (Schonhoff et al., 2021).

Embora a transformação de fase tetragonal para monoclinica possa beneficiar mecanicamente a zircônia quando ocorre em algumas regiões comprimindo trincas (Pereira et al., 2016), este mecanismo também está relacionado com a degradação em baixa temperatura (Amaral et al., 2013). O processo de degradação em baixa temperatura ou degradação hidrotérmica (Pereira et al., 2016) ocorre quando a zircônia está em meio aquoso (Kim et al., 2009; Kim et al., 2010; Amaral et al., 2013) e moléculas de água penetram no material, quebrando as ligações do oxigênio e o ítrio ou com a zircônia, deixando o material instável quimicamente. Com isso, ocorre uma transformação de fase tetragonal para monoclinica em cascata, com aumento de volume de grãos, ocasionando microtrincas em toda a estrutura (Ghodsi, Jafarian, 2018), começando superficialmente até atingir o interior do material (Hatanaka et al., 2020), podendo haver uma redução de 20 a 40% na resistência à fratura (Nakamura et al., 2015).

Além disso, a degradação hidrotérmica afeta a topografia superficial, uma vez que há aumento do volume, enucleação dos grãos de zircônia e microfaturas, resultando no aumento da rugosidade (Araújo Júnior et al., 2020; Hatanaka et al., 2020). A alteração superficial provoca maior aspereza e rugosidade, o que influencia o desgaste do material restaurador e da estrutura antagonista (Alves et al., 2019a), pois quanto maior a lisura superficial da restauração cerâmica, menor o desgaste provocado na estrutura antagônica (Passos et al., 2014). Como os desgastes dentários podem afetar a satisfação do paciente e comprometer a longevidade do tratamento (Lee et al., 2012; D’Arcangelo et al., 2016; Ting et al., 2017), são necessários estudos que investiguem os fatores influenciadores dos padrões de desgaste em diferentes materiais restauradores e estruturas antagonistas, bem como

se a degradação hidrotérmica pode alterar a estrutura do material, favorecer o desgaste e reduzir a sua resistência.

Embora as propriedades da zircônia e degradação hidrotérmica sejam alvo de diferentes estudos, ainda não está claro como esta degradação causada pelo ambiente aquoso e sua consequente alteração da topografia superficial da zircônia possam influenciar os padrões de desgaste para as gerações deste material, principalmente da primeira e terceira geração (as quais apresentam características mais contrastantes entre si), bem como para os materiais multicamadas, nem como a combinação destes fatores podem influenciar na dureza e tenacidade à fratura da zircônia. Dessa forma, o objetivo deste estudo é avaliar o efeito da degradação hidrotérmica no padrão de desgaste, topografia superficial, microdureza Vickers, tenacidade à fratura e composição cristalina das zircônias 3Y-TZP, 5Y-PSZ e multicamadas.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Zircônia: uma cerâmica odontológica

Na tentativa de suprir as constantes modificações da demanda estética da sociedade e substituição de restaurações metálicas, associando biocompatibilidade (Zhang, Kelly, 2017; Skorulska et al., 2021), foi introduzido na Odontologia o uso das cerâmicas (Paulillo et al., 1997; Chain et al. 2000; Pagani et al., 2003). As cerâmicas odontológicas podem ser classificadas quanto ao método de processamento em cerâmicas para estratificação, para prensagem e para CAD/CAM (Pagani et al., 2003; Shenoy, Shenoy, 2010; Guilardi et al., 2020) e, ainda, quanto à sua microestrutura: com predomínio de fase vítrea em sua composição (as chamadas cerâmicas vítreas), as cerâmicas híbridas (Skorulska et al., 2021) e as predominantemente cristalinas ou policristalinas (Li et al., 2014). Embora possuam características microestruturais diferentes, as cerâmicas possuem baixa capacidade de deformação antes da fratura, ou seja: possuem pouca ou nenhuma deformação plástica (Marocho et al., 2010; Zhang et al., 2019), comportando-se como materiais frágeis (Denry, Holloway, 2010; Shenoy, Shenoy, 2010).

Nesse contexto, um dos grandes desafios foi unir as necessidades estéticas do material restaurador às boas propriedades mecânicas (Corado et al., 2022). As cerâmicas com alto conteúdo vítreo, embora apresentassem boas propriedades ópticas, apresentam menor resistência à propagação de trincas, reduzindo sua tenacidade à fratura (Apel et al., 2008; Borba et al., 2011; Elsaka et al., 2016; Wendler et al., 2016, Ricco et al., 2021), quando comparadas aos materiais policristalinos (Liu et al., 2021). Dessa forma, materiais com composição predominantemente cristalina se tornaram explorados e alvo comum de estudos, pois a presença dos cristais dificulta que a trinca percorra sua estrutura (Andreioulo et al., 2011; Borba et al., 2011). Nesse sentido, a cerâmica de zircônia ganhou destaque por suas altas propriedades mecânicas (Camposilvan et al., 2018), biocompatibilidade (Campos et al., 2020) e baixa adesão bacteriana (Denry, Kelly, 2005; Egilmez et al., 2013).

A zircônia é um material caracterizado por suas diferentes fases cristalinas:

monoclínica, tetragonal e cúbica (Lan et al., 2016; Zhang, Lawn, 2018), as quais apresentam variação estrutural e de estabilidade em específicas faixas de temperatura (Araújo Júnior et al., 2020). A fase monoclínica apresenta-se estável até 1170°C, a fase tetragonal de 1170°C até 2370°C e a fase cúbica acima de 2370°C (Denry, Kelly, 2014; Zhang, Lawn, 2018). Devido à instabilidade química em sua forma pura (Prado et al., 2017), estabilizadores foram incorporados à zircônia, entre eles o cério, magnésio e o óxido de ítrio (Sadan et al., 2005). A modificação das concentrações de estabilizadores, principalmente a ítria, possibilitou que diferentes gerações de zircônia fossem produzidas, alterando a sua microestrutura e consequentemente suas propriedades mecânicas (Zhang, Lawn, 2018; Araújo Júnior et al., 2020; Skorulska et al., 2021).

A primeira geração de zircônia, a zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3Y-TZP), contendo 3% de mol de ítrio (Denry, Kelly, 2008), apresenta satisfatórias propriedades mecânicas, com resistência à compressão de 2000 MPa (Manicone et al., 2007; Rondoni, 2016), tenacidade à fratura de 9-10 MPa.m<sup>1/2</sup> (Guess et al., 2008) e resistência à flexão de até 1200 MPa (Moura et al., 2018). Tais características mecânicas se devem ao mecanismo de tenacificação por transformação que ocorre pela transformação da fase tetragonal para monoclínica quando uma região do material está sujeita a um estresse ou tensão (Cavalcanti et al., 2009), seja por abrasão por ar e partículas, ajustes ou propagação de trincas (Amaral et al., 2013). Com a mudança de fase, ocorre um aumento de volume de grãos de 3% a 5% (Shahmiri et al., 2017), fazendo com que haja uma compressão da trinca causada pelo estresse e limitação da sua propagação (Cavalcanti et al., 2009; Denry, Kelly, 2014). Apesar das propriedades mecânicas serem consideradas uma vantagem no uso deste material, a primeira geração de zircônia apresenta uma deficiência estética pelo seu alto grau de opacidade (Stawarczyk et al., 2017; Le et al., 2019). Devido ao seu índice de refração, causado pela anisotropia dos cristais tetragonais (Hatanaka, et al., 2020), a luz passa a ser espalhada, refletida e refratada nos contornos de grão, e não transmitida (Zhang, Kelly, 2017), dando à zircônia a característica opaca (Ghodsi, Jafarian, 2018). Além disso, a quantidade de alumina incorporada no material para auxiliar no processo de sinterização, porosidades estruturais e o tamanho dos grãos, também afetam a translucidez do material (Zhang, Kelly, 2017; Camposilvan et al., 2018).

A combinação das propriedades mecânicas e baixa estética levaram este material a ser indicado principalmente para infraestrutura de próteses fixas (Guazzato et al., 2004; Souza et al., 2018), sendo recoberto por materiais mais estéticos (cerâmicas de cobertura) (Chai et al. 2014; Macedo et al., 2014; Camposilvan et al., 2018). Contudo, a menor tenacidade à fratura e menor módulo elástico do material de recobrimento (Quinn et al., 2010), além de incompatibilidades de coeficientes de expansão térmica entre a infraestrutura de zircônia e a cerâmica de cobertura (Lobo et al., 2020), tornaram as delaminações e fratura as falhas mais recorrentes (Elsaka et al., 2013; Sulaiman et al., 2015; Rodrigues et al., 2020), afetando diretamente a longevidade destas restaurações. A literatura relata prevalência de falhas clínicas de 15% entre 2 e 5 anos, chegando a 23% entre 5 e 10 anos (Muhammed et al., 2018), sendo relatado também falhas do tipo delaminações de 6-10% em coroas, entre 3 e 5 anos, e de 20-32% em próteses parciais fixas entre 5 e 10 anos (Zhang, Kelly, 2017). Dessa forma, buscou-se nas novas gerações de zircônia superar estas limitações.

Na segunda geração, embora ainda 3Y-TZP, houve a diminuição da quantidade de grãos tetragonais, permitindo que a luz sofresse menor grau de refração. Dessa forma, há mais transmissão da luz pelo material e, conseqüentemente, aumento da translucidez (Stawarczik et al., 2017). Embora estudos demonstrem uma diminuição das propriedades mecânicas quando comparada à geração anterior (Ghodsi, Jafarian, 2018), a literatura relata uma resistência à flexão de 1000 MPa (Lan et al., 2016). A segunda geração de zircônia permitiu, com auxílio da tecnologia CAD/CAM a confecção de restaurações monolíticas (Harada et al., 2016), as quais são feitas totalmente em zircônia, sem recobrimento de uma cerâmica de cobertura (Camposilvan et al., 2018), diminuindo os problemas clínicos da primeira geração (Sulaiman et al., 2015; Shahmiri et al., 2017).

Já a zircônia ultratranslúcida, de terceira geração (5Y-PSZ), possui em sua composição grande quantidade de conteúdo cristalino em fase cúbica, chegando até a 53% na sua composição cristalina (Pereira et al., 2018). Isso é possível devido à incorporação de grande teor de óxido de ítrio (>3mol%) (Stawarczik et al., 2017; Mao et al., 2018), o que não acontece nas gerações anteriores (Pereira et al., 2018). Diferentemente dos grãos na fase tetragonal, os grãos na fase cúbica são isotrópicos, e tal característica faz com que a luz não seja tão dispersa e sim emitida e transmitida

mais uniformemente, favorecendo a translucidez do material (Stawarczik et al., 2017). Dessa forma, pode ser indicada para laminados cerâmicos (Souza et al., 2018), onlays e inlays (Rabel, 2019). Por outro lado, esta geração apresenta redução significativa de suas propriedades mecânicas, pois o mecanismo de tenacificação por transformação é afetado pela ausência de fase tetragonal, não ocorrendo como nas gerações anteriores (Carraba et al., 2017; Kwon, et al., 2018; Vila-Nova et al., 2020). Como demonstra no estudo de Pereira et al., 2018 ao compararem as propriedades das diferentes gerações de zircônia, concluíram que a zircônia de segunda geração apresenta propriedades mecânicas significativamente melhores que a terceira geração. Sendo assim, métodos que aprimorem o desempenho mecânico da geração mais translúcida de zircônia, para que se torne possível usufruir da sua grande vantagem estética também em reabilitações extensas ou que exigem suporte de elevadas cargas oclusais, podem beneficiar o planejamento e execução de tratamentos reabilitadores.

### **2.1.1 Zircônias multicamadas**

Com o objetivo de acentuar o uso de restaurações monolíticas de zircônia e mimetizar as camadas da estrutura dentária, foi introduzida no mercado odontológico a zircônia com gradientes (Michailova et al., 2020). Inicialmente, o gradiente consistia apenas na variação de cor com pigmentos em um mesmo bloco de um único tipo de zircônia (Schönhoff et al., 2021). Desse modo, acreditava-se ser possível caracterizar uma restauração com diferentes tons, desde a região incisal mais translúcida às regiões mais opacas e com maior croma e saturação da cervical dentária (Kolakarprasert et al., 2019). Entretanto não havia variação de propriedades mecânicas para cada camada já que o bloco era composto da mesma geração de zircônia (Michailova et al., 2020).

Mais recentemente, com a ideia de unir a alta resistência das primeiras gerações com as qualidades estéticas das últimas gerações de zircônia, foi introduzida a zircônia multicamadas com gradiente em diferentes zircônias em um único material (Kaizer et al., 2019; Michailova et al., 2020; Schönhoff et al., 2021),

sendo possível restaurações com infraestruturas apresentando as características mecânicas da 3Y-TZP e camadas mais superficiais e incisais com a translucidez de uma zircônia 5Y-PSZ (Schonhoff et al., 2021), bem como diferentes tonalidades (Kaizer et al., 2019). Desse modo, as zircônias evoluíram na busca de materiais versáteis e com ampla aplicação clínica, como um material restaurador “universal” (Michailova et al., 2020). Entretanto, como o material é em formato de disco composto por camadas com diferentes características microestruturais e com incorporação de substâncias para pigmentação, surgiu o questionamento sobre como essa composição poderia afetar a sua integridade estrutural (Kaizer et al., 2019).

Kaizer et al. (2019), por meio de testes laboratoriais e auxílio da análise de elementos finitos, avaliaram o efeito da apresentação com gradiente na resistência residual de três zircônias multicamadas, caracterizando a resistência à flexão de quatro pontos nas diferentes camadas e entre elas. Assim, observaram que independente do material avaliado, as amostras com gradiente estrutural apresentaram resistência à flexão aproximadamente 30% menor quando comparadas às amostras com composição homogênea, além disso, as amostras tenderam à fratura na interfase entre a camada mais translúcida (5Y-PSZ) e a zona de transição. Os espécimes avaliados na microscopia eletrônica de varredura também mostraram a presença mais frequente de impurezas e regiões com sinterização deficiente nas zonas de transição, quando comparadas às regiões de composição homogênea (um único tipo de zircônia), as quais podem desempenhar um papel de iniciadores de falhas do material.

Por outro lado, Schonhoff et al. (2021), ao avaliar a confiabilidade destes materiais com gradiente de resistência em função ao longo do tempo utilizando três diferentes protocolos de fadiga dinâmica, perceberam que o protocolo não influenciou resistência à fratura dos materiais testados. Foi observado também que a camada correspondente à zircônia mais translúcida apresentou os menores valores de resistência à fratura, condizente com outros achados na literatura (Rosentritt et al., 2020). Os módulos de Weibull obtidos (entre 5,06 e 8,72) indicaram se tratar de materiais com alta homogeneidade estrutural aos testes de fadiga, além disso os achados na análise fractográfica são indicadores de alta resistência. Diferente do estudo de Kaizer et al. (2019), os defeitos ou falhas passíveis de iniciar uma trinca estavam localizados na superfície ou borda do material, não sendo encontrados poros

ou defeitos inclusos na estrutura do material.

Ainda nesse contexto, Rosentritt et al., (2020) avaliaram a resistência à fadiga, de espécimes em formato anatômico simulando próteses parciais fixas de três elementos com conectores confeccionados em diferentes zonas dos discos de zircônia multicamadas, variando também o protocolo de sinterização. Embora os autores tenham sugerido que o posicionamento dos conectores deve ser considerado no planejamento da fresagem do disco com gradiente, os resultados indicaram que houve diferença estatística apenas quando os conectores foram localizados na camada superior do disco e centralmente, com protocolo de sinterização longo. Além disso, os diferentes protocolos de sinterização não foram significativos para afetar a resistência mecânica do material. Embora sejam alvo de outros estudos atuais, os resultados ainda são conflitantes e inconclusivos quanto às propriedades destes materiais, de modo que mais estudos são necessários, bem como a padronização dos testes realizados.

### **2.1.2 Degradação hidrotérmica**

A transformação de fase tetragonal para monoclínica beneficia mecanicamente a zircônia quando ocorre em regiões sujeitas a estresse mecânico, comprimindo trincas (Cavalcanti et al., 2009; Pereira et al., 2016; Araújo Jr., et al., 2020), entretanto, tal alteração de fase também está associada à degradação em baixa temperatura. O processo também conhecido como degradação hidrotérmica (Pereira et al., 2016) ocorre sob baixa temperatura em ambiente úmido/aquoso, estando associado ao tempo (Araújo Jr., et al., 2020), de modo que a exposição do material ao meio proporciona que haja incorporação de moléculas de água à sua estrutura por capilaridade (Miragaya et al., 2017), afetando diretamente às ligações com os óxidos estabilizadores, o que altera a estabilidade química da zircônia. Desse modo, há uma transformação de fase de tetragonal para monoclínica em cascata, acompanhada de aumento de volume dos grãos e nucleação, o que exerce uma tensão compressiva nos grãos adjacentes, iniciando da superfície e progredindo até o interior do material (Araújo Júnior., et al., 2020; Hatanaka et al., 2020). Com isso, há

a formação de microtrincas devido ao acúmulo de tensões (Benalcázar Jalkh et al., 2020), afetando assim a densidade e a resistência da zircônia, podendo gerar falhas catastróficas quando associado às cargas repetitivas da função mastigatória (Amaral et al., 2013). Tal processo também pode ser influenciado pelo tamanho de grãos, tensões residuais originadas na fabricação do material e os estabilizadores utilizados (Lughi, 2010; Koenig et al., 2021).

No estudo de Borges et al. (2019), ao avaliar a transformação de fase da zircônia exposta ao ambiente bucal por 100 dias, foi observado uma transformação de fase de aproximadamente 12% da amostra. Enquanto Miragaya et al. (2017) observaram uma transformação de fase em aproximadamente 7,7% da amostra após 60 dias, sugerindo efeitos localizados mais na superfície da zircônia. Tais resultados são apresentados após períodos curtos de exposição do material ao ambiente com degradação hidrotérmica, uma vez que restaurações são mantidas por vários anos no ambiente bucal. Entretanto, no estudo de Miragaya et al. (2017), também foi possível observar que a exposição ao ambiente bucal diminuiu significativamente a resistência à flexão, tenacidade à fratura e o módulo de Young dos materiais.

Além disso, devido a presença de enucleação, arrancamento de grãos e microtrincas ocasionados pela degradação hidrotérmica (Araújo Júnior, et al., 2020), há também a alteração da topografia superficial associada ao aumento da rugosidade (Borges et al., 2019; Hatanaka et al., 2020). Para restaurações dentárias expostas a um meio com presença de bactérias e resíduos alimentares, a rugosidade do material desempenha um papel importante no acúmulo de biofilme, de modo que quanto mais lisa e polida, menos acúmulo de biofilme haverá e menor a incidência de patologias como periodontite, cáries adjacentes à restauração e, nos casos de próteses sobre implante, peri-implantite (Borges et al., 2019). Além disso, a alteração superficial apresentada com aumento de rugosidade também influencia no processo de desgaste do material restaurador e da estrutura antagonista (Alves et al., 2019b), seja ela em estrutura natural ou também com restauração, sendo importante a manutenção de uma superfície polida (Passos et al., 2014).

Nesse sentido, uma vez que a degradação hidrotérmica pode influenciar as propriedades da cerâmica de zircônia, estudos vêm buscando protocolos metodológicos que possam simular esta condição *in vitro*, como a utilização de armazenamento em água à temperatura ambiente (Pereira et al., 2016), autoclave e

reator térmico (Araújo júnior et al., 2020). Entretanto, a utilização do reator hidrotérmico tem sido indicada pois este consegue manter a temperatura e pressão sem alterações durante o experimento, os espécimes são expostos à água e não ao vapor de água, além de simular a degradação hidrotérmica a longo prazo em menor tempo (Prado et al., 2020; Araújo Júnior, et al., 2020).

## **2.2 Desgaste superficial**

A perda progressiva da superfície de materiais em contato com um corpo, pode ser definido como desgaste (Lee et al., 2012), sendo este de característica multifatorial (D'arcangelo et al., 2016), envolvendo processos químicos, físicos, biológicos, mecânicos e tribológicos (Oh et al., 2002; Lee et al., 2012; Ramos et al., 2023). Embora o desgaste patológico seja frequentemente associado ao apertamento dentário e bruxismo (D'arcangelo et al., 2016), diversos fatores influenciam o desgaste das estruturas, sejam naturais ou restauradoras. Entre estes fatores, estão os hábitos alimentares, forças musculares e materiais restauradores (Lee et al., 2012).

No que se refere às características dos materiais restauradores, a microestrutura, tamanhos dos cristais da sua composição, porosidade e rugosidade superficial, podem afetar as propriedades de desgaste (Faria et al., 2014; D'arcangelo et al., 2016). Superfícies com maior rugosidade tendem a causar mais desgaste nos antagonistas e materiais restauradores (Alves et al., 2019a), pois o aumento da rugosidade causa elevação do coeficiente de atrito (Faria et al., 2014). O contrário também ocorre: superfícies mais polidas provocam menor desgaste (Passos et al., 2014).

Inicialmente pensou-se que a microdureza estivesse vinculada às propriedades de desgaste das cerâmicas, porém foi relatado que o desgaste de materiais frágeis ocorre por fadiga e fratura pois estes materiais não sofrem deformação plástica (Oh et al., 2002). Assim, com as constantes cargas aplicadas, trincas são formadas e conseqüentemente propagadas pela estrutura do material, até que fragmentos sejam liberados (Faria et al., 2014). Desse modo, a tenacidade à

fratura é uma propriedade que pode influenciar as características relacionadas ao desgaste dos materiais cerâmicos.

Embora a zircônia seja um material com dureza significativamente maior que outras cerâmicas, a literatura relata que a cerâmica vítrea feldspática pode produzir um desgaste maior no dente antagonista quando comparada à zircônia (Jung et al., 2010). Além disso, Mundhe et al. (2015) mostraram em seu estudo que coroas monolíticas de zircônia com polimento causaram menor desgaste do esmalte em dentes antagonistas quando comparadas a coroas metalocerâmicas com glaze. Ainda assim, este é um fator que deve ser avaliado cuidadosamente pois o desgaste de estruturas dentárias e restauradoras pode alterar o padrão oclusal, dimensão vertical e causar hipersensibilidade dentária, comprometendo a longevidade do tratamento restaurador (Lee et al., 2012; D’Arcangelo et al., 2016; Ting et al., 2017). Somado a isso, ainda não está claro como a degradação hidrotérmica pode afetar o padrão de desgaste da zircônia.

### 3 PROPOSIÇÃO

Este estudo propôs avaliar o efeito do envelhecimento hidrotérmico no padrão de desgaste, topografia superficial, microdureza Vickers, tenacidade à fratura e composição cristalina das zircônias 3Y-TZP, 5Y-PSZ e multicamadas. As hipóteses testadas foram:

1. O envelhecimento hidrotérmico afeta a resistência ao desgaste e a topografia superficial independentemente do tipo de zircônia.
2. O envelhecimento hidrotérmico afeta a microdureza e tenacidade à fratura para os três tipos de zircônia.
3. O envelhecimento hidrotérmico afeta a transformação de fase das zircônias.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Preparação das amostras

Foram utilizadas as zircônias Zpex e Zpex Smile (Tosoh Corporation, Japão) para a confecção das amostras de 3-TZP e 5Y-PSZ, respectivamente. A cerâmica ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) foi utilizada para a confecção das amostras da zircônia multicamadas.

Os pós da Zpex e Zpex Smile foram prensados uniaxialmente por 30s com 3 toneladas, em uma matriz de aço carbono de 15 mm de diâmetro e 1,8 mm de espessura. Em seguida, as amostras foram sinterizadas à 1000°C, durante 1 hora em um forno específico (Zyrcomat, Vita Zahnfabrik, Alemanha), com uma taxa de aquecimento e resfriamento de 4°C/min.

Para a zircônia ZirCAD Prime, foi utilizado o disco já prensado pelo fabricante, na sua forma comercial. O material foi seccionado em formato de bloco englobando todas as camadas da gradação de zircônia. Após cuidadosa análise microscópica da localização da zona de transição da gradação das zircônias, o material foi cortado com auxílio de um disco diamantado em baixa velocidade (Isomet 1000, Buehler, EUA) (Vardhaman, et al., 2020) de modo que as camadas de 3Y-TZP e 5Y-PSZ se mantivessem como no disco original. Posteriormente, os espécimes foram lixados em lixas de carbetto de silício (#400, #600, #800, #1200 e #2000) para a obtenção de espécimes planos e com formato retangular. Em seguida, as amostras foram sinterizadas de acordo com as recomendações do fabricante (Tabela 1).

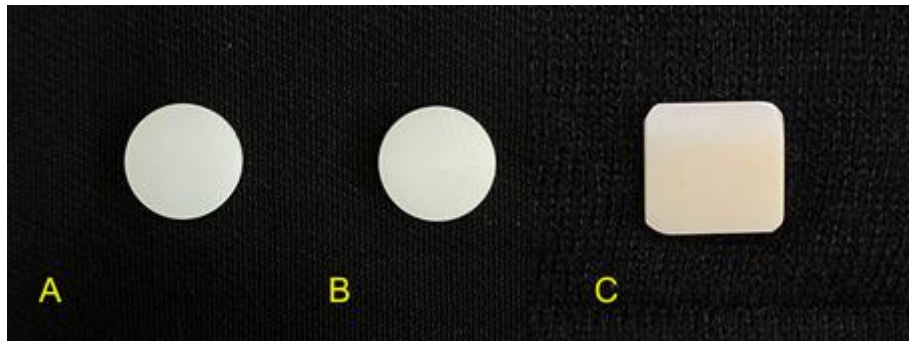
Após a sinterização, os discos apresentaram as dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura (ISO 6872: 2015) (Figura 1), enquanto os retângulos da zircônia multicamadas apresentaram as dimensões de 14 mm x 14 mm x 1,5 mm, sendo verificadas com auxílio de um paquímetro digital (Lopes et al., 2020). Os espécimes foram divididos em 6 grupos de acordo com os fatores envelhecimento hidrotérmico (2 níveis: com envelhecimento hidrotérmico e sem envelhecimento hidrotérmico) e o tipo de zircônia (3 níveis: (3Y-TZP, 5Y-PSZ e multicamadas).

Tabela 1 – Protocolo de sinterização para a zircônia multicamadas.

Fases	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Taxa de aquecimento (°C/min)	Tempo de espera (min)
Fase de aquecimento	20	900	10	-
Tempo de espera	900	900	-	30
Tempo de espera	900	1500	3.3	-
Tempo de espera	1500	1500	-	120
Fase de resfriamento	1500	900	10	-
Fase de resfriamento	900	300	8.3	-

Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 1 – Espécimes utilizados no estudo



Legenda: A) espécime em zircônia 5Y-PSZ; B) espécime em zircônia 3Y-TZP; C) espécime de zircônia multicamadas.

Fonte: elaborada pelo autor.

## 4.2 Envelhecimento hidrotérmico

Exceto para os grupos controle (sem envelhecimento hidrotérmico), as amostras foram submetidas ao envelhecimento hidrotérmico em um reator hidrotérmico (reator Parr, Parr Instruments, Moline IL, EUA) à 134 °C, por 20 horas

sob pressão de 2,2 bar (Araújo Júnior et al., 2020).

### 4.3 Inclusão dos espécimes cerâmicos

Previamente ao teste de desgaste, os espécimes cerâmicos foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada utilizando um tubo de PVC, de modo que a superfície ficou paralela ao plano horizontal e exposta para ser desgastada (Figura 2).

Figura 2 – Espécimes incluídos



Legenda: A) tubo de PVC utilizado para incluir os espécimes cerâmicos; B) espécime cerâmico em disco incluído em resina acrílica quimicamente ativada; C) espécime cerâmico multicamadas incluído em resina acrílica quimicamente ativada.

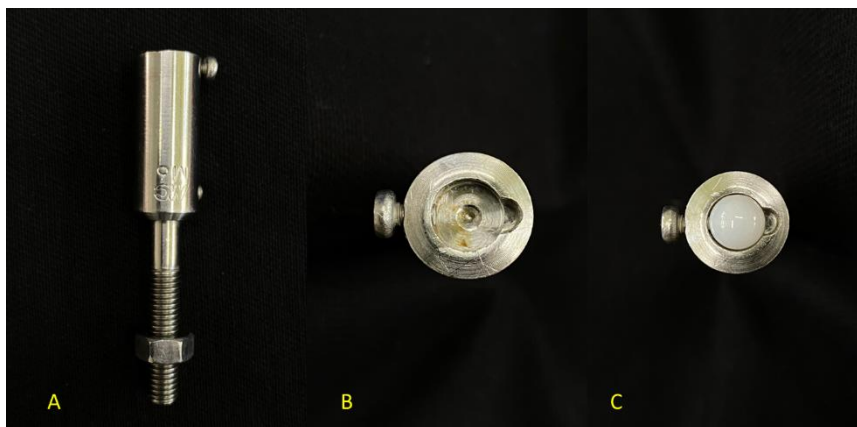
Fonte: elaborada pelo autor.

### 4.4 Desgaste por deslizamento

As amostras foram submetidas ao desgaste por deslizamento mecânico (n = 10) (Biocycle V2, Biopdi, São Carlos, Brasil), utilizando como antagonista uma esfera em zircônia (3Y-TZP) com 6 mm de diâmetro para cada espécime testado (Figura 3). Foi aplicada uma carga vertical de 150 N (no centro da amostra para as zircônias 3T-TZP e 5Y-PSZ; para a multicamadas a carga foi aplicada na interfase 3Y-TZP/5Y-PSZ), com deslizamento horizontal de 2mm, em água destilada à temperatura ambiente, com uma frequência de 4Hz, durante 600.000 ciclos (Figura 4). Após o teste de desgaste por deslizamento, as amostras foram retiradas da resina acrílica com auxílio de uma broca maxicut em motor de bancada, removendo toda a resina acrílica

ao redor do espécime de zircônia até que fosse possível retirá-lo sem comprometer a integridade da amostra. Em seguida, foi realizada a quantificação do desgaste, rugosidade superficial e avaliações subsequentes (Alves et al., 2019b).

Figura 3 – Adaptação do antagonista esférico no mandril



Legenda: A) mandril utilizado para adaptar o antagonista esférico de zircônia; B) extremidade do mandril onde a esfera de zircônia é adaptada; C) Esfera de zircônia adaptada.  
Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 4 – Ensaio de desgaste

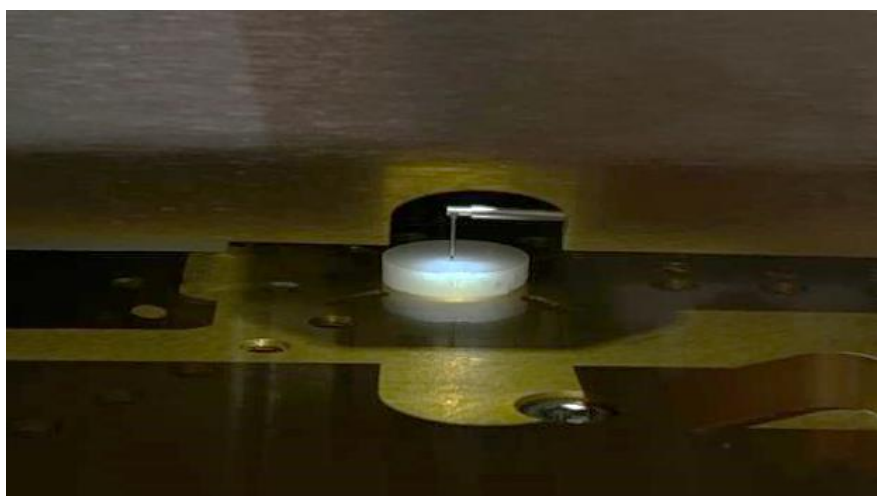


Legenda: Desgaste por deslizamento realizado na máquina Biocycle V2, Biopdi, São Carlos, Brasil.  
Fonte: elaborada pelo autor.

#### 4.5 Quantificação do desgaste e rugosidade superficial

A quantificação do desgaste foi realizada nos espécimes de zircônia (n=10), e nos respectivos antagonistas esféricos. Os espécimes de zircônia foram avaliados em um perfilômetro de contato (KLA-Tencor P7, Califórnia, EUA) (Figura 5), com velocidade de varredura de 1000  $\mu\text{m/s}$  e alcance/resolução de 65  $\mu\text{m}/0,03911\text{A}$ , usando os parâmetros de volume de desgaste ( $\mu\text{m}^3$ ), altura média aritmética ( $S_a$ ) e altura máxima de pico-vale ( $S_z$ ). A área de desgaste foi selecionada, assim como três pontos distintos da superfície não danificada como referência, pois o software traça um plano na superfície e permite medir volumes negativos que correspondem ao desgaste, sem a necessidade de medições prévias ao ensaio de desgaste, minimizando os riscos de erros relativos decorrentes da variação de posicionamento da amostra em dois momentos distintos. Perfis superficiais e imagens tridimensionais também foram gerados pelo software do perfilômetro (Profiler 7.0).

Figura 5 – Avaliação do desgaste em perfilômetro de contato



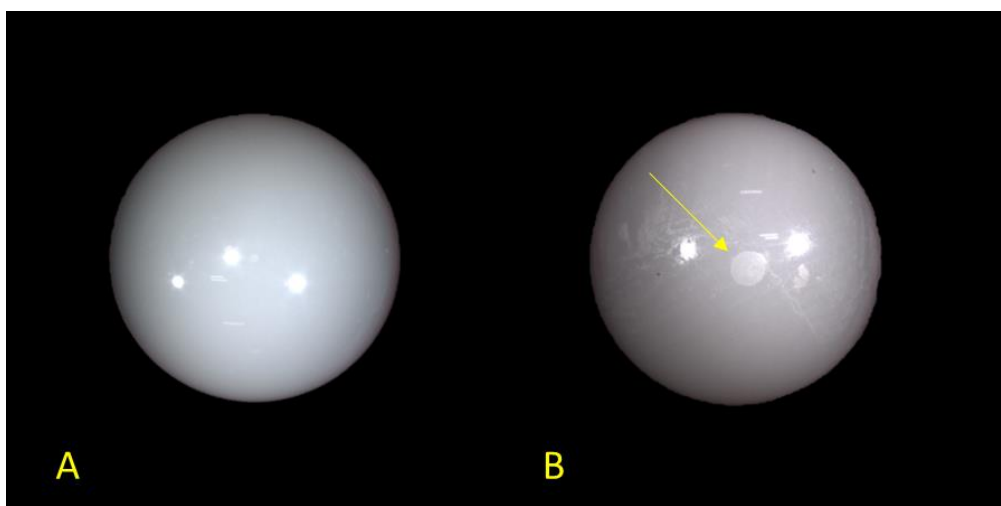
Legenda: Avaliação do desgaste no perfilômetro de contato KLA-Tencor P7, Califórnia, EUA.  
Fonte: elaborada pelo autor.

Os antagonistas foram analisados antes e após o ensaio de desgaste em um estereomicroscópio óptico (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Alemanha) (Figura 6) e a altura da esfera antagonista foi determinada por meio da fórmula:

$$R - \sqrt{R^2 - \frac{D^2}{4}} = h^2$$

Onde: h = altura do segmento esférico; R= raio da esfera; D = diâmetro da esfera.

Figura 6 – Avaliação dos antagonistas



Legenda: Avaliação do desgaste do antagonista em estereomicroscópio óptico. A) antagonista esférico antes do desgaste; B) antagonista esférico após ensaio de desgaste. Seta indicando região desgastada.

Fonte: elaborada pelo autor.

#### 4.6 Difração de raios-x (DRX)

A difração de raios-X (Empyrean, Malvern Panalytical, Reino Unido) foi realizada para uma avaliação da composição cristalina de duas amostras por grupo, em um intervalo (-2) entre 10° e 90°, com velocidade de varredura de 2°min<sup>-1</sup>, operando a uma tensão de 40 kV e uma emissão de corrente de 40 mA. Picos de

zircônia foram identificados e a quantificação foi realizada pelo método de comparação dos espectros obtidos com os espectros de difração padrões do banco de dados JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) e ICSD (Inorganic Crystal Structure). O programa HighScore foi usado para auxiliar nas atribuições dos espectros.

#### **4.7 Espectroscopia Raman**

Uma amostra de cada grupo foi selecionada para ser analisada em espectroscopia Raman, sendo a análise feita em uma região da superfície não desgastada e em uma região dentro da área desgastada. Para identificar as profundidades da transformação de fase, os espectros Raman das amostras foram coletados com um LabRAM HR Evolution Raman Spectrometer (Horiba, Kyoto, Japão) equipado com uma câmera e usando um laser Ar (532 nm). Os espectros foram obtidos entre 50 e 900  $\text{cm}^{-1}$  com um tempo de aquisição de 30 segundos, 2 ciclos e um tamanho de fenda de 100  $\mu\text{m}$ .

Para os grupos da zircônia multicamadas, a espectroscopia Raman não pôde ser realizada devido a presença de pigmentos com metais terras raras, fluorescendo durante a espectroscopia e, assim, impedindo a aquisição de dados.

#### **4.8 Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)**

Para realização de análise química da zircônia multicamadas, foi usado um espectrômetro por dispersão de energia (TESCAN VEGA, Brun, República Tcheca) associado ao software Espirit 1.9 (Bruker), acoplado ao MEV-FEG.

#### **4.9 Microdureza Vickers**

O teste de microdureza Vickers foi realizado seguindo ASTM C1327-15 em 12 medições para 3Y-TZP e 5Y-PSZ. Para a zircônia multicamadas, foi realizado o mapeamento das gradações com 36 medições (3 linhas e 12 colunas) com espaçamento de 0,5 mm entre as medições. O equipamento utilizado foi um microdurômetro digital Emcontest (DuraScan, Kuchl, Áustria), carga de 30 kgf (HV 3) por 30 s para a zircônia 3Y-TZP; 20 kgf (HV 2) por 30 s para a zircônia 5Y-PSZ; 25 kgf (HV 2,5) por 30 s para a zircônia multicamadas. Os valores de dureza Vickers foram calculados pela Equação:

$$Hv = \frac{0,1891L}{d^2}$$

Onde, L é a carga (N) e d é a média aritmética do comprimento das duas diagonais (mm).

#### 4.10 Tenacidade à fratura

O método de endentação-fratura foi utilizado para estimar a tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ) utilizando o mesmo equipamento e os mesmos parâmetros do teste de microdureza Vickers. O  $K_{Ic}$  em  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  foi calculado usando a equação:

$$K_{Ic} = \left(\frac{E}{Hv}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{3/2}}$$

Onde:  $K_{Ic}$  = tenacidade à fratura; E = módulo de elasticidade (GPa); P = carga aplicada (mN); Hv = dureza Vickers (HV); C = metade do comprimento da fratura (mm) (Pagani et al., 2003; Pereira et al., 2023). O comprimento das fraturas foi medido desde o canto da impressão da endentação até as pontas das linhas de fratura em todas as direções.

#### 4.11 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada por meio de um microscópio eletrônico (SEM, TESCAN VEGA 3 model, FR) em duas amostras de cada grupo, com aumentos variando entre 55X e 20000X, de modo a avaliar microestrutura e a superfície com e sem desgaste das zircônias após terem suas superfícies revestidas com ouro pulverizado em baixa pressão (Polaron SC 7620 Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, Reino Unido) (Alves et al., 2019).

#### **4.12 Análise estatística**

Os dados de volume de desgaste, rugosidade, dureza e tenacidade à fratura foram tabulados em planilhas do programa Excel e os resultados foram analisados quanto à normalidade com o teste Shapiro-Wilk. Após análise da normalidade, os dados de volume de desgaste, rugosidade e desgaste dos antagonistas foram analisados estatisticamente por meio do teste de variância On Ranks e em seguida o teste de Dunn. Os dados de dureza e tenacidade à fratura das zircônias 3Y-TZP e 5Y-PSZ foram avaliados com ANOVA-2 fatores e Tukey 5%. Os dados de dureza e tenacidade à fratura da zircônia multicamadas foram avaliados por meio das médias e desvio padrão, utilizando o critério de sobreposição dos intervalos de confiança. Todos os testes estatísticos foram feitos utilizando o programa computacional SigmaPlot 15.0. Os dados das análises de difração de raios-X, espectroscopia Raman, espectroscopia por dispersão de elétrons e microscopia eletrônica de varredura foram submetidos à análise qualitativa.

## 5 RESULTADO

### 5.1 Desgaste por deslizamento

O teste de variância On Ranks revelou que os fatores “envelhecimento hidrotérmico” e o “tipo de zircônia”, bem como a interação entre eles, foram significativos ( $p < 0,001$ ) para o desgaste dos espécimes de zircônia em volume ( $\mu\text{m}^3$ ). Na comparação entre os grupos ( $n = 10$ ) (Tabela 2), o Teste de Dunn revelou que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos com ( $14,4 \times 10^5 \pm 7,09 \times 10^5 \mu\text{m}^3$ ) e sem envelhecimento hidrotérmico ( $15,5 \times 10^5 \pm 9,87 \times 10^5 \mu\text{m}^3$ ) para a zircônia 5Y-PSZ. Já para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas, o fator envelhecimento, aumentou significativamente o desgaste, sendo os grupos 3Y-TZP com envelhecimento ( $84,9 \times 10^5 \pm 19,1 \times 10^5 \mu\text{m}^3$ ) e multicamadas com envelhecimento ( $27,8 \times 10^5 \pm 10,3 \times 10^5 \mu\text{m}^3$ ) estatisticamente semelhantes.

No que se refere à altura do desgaste das esferas antagonistas, o teste de variância On Ranks revelou que os fatores “envelhecimento hidrotérmico”, “tipo de zircônia” e a interação entre eles foram significativos estatisticamente ( $p = 0,008$ ). Na comparação entre os grupos ( $n = 10$ ) (Tabela 3), o Teste de Dunn revelou que houve diferença estatisticamente significativa apenas entre os grupos 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico e 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico. Os demais grupos apresentaram-se similares estatisticamente.

O perfilômetro de contato utilizado também permitiu a obtenção de imagens tridimensionais (Figura 7), bem como os perfis das áreas desgastadas (Figura 8), nas quais é possível observar os resultados apresentados anteriormente. Para a zircônia 3Y-TZP e multicamadas, o envelhecimento hidrotérmico proporcionou um aumento da área desgastada, sendo os grupos com maior volume de desgaste. Já para a zircônia 5Y-PSZ, o envelhecimento não modificou significativamente as características do desgaste.

Tabela 2 - Média ( $\pm$ DP) dos dados para o volume de desgaste por deslizamento ( $\mu\text{m}^3$ ) encontrados para os grupos de acordo com os fatores de "tipo de zircônia" e "envelhecimento hidrotérmico".

Zircônia	Volume de desgaste em $\mu\text{m}^3$	
	Envelhecimento hidrotérmico	
	COM	SEM
3Y-TZP	$84,9 \times 10^5 \pm 19,1 \times 10^5$ A,a	$6,2 \times 10^5 \pm 2,61 \times 10^5$ B,ab
5Y-PSZ	$14,4 \times 10^5 \pm 7,09 \times 10^5$ B,b	$15,5 \times 10^5 \pm 9,87 \times 10^5$ B,b
Multicamadas	$27,8 \times 10^5 \pm 10,3 \times 10^5$ A,ab	$2,72 \times 10^5 \pm 1,37 \times 10^5$ B,a

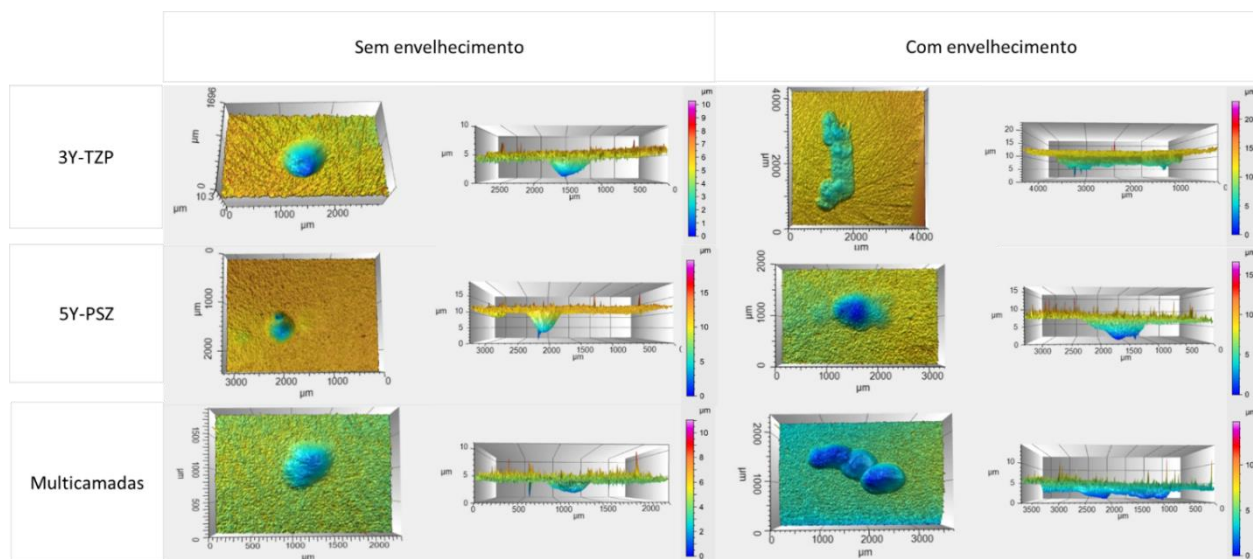
Legenda: letras maiúsculas diferentes significam diferença estatisticamente significativa entre linhas e letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre colunas. Teste de Dunn.  
Fonte: elaborada pelo autor.

Tabela 3 - Média ( $\pm$ DP) dos dados para a altura de desgaste ( $\mu\text{m}$ ) das esferas antagonistas encontrados para os grupos de acordo com os fatores de "tipo de zircônia" e "envelhecimento hidrotérmico".

Zircônia	Altura do desgaste em $\mu\text{m}$	
	Envelhecimento hidrotérmico	
	COM	SEM
3Y-TZP	$22,8 \pm 4,8$ B	$29,8 \pm 8,9$ AB
5Y-PSZ	$32,4 \pm 8,6$ AB	$37,3 \pm 9,3$ A
Multicamadas	$27,33 \pm 12,8$ AB	$24,01 \pm 6,9$ AB

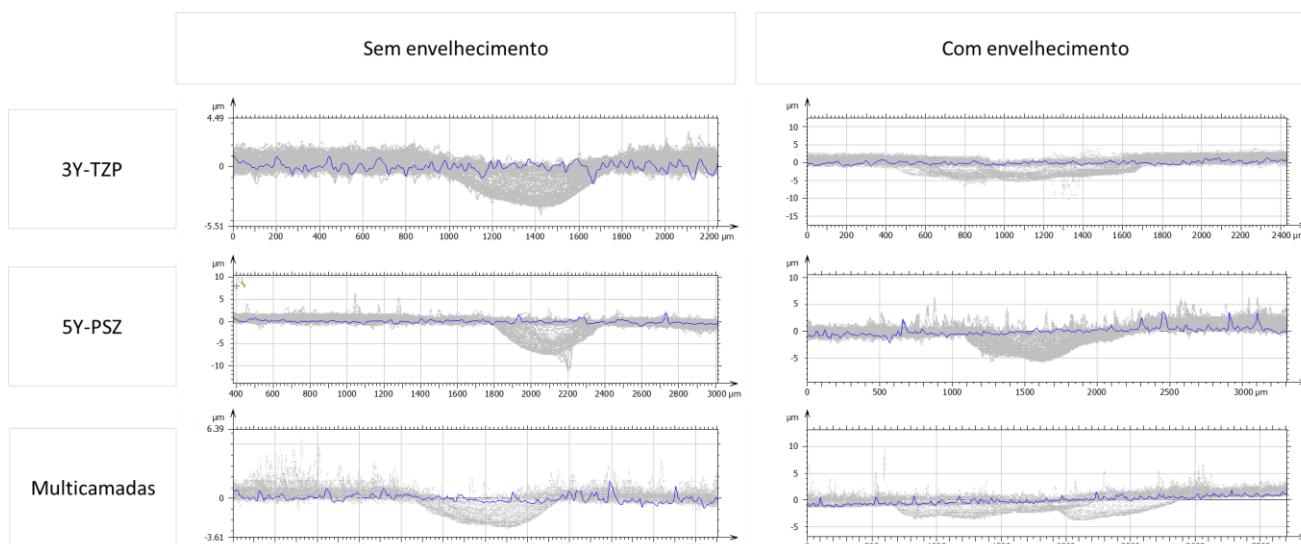
Legenda: letras diferentes significam diferença estatisticamente significativa entre os grupos testados. Teste de Dunn.  
Fonte elaborada pelo autor.

Figura 7 – Imagens tridimensionais das áreas desgastadas



Legenda: Imagens tridimensionais obtidas com o software do perfilômetro de contato KLA-Tencor P7, Califórnia, EUA. Nas imagens podemos perceber que o padrão de desgaste para 3Y-TZP e multicamadas é mais afetado com o envelhecimento, quando comparados a 5Y-PSZ, havendo uma maior região desgastada, arrancamento em camada e consequente aumento volumétrico do desgaste. Fonte elaborada pelo autor.

Figura 8 – Perfis das áreas desgastadas



Legenda: Perfis das áreas desgastadas gerados pelo software do perfilômetro de contato KLA-Tencor P7, Califórnia, EUA. Nas imagens dos perfis de desgaste dos grupos testados, podemos perceber que o envelhecimento provocou aumento da área e profundidade do desgaste para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas. Além disso, para a zircônia multicamadas, é perceptível a assimetria da área desgastada, o que pode estar associada à transição das diferentes zircônias. Para a zircônia 5Y-PSZ,

houve apenas um aumento da área desgastada, entretanto a profundidade do desgaste não foi afetada como para as outras zircônias.

Fonte elaborada pelo autor.

## 5.2 Rugosidade

Foram quantificados os parâmetros de altura média aritmética da rugosidade ( $S_a$ ) e altura máxima de superfície ( $S_z$ ) das amostras ( $n = 10$ ) e os valores de média e diferença estatística podem ser observados na Tabela 4.

No que se refere ao parâmetro  $S_a$  observou-se que apenas o fator “envelhecimento hidrotérmico” apresentou significância estatística ( $p = 0,007$ ), causando aumento da rugosidade apenas para a zircônia 3Y-TZP na área desgastada. Os demais grupos não apresentaram diferenças estatisticamente significativas. Para o parâmetro  $S_z$ , nenhum fator apresentou-se estatisticamente significativo ( $p > 0,005$ ).

Tabela 4 - Média dos dados para os parâmetros de rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ) encontrados para os grupos de acordo com os fatores de "tipo de zircônia" e "envelhecimento hidrotérmico" nas áreas com e sem desgaste.

Zircônia	Área sem desgaste				Área com desgaste			
	$S_a$ ( $\mu\text{m}$ )		$S_z$ ( $\mu\text{m}$ )		$S_a$ ( $\mu\text{m}$ )		$S_z$ ( $\mu\text{m}$ )	
	Envelhecimento hidrotérmico		Envelhecimento hidrotérmico		Envelhecimento hidrotérmico		Envelhecimento hidrotérmico	
	SEM	COM	SEM	COM	SEM	COM	SEM	COM
3Y-TZP	1,23 <sup>AB</sup>	4,29 <sup>A</sup>	28,48 <sup>A</sup>	25,60 <sup>A</sup>	0,69 <sup>B</sup>	1,33 <sup>A</sup>	8,72 <sup>B</sup>	12,67 <sup>B</sup>
5Y-PSZ	1,14 <sup>AB</sup>	1,30 <sup>AB</sup>	19,88 <sup>A</sup>	20,91 <sup>A</sup>	0,43 <sup>B</sup>	0,69 <sup>B</sup>	9,62 <sup>B</sup>	13,94 <sup>B</sup>

Multicamadas	1,32 <sup>B</sup>	2,30 <sup>AB</sup>	23,24 <sup>A</sup>	19,24 <sup>A</sup>	0,48 <sup>B</sup>	1,04 <sup>B</sup>	9,15 <sup>B</sup>	9,54 <sup>B</sup>
--------------	-------------------	--------------------	--------------------	--------------------	-------------------	-------------------	-------------------	-------------------

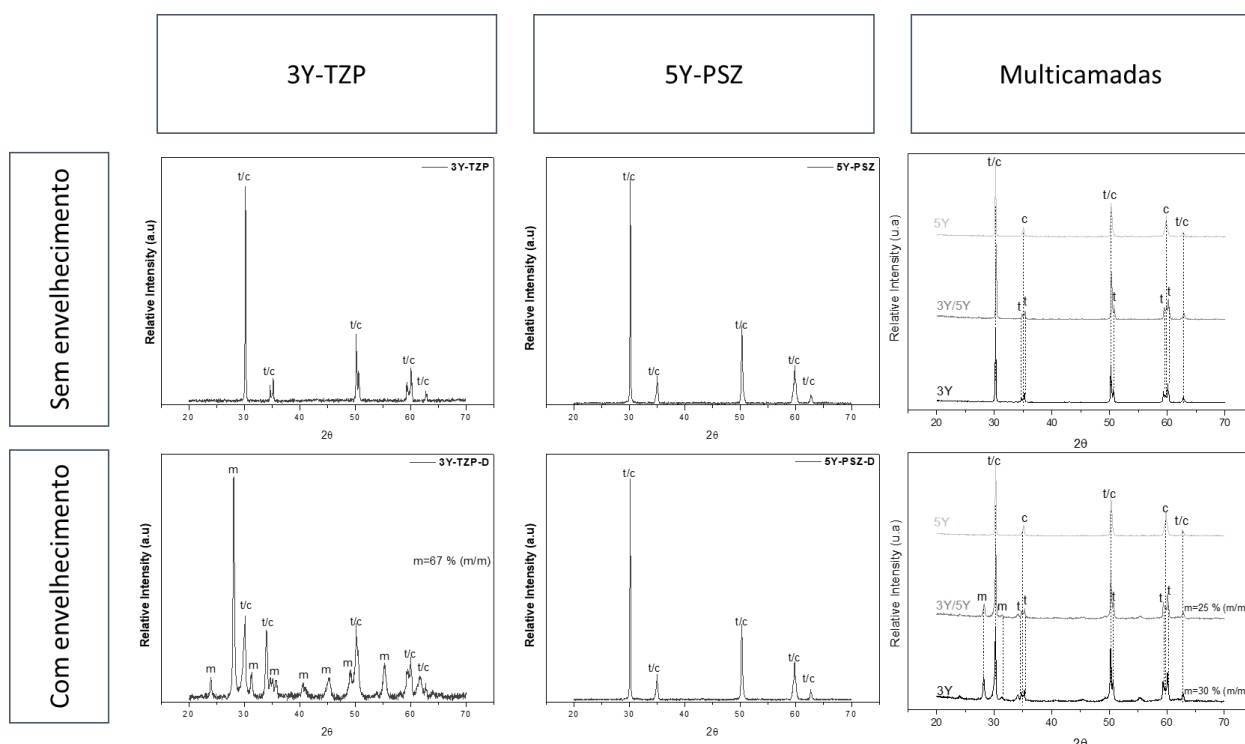
Legenda: letras diferentes significam diferença estatisticamente significativa entre os grupos testados para um mesmo parâmetro.

Fonte: elaborada pelo autor.

### 5.3 Difração de raios-X

A análise de difração de raios-X demonstrou que todos os grupos apresentaram picos característicos de fases tetragonais e cúbicas. Entretanto, apenas para a zircônia 3Y-TZP e multicamadas com envelhecimento hidrotérmico, foi possível identificar picos característicos de fase monoclinica, demonstrando que o envelhecimento gerou a transformação de fase desta zircônia. Os difratogramas correspondentes aos grupos podem ser observados na Figura 9.

Figura 9 – Difratogramas de raios-x dos grupos testados



Legenda: Os picos t e c correspondem a zircônia tetragonal e cúbica, respectivamente. Picos m correspondem a fase monoclinica. Nos difratogramas é possível observar que o envelhecimento hidrotérmico provocou mudança de fase para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas, havendo um maior teor de fase monoclinica para a zircônia 3Y-TZP. Na zircônia multicamadas, houve transformação de

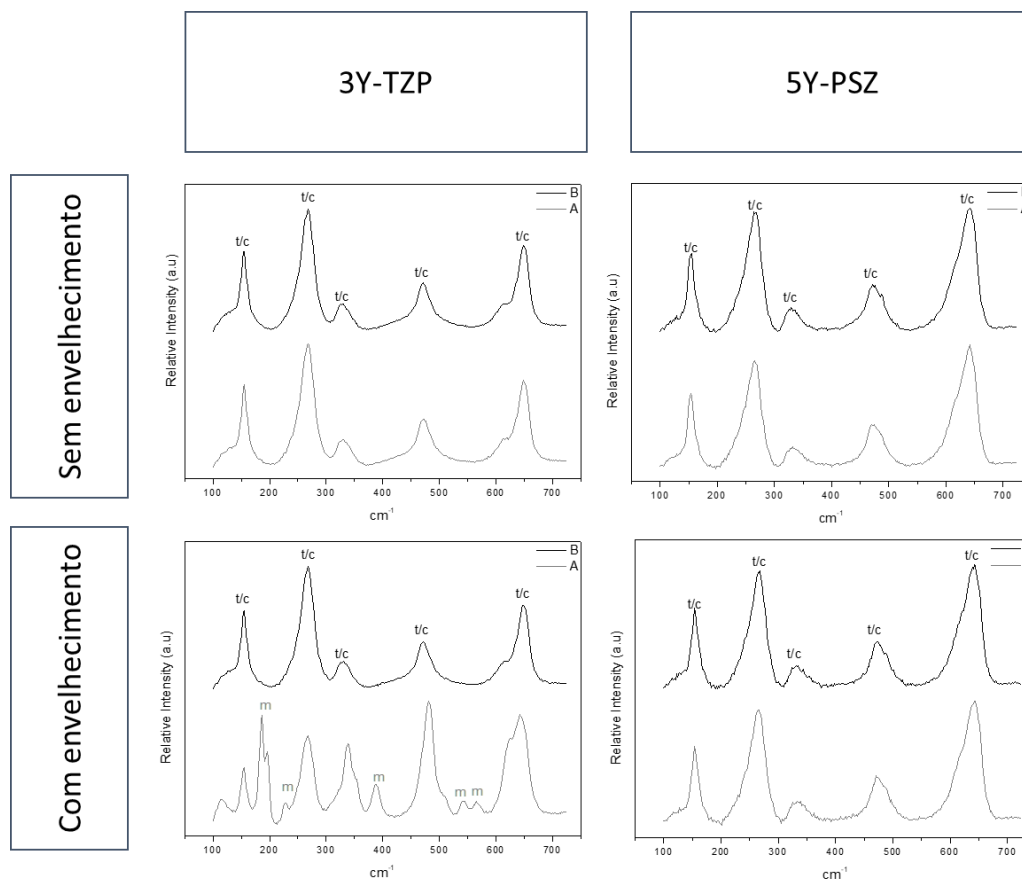
fase tanto na região de transição quanto na camada de 3Y-TZP, entretanto, na camada de transição há menor concentração de fase monoclinica.

Fonte: elaborada pelo autor.

#### **5.4 Espectroscopia Raman**

A espectroscopia Raman realizada para as zircônias 3Y-TZP e 5Y-PSZ revelou que os grupos apresentam picos característicos de fases tetragonais e cúbicas. Especificamente para a zircônia 3Y-TZP com envelhecimento é possível observar picos característicos da fase monoclinica. Entretanto, esses picos não são observados na região desgastada. Este achado sugere que a fase monoclinica está mais sujeita ao desgaste, levando à perda da camada com transformação de fase com o desgaste. Os resultados da espectroscopia Raman correspondentes aos grupos das zircônias 3Y-TZP e 5Y-PSZ podem ser observados na Figura 10. A espectroscopia Raman não foi realizada para a zircônia multicamadas (ZirCAD Prime) pois a sua composição química impediu a análise, dessa forma, foi realizado a espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

Figura 10 – Espectogramas Raman dos grupos testados



Legenda: Os picos t e c correspondem a zircônia tetragonal e cúbica, respectivamente. Picos m correspondem a fase monoclinica. A – área sem desgaste; B – área com desgaste. É possível observar que todos os grupos apresentaram picos característicos de fase tetragonal e cúbica. Apenas a zircônia 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico apresentou picos característicos de fase monoclinica. Entretanto, essa fase só é observada na região não desgastada, sugerindo que a camada monoclinica é arrancada com o desgaste.

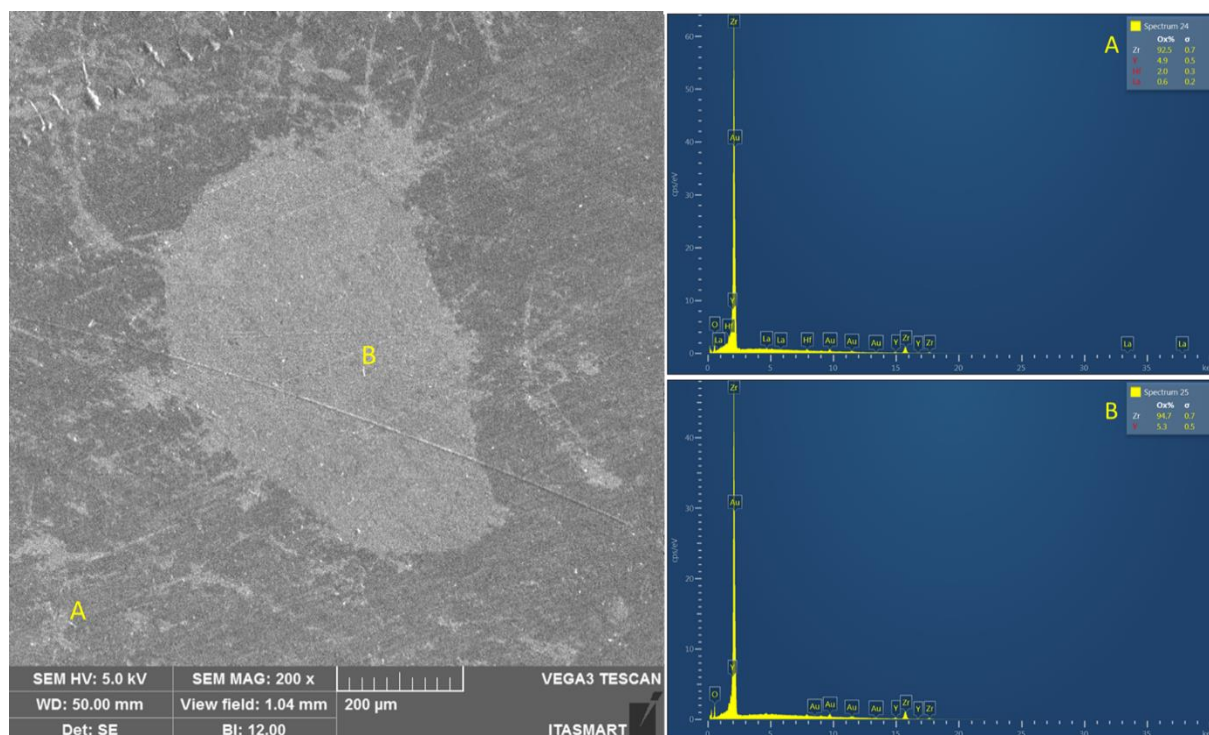
Fonte: elaborada pelo autor.

## 5.5 Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)

O EDS realizado para a zircônia multicamadas (Figuras 11 e 12) considerou o oxigênio na forma de óxidos dos diferentes metais. Foi confirmado os elementos esperados (Zr – Zircônia e Y – ítria), havendo também a contaminação por Hf – Háfio e a presença do La – lantânio. O lantânio é um metal terra-rara e o provável responsável por fluorescer durante a espectroscopia Raman e impedir a aquisição dos

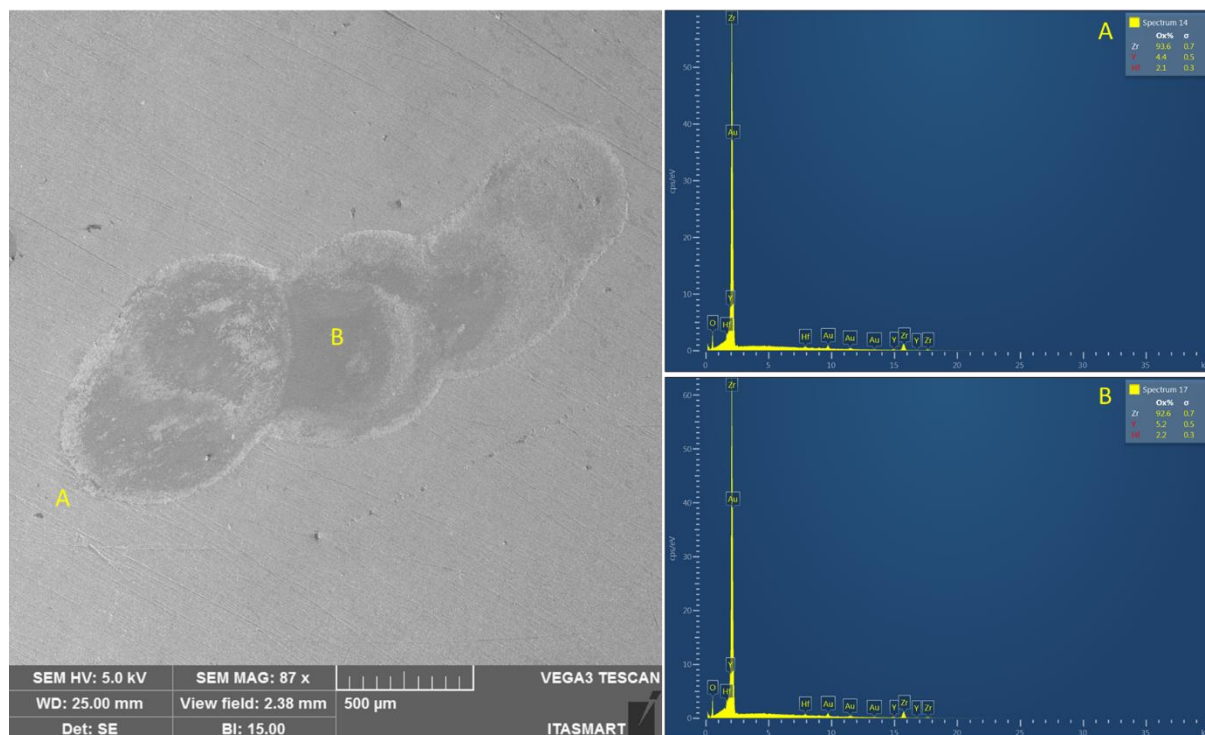
dados para a zircônia multicamadas. Em nossos achados, as proporções em massa são coerentes com a composição e fases do material comercial, não havendo alterações entre a zircônia multicamadas com e sem envelhecimento hidrotérmico, bem como nas áreas com e sem desgaste.

Figura 11 – Espectogramas de dispersão de energia para a zircônia multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico



Legenda: A – região sem desgaste; B – região com desgaste. É possível observar que para ambas as regiões há presença de óxido de zircônio e ítrio. Há ainda a contaminação por háfnio e lantânio.  
 Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 12 – Espectogramas de dispersão de energia para a zircônia multicamadas com envelhecimento hidrotérmico



Legenda: A – região sem desgaste; B – região com desgaste. É possível observar que para ambas as regiões há presença de óxido de zircônio e ítrio. Há ainda a contaminação por háfnio (Hf).  
 Fonte: elaborada pelo autor.

## 5.6 Microdureza Vickers

O ANOVA-2 fatores revelou que o fator zircônia ( $p = 0,008$ ) e o fator envelhecimento hidrotérmico ( $p < 0,001$ ) foram significativos, entretanto, a interação entre eles não apresentou significância estatística ( $p = 0,412$ ). Na comparação entre os grupos das zircônias 3Y-TZP e 5Y-PSZ (Tabela 5), foi possível observar que o envelhecimento hidrotérmico afetou negativamente a microdureza para os dois tipos de zircônia. Sem envelhecimento, a zircônia 3Y-TZP apresentou microdureza superior à 5Y-PSZ. Entretanto, após o envelhecimento, a microdureza da zircônia 3Y-TZP foi estatisticamente semelhante à zircônia 5Y-PSZ com envelhecimento.

No que se refere à zircônia multicamadas, foi observado, utilizando o critério

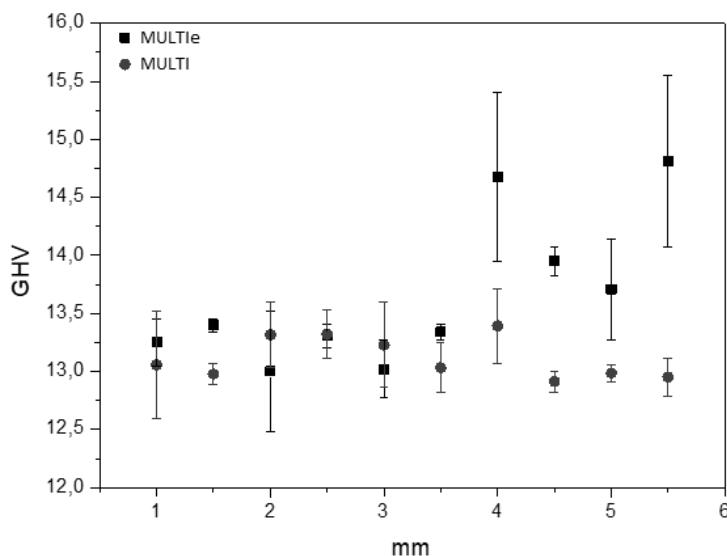
de sobreposição dos intervalos de confiança (Figura 13), que a microdureza nas regiões correspondentes à zircônia 5Y-PSZ e de transição (de 0 a aproximadamente 4 mm) não foi alterada com o envelhecimento. Entretanto na região correspondente à 3Y-TZP, houve um aumento da dureza com o envelhecimento hidrotérmico. Estes resultados também podem estar associados à presença do Lantânio na composição do material, entretanto mais estudos são necessários para a compreensão desta relação.

Tabela 5 – Média e desvio-padrão dos grupos para a microdureza Vickers de acordo com os fatores de "tipo de zircônia" e "envelhecimento hidrotérmico".

Zircônia	Envelhecimento hidrotérmico	
	SEM	COM
3Y-TZP	13,13 ± 0,3 <sup>Aa</sup>	12,65 ± 0,3 <sup>Bb</sup>
5Y-PSZ	13,46 ± 0,3 <sup>Ab</sup>	12,83 ± 0,1 <sup>Bb</sup>

Legenda: letras maiúsculas diferentes significam diferença estatisticamente significativa entre linhas e letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre colunas. Teste de Tukey (p <0,05).  
Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 13 – Microdureza Vickers (GPa) da zircônia multicamadas em função das camadas de transição



Legenda: MULTie: zircônia multicamadas com envelhecimento; MULTI: zircônia multicamadas sem envelhecimento. No gráfico, o eixo x em mm corresponde as camadas de gradação da zircônia multicamadas, sendo a camada 5Y-TZP de aproximadamente 0 a 3 mm, a camada de transição do ponto 3 a 4mm e a camada de 3Y-TZP do ponto 4 a 6 mm. Utilizando o critério de sobreposição dos intervalos de confiança, é possível perceber que o envelhecimento não alterou a microdureza para as regiões correspondentes à 5Y-PSZ e camada de transição. Entretanto, na região que corresponde à camada de 3Y-TZP houve aumento da dureza com o envelhecimento.

Fonte: elaborada pelo autor.

## 5.7 Tenacidade à fratura

O ANOVA-2 fatores revelou que o fator zircônia ( $p < 0,001$ ) e o fator envelhecimento hidrotérmico ( $p = 0,003$ ) foram significativos, entretanto, a interação entre eles não apresentou significância estatística ( $p = 0,085$ ). Na comparação entre os grupos das zircônias 3Y-TZP e 5Y-PSZ (Tabela 6), o Tukey 5% demonstrou que o envelhecimento hidrotérmico não alterou a tenacidade à fratura para a zircônia 5Y-PSZ. Já para a 3Y-TZP houve diminuição da tenacidade à fratura com o envelhecimento. Tanto para os grupos com ou sem envelhecimento, os valores de tenacidade à fratura da zircônia 3Y-TZP foram superiores aos da zircônia 5Y-PSZ.

Com relação à zircônia multicamadas, foi observado, utilizando o critério de sobreposição dos intervalos de confiança (Figura 14), que a tenacidade à fratura nas

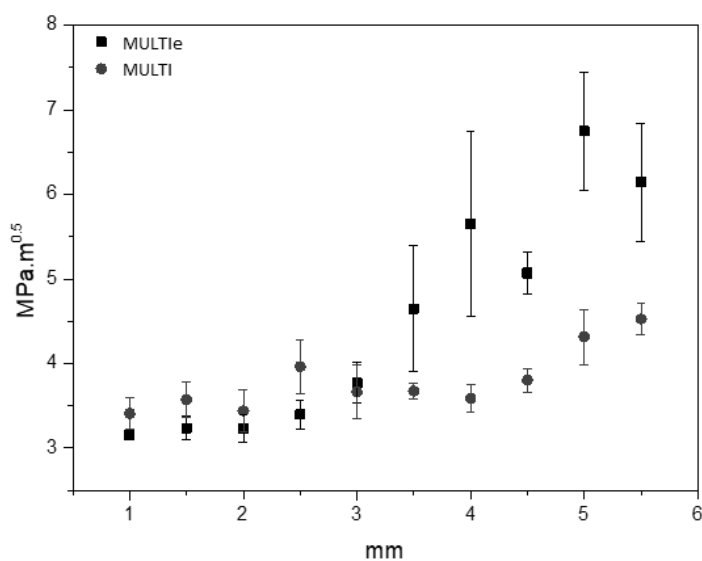
regiões correspondentes à camada de transição e a zircônia 3Y-TZP (aproximadamente do ponto 4 a 6 mm) aumentou com o envelhecimento hidrotérmico. Já para a região correspondente à zircônia 5Y-PSZ (do ponto 0 ao ponto 3 mm, aproximadamente), a tenacidade à fratura não foi alterada com o envelhecimento hidrotérmico.

Tabela 6 – Média e desvio-padrão dos grupos para a tenacidade à fratura ( $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ) de acordo com os fatores de "tipo de zircônia" e "envelhecimento hidrotérmico".

Zircônia	Envelhecimento hidrotérmico	
	SEM	COM
3Y-TZP	$5,09 \pm 0,3$ <sup>Aa</sup>	$4,59 \pm 0,3$ <sup>Ba</sup>
5Y-PSZ	$3,25 \pm 0,3$ <sup>Ab</sup>	$3,11 \pm 0,1$ <sup>Ab</sup>

Legenda: letras maiúsculas diferentes significam diferença estatisticamente significativa entre linhas e letras minúsculas diferentes significam diferença estatística entre colunas. Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).  
Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 14 – Tenacidade à fratura ( $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ) da zircônia multicamadas em função das camadas de transição



Legenda: MULTle: zircônia multicamadas com envelhecimento; MULTI: zircônia multicamadas sem envelhecimento. No gráfico, o eixo x em mm corresponde as camadas de gradação da zircônia multicamadas, sendo a camada 5Y-TZP de aproximadamente 0 a 3 mm, a camada de transição do ponto 3 a 4 mm e a camada de 3Y-TZP do ponto 4 a 6 mm. Utilizando o critério de sobreposição dos intervalos de confiança, é possível perceber que o envelhecimento não alterou a tenacidade à fratura para a regiões correspondente à 5Y-PSZ. Entretanto, nas regiões que correspondem às camadas de transição e 3Y-TZP houve aumento da tenacidade à fratura com o envelhecimento.

Fonte: elaborada pelo autor.

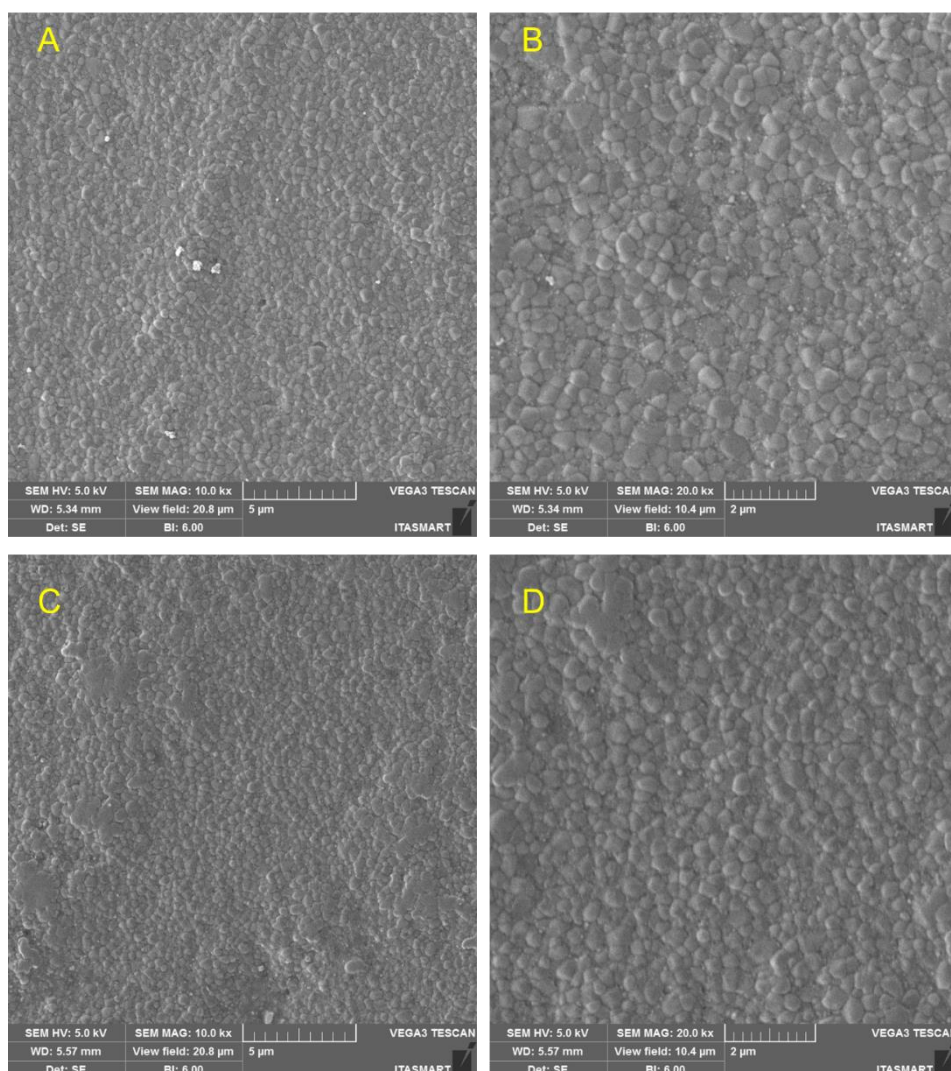
## 5.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura da superfície da zircônia 3Y-TZP sem envelhecimento hidrotérmico mostra grãos homogêneos com compactação uniforme. Com o envelhecimento, embora não haja alteração do tamanho de grãos, é possível notar um amassamento destes e o aspecto de arrancamento de uma camada (Figura 15). No caso da zircônia 5Y-PSZ sem envelhecimento, é possível observar presença de grãos com variação de tamanho e volume, compatíveis com a composição cristalina dessa zircônia. Assim como na zircônia 3Y-TZP, o envelhecimento hidrotérmico provocou amassamento dos grãos para a 5Y-PSZ (Figura 16). Para a zircônia multicamadas, o envelhecimento hidrotérmico causou maior exposição de grãos, apresentando também regiões de amassamento, como nas outras zircônias, entretanto, de modo mais localizado e em regiões menores (Figuras 17 e 18).

A microscopia na área de desgaste da zircônia 3Y-TZP mostrou que o envelhecimento hidrotérmico provocou um maior arrancamento de grãos em camada após o desgaste, apresentando uma superfície mais rugosa quando comparada à zircônia sem envelhecimento, bem como áreas com aspecto de amassamento de grãos (Figura 19). Já para a zircônia 5Y-PSZ, houve aumento da rugosidade e irregularidades na superfície após o envelhecimento, sem apresentar o aspecto de desgaste em camadas (Figura 20). Para a zircônia multicamadas, é possível notar que o envelhecimento hidrotérmico causou maior exposição de grãos, apresentando aspecto de amassamento de grãos. Diferentemente da 3Y-TZP e semelhante à 5Y-PSZ, não houve o desgaste em camadas (Figura 21).

Na microscopia das esferas antagonistas desgastadas (Figura 22), é possível observar que o padrão de desgaste circunferencial se repetiu nos diferentes tipos de zircônia, independentemente do fator envelhecimento hidrotérmico. Para a zircônia 3Y-TZP, é possível perceber uma superfície mais irregular e rugosa. Já a zircônia multicamadas com envelhecimento hidrotérmico apresentou uma área desgastada mais assimétrica que nos demais grupos.

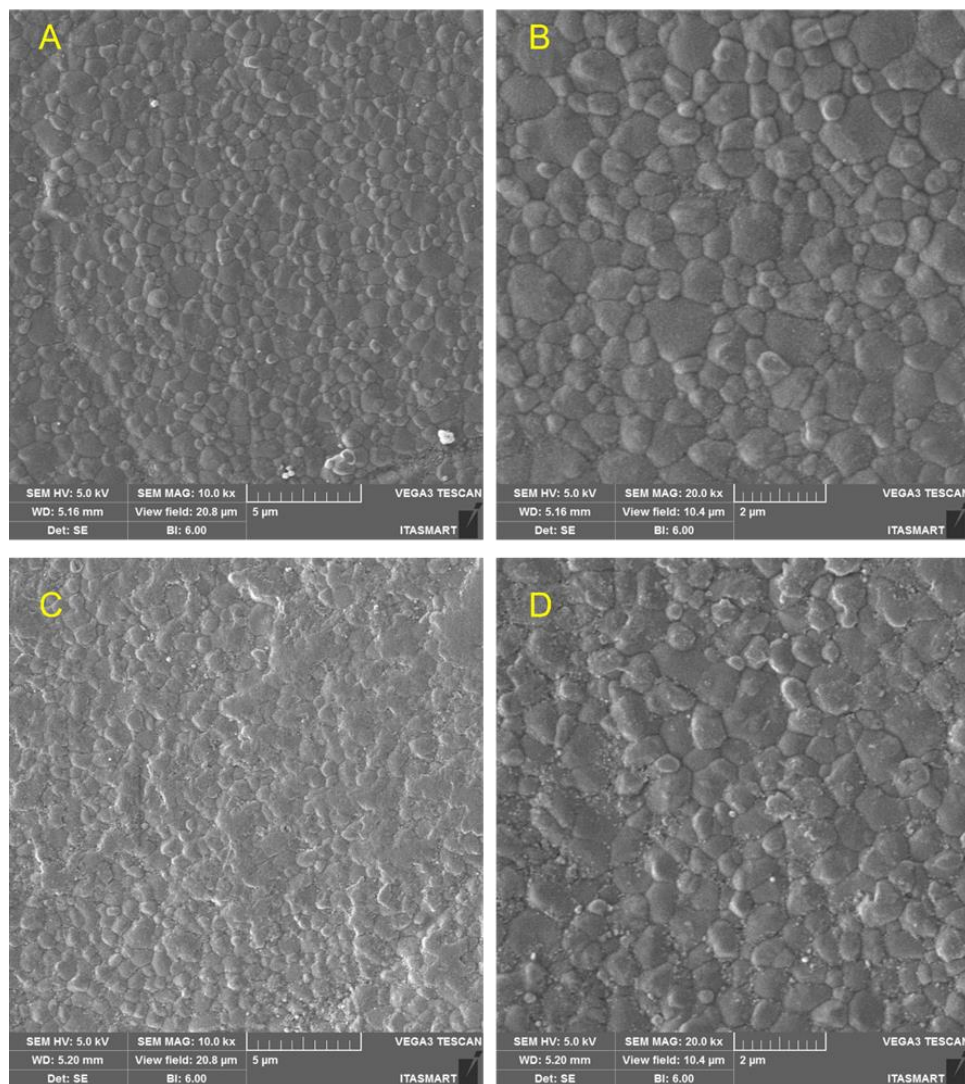
Figura 15 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície da zircônia 3Y-TZP



Legenda: Ampliações de 10000x e 20000x. A e B) 3Y-TZP sem envelhecimento hidrotérmico; C e D) 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico. É possível observar grãos característicos de fase tetragonal tanto para o grupo com envelhecimento quanto para o sem envelhecimento hidrotérmico. Entretanto, observa-se que o envelhecimento hidrotérmico provocou amassamento e arrancamento de grãos, sem haver alteração do tamanho e volume dos grãos.

Fonte: elaborada pelo autor.

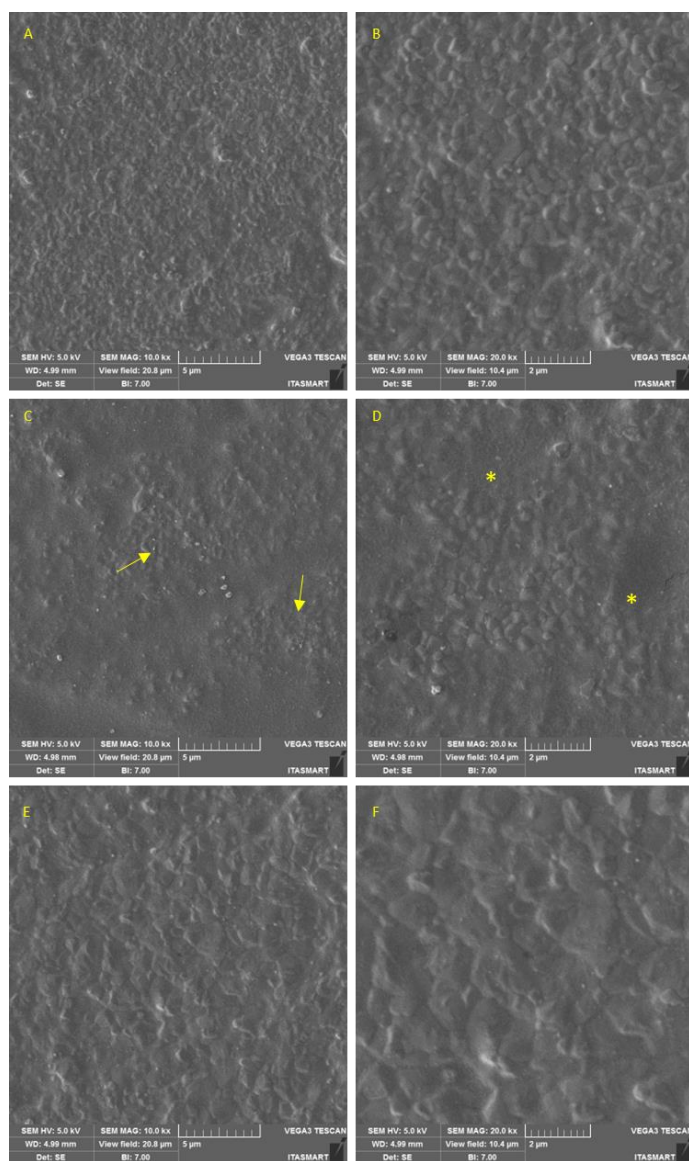
Figura 16 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície da zircônia 5Y-PSZ



Legenda: Ampliações de 10000x e 20000x. A e B) 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico; C e D) 5Y-PSZ com envelhecimento hidrotérmico. É possível observar grãos característicos de fase cúbica e tetragonal tanto para o grupo com envelhecimento quanto para o sem envelhecimento hidrotérmico. Entretanto, observa-se que o envelhecimento hidrotérmico provocou amassamento e características de pulverização de grãos do material.

Fonte: elaborada pelo autor.

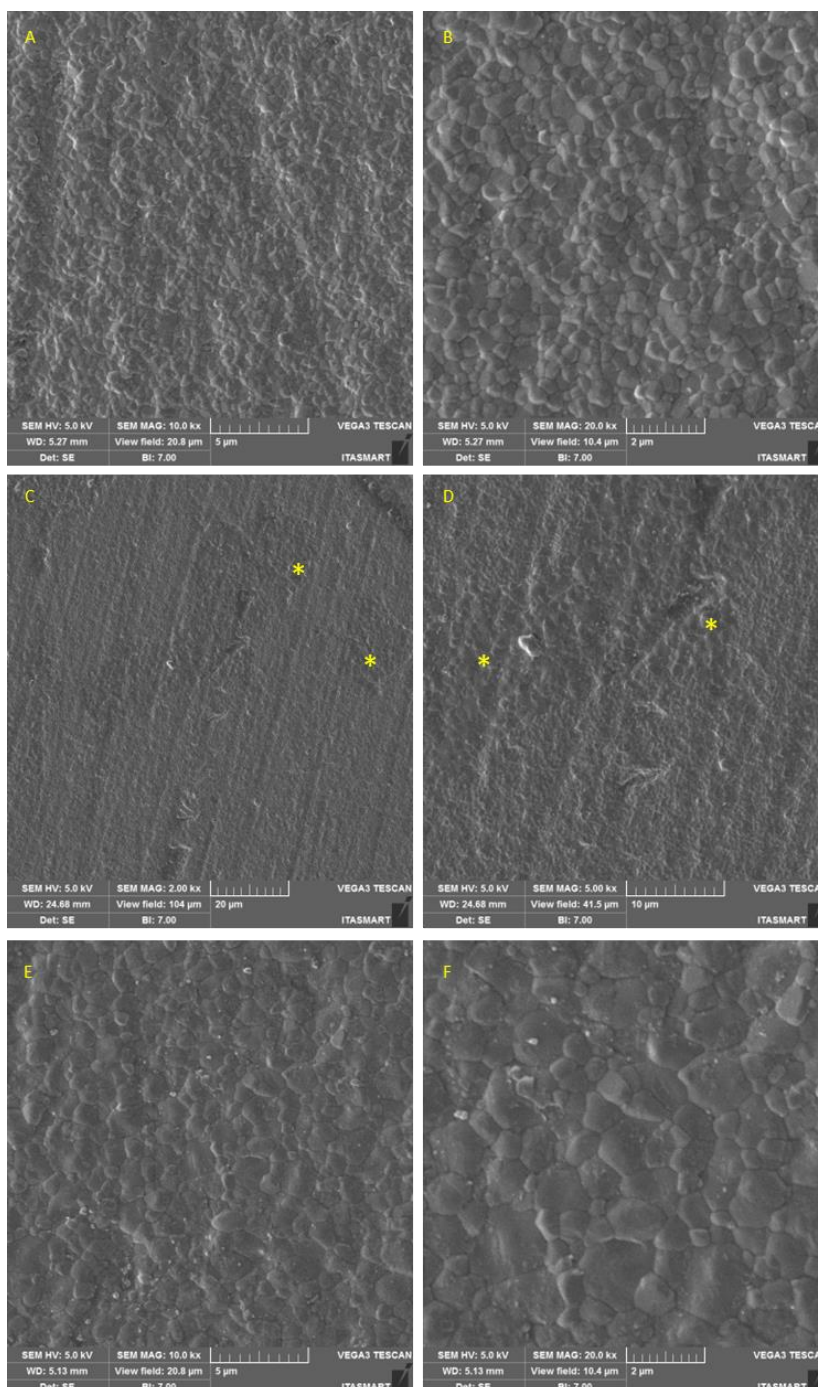
Figura 17 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície da zircônia Multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico



Legenda: Ampliações de 10000x e 20000x. A e B) Camada 3Y-TZP; C e D) Camada de interfase; E e F) Camada 5Y-PSZ. As setas indicam os agregados de grãos de fase cúbica e os asteriscos os agregados de grãos tetragonais na região de interfase. É possível identificar nas micrografias as camadas da gradação da zircônia multicamadas. A camada de zircônia 3Y-TZP apresenta grãos característicos de fase tetragonal, enquanto na camada 5Y-PSZ há grãos característicos de fase cúbica. Na região de interfase destacam-se agregados difusos de grãos de fase tetragonal e cúbica, demonstrando a heterogeneidade da camada.

Fonte: elaborada pelo autor.

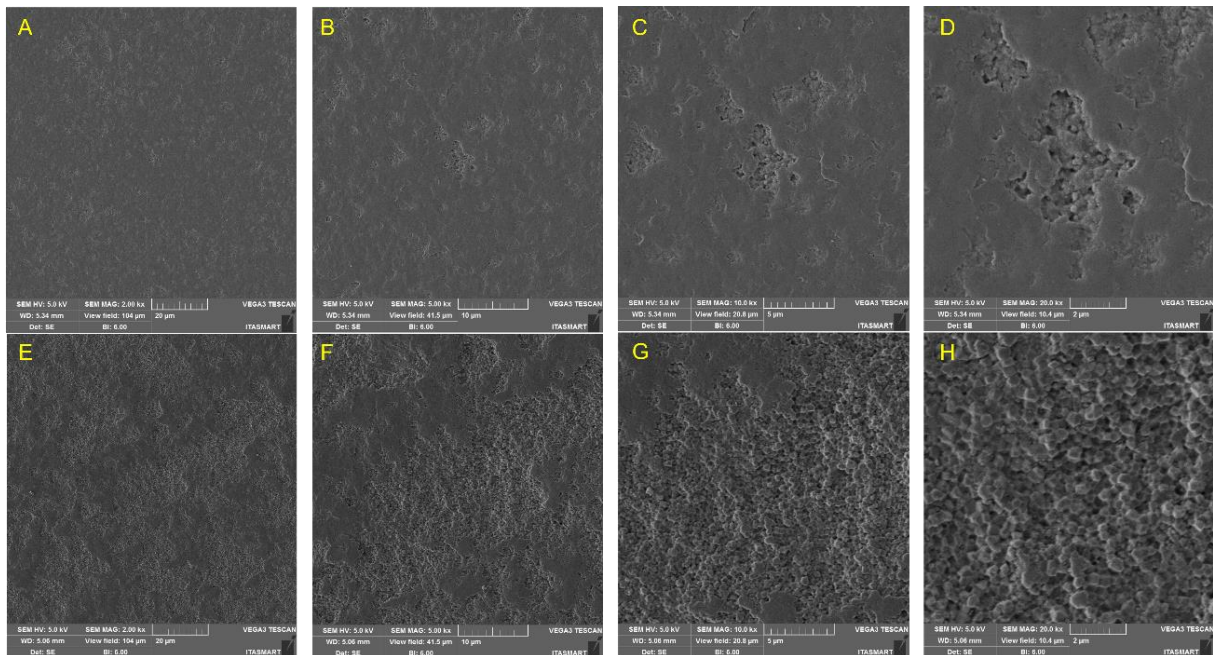
Figura 18 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície da zircônia multicamadas com envelhecimento hidrotérmico



Legenda: Ampliações de 2000X, 5000X, 10000X e 20000X. A e B) Camada 3Y-TZP; C e D) Camada de interfase; E e F) Camada 5Y-PSZ. Os asteriscos os agregados de grãos de fase cúbica na região de interfase. É possível identificar nas micrografias as camadas da gradação da zircônia multicamadas. O envelhecimento hidrotérmico provocou maior exposição de grãos e causou alteração da camada 3Y-TZP, com grãos mais heterogêneos e menos compactados. A camada de zircônia 3Y-TZP apresenta grãos característicos de fase tetragonal, enquanto na camada 5Y-PSZ há grãos característicos de fase cúbica. Na região de interfase destacam-se agregados difusos de grãos de fase cúbica, demonstrando a não uniformidade da camada.

Fonte: elaborada pelo autor

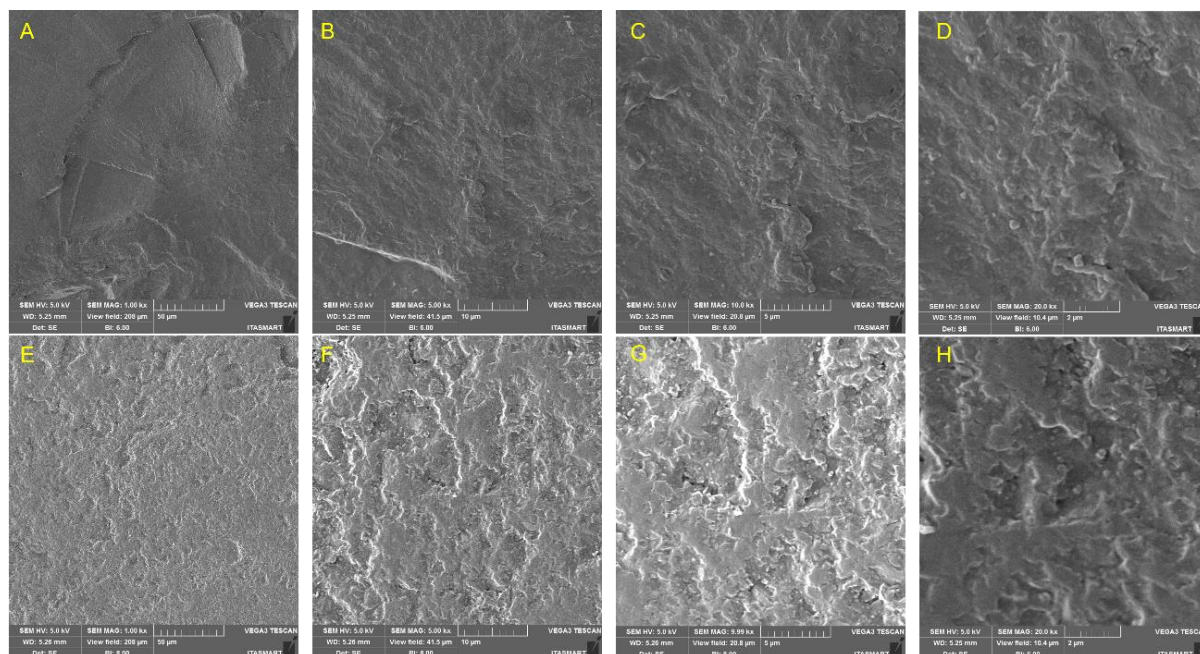
Figura 19 – Microscopia eletrônica de varredura da região desgastada na superfície da zircônia 3Y-TZP



Legenda: Ampliações de 2000x, 5000x, 10000x e 20000x. De A - D) – 3Y-TZP sem envelhecimento hidrotérmico; de E – H) 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico. É possível observar que o envelhecimento hidrotérmico aumentou a área de desgaste e rugosidade, havendo maior exposição de grãos e arrancamento em camadas.

Fonte: elaborada pelo autor.

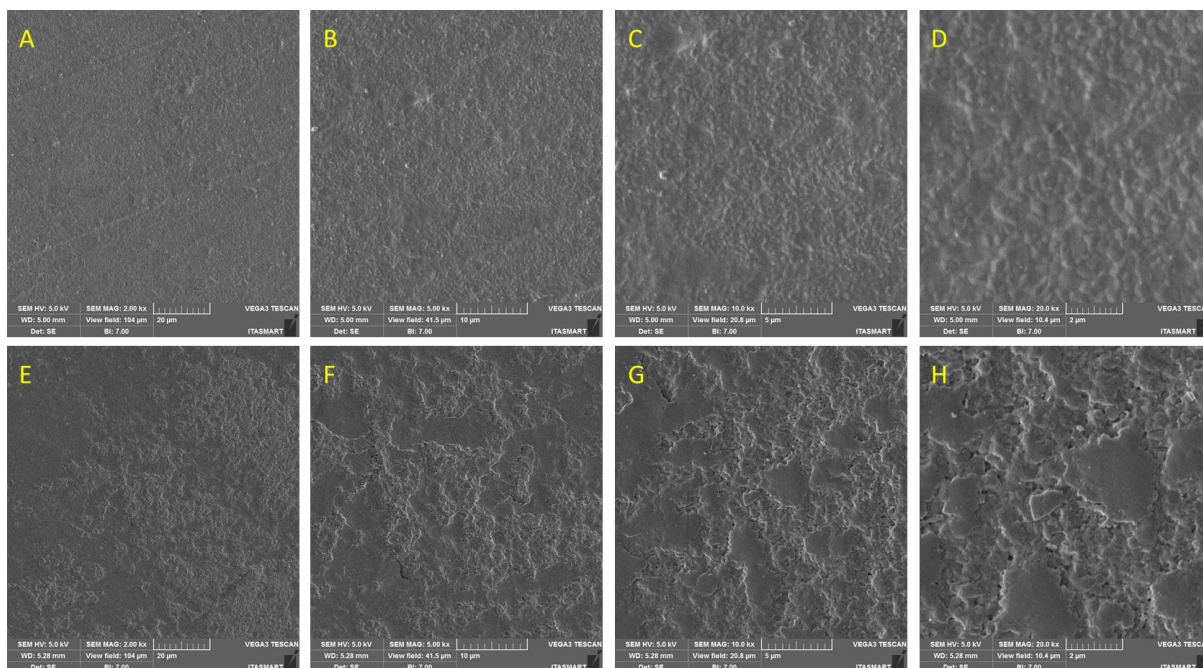
Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura da região desgastada na superfície da zircônia 5Y-PSZ



Legenda: ampliações de 2000x, 5000x, 10000x e 20000x. De A - D) – 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico; de E – H) 5Y-PSZ com envelhecimento hidrotérmico. O desgaste para a zircônia 5Y-PSZ sem envelhecimento apresenta características de fratura, enquanto com envelhecimento hidrotérmico é possível observar aumento da rugosidade e irregularidades, sem apresentar o aspecto de desgaste em camadas.

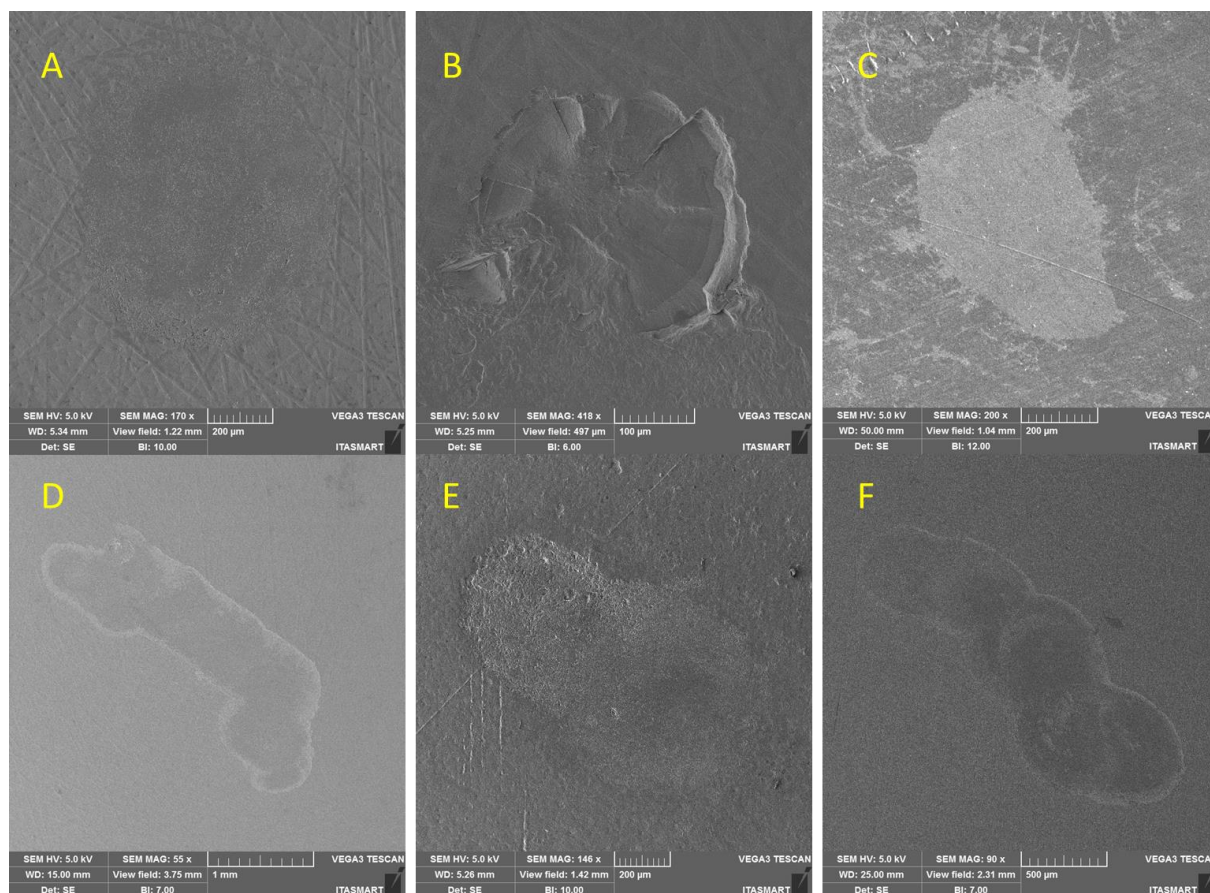
Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 21 – Microscopia eletrônica de varredura da região desgastada na superfície da zircônia multicamadas



Legenda: ampliações de 2000x, 5000x, 10000x e 20000x. De A - D) – Multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico; de E – H) Multicamadas com envelhecimento hidrotérmico. Na região de desgaste para a zircônia multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico é possível observar regiões de agregados difusos de grãos de fase tetragonal e cúbica. O envelhecimento hidrotérmico alterou a superfície de desgaste, apresentando regiões mais irregulares, com amassamento de grãos.  
Fonte: elaborada pelo autor.

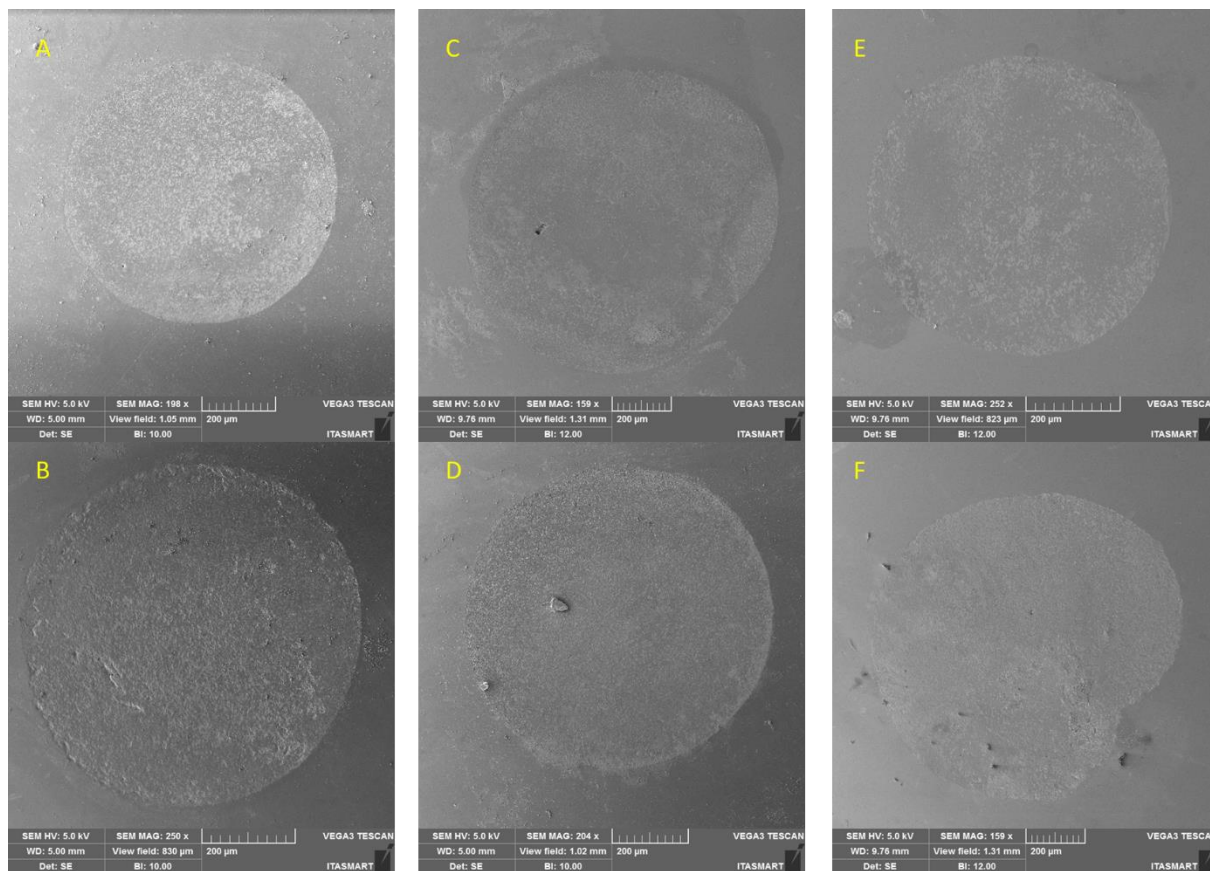
Figura 22 – Microscopia eletrônica de varredura das áreas desgastadas



Legenda: A) 3Y-TZP sem envelhecimento hidrotérmico; B) 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico; C) Multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico; D) 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico; E); 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico; F) Multicamadas com envelhecimento hidrotérmico. As zircônias 3Y-TZP e multicamadas apresentaram maiores áreas de desgaste após o envelhecimento hidrotérmico, com um arrancamento em camadas. A zircônia 5Y-PSZ sem envelhecimento apresentou um padrão de desgaste com características de microfraturas, diferentemente dos outros grupos testados.

Fonte: elaborada pelo autor.

Figura 23 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies desgastadas dos antagonistas



Legenda: A) 3Y-TZP sem envelhecimento hidrotérmico; B) 3Y-TZP com envelhecimento hidrotérmico; C) 5Y-PSZ sem envelhecimento hidrotérmico; d) 5Y-PSZ com envelhecimento hidrotérmico; E) Multicamadas sem envelhecimento hidrotérmico; F) Multicamadas com envelhecimento hidrotérmico. Todos os grupos apresentaram um padrão de desgaste circunferencial dos antagonistas. Os grupos da zircônia 3Y-TZP produziu um aspecto mais rugoso da superfície do antagonista. A zircônia multicamadas com envelhecimento hidrotérmico produziu um padrão de desgaste mais assimétrico quando comparado aos outros grupos.  
Fonte: elaborada pelo autor.

## 6 DISCUSSÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito do envelhecimento hidrotérmico no padrão de desgaste, topografia superficial, microdureza Vickers, tenacidade à fratura e composição cristalina das zircônias 3Y-TZP, 5Y-PSZ e multicamadas. Embora estudos clínicos sejam fundamentais para avaliar o desgaste dos materiais restauradores, o tempo e o custo para que possam ser realizados dificultam suas execuções (D’Arcangelo et al., 2016), dessa forma, foi escolhido um estudo laboratorial para que o desgaste das zircônias fosse avaliado. Além disso, o protocolo de envelhecimento com reator hidrotérmico (134°C, 2,2 bar, por 20 horas) foi escolhido por permitir uma transformação de fase em tempo reduzido (Pereira et al., 2016), garantindo observar os seus efeitos nas características estudadas.

A primeira hipótese de que o envelhecimento hidrotérmico afetaria a resistência ao desgaste e a topografia superficial independentemente do tipo de zircônia foi parcialmente aceita. O envelhecimento hidrotérmico aumentou o desgaste da zircônia 3Y-TZP e da zircônia multicamadas, diferentemente do visto na zircônia 5Y-PSZ. A exposição do material a um ambiente aquoso durante o processo de envelhecimento hidrotérmico ativa a degradação em baixa temperatura (*low temperature degradation – LTD*) da zircônia, que ocorre desde a temperatura ambiente até aproximadamente 400°C (Chevalier, Gremillard, 2009; Koenig et al., 2021). Com isso, há transformação em cadeia de fase tetragonal para monoclinica (detectada pelas análises de DRX e espectroscopia Raman), onde a nucleação de grãos na superfície em contato com as moléculas de água, gera aumento de volume, induzindo tensão nos grãos vizinhos (Araújo Jr., et al., 2020). Nessa dinâmica, não só a transformação de fase ocorre, como também a formação de microfissuras (Koenig et al., 2021). Desse modo, a camada monoclinica formada é mais suscetível ao desgaste, sendo arrancada nesse processo. Como visto no presente estudo, a espectroscopia Raman das áreas desgastadas da zircônia 3Y-TZP, detectou a presença de fase monoclinica após o envelhecimento na área sem desgaste, mas há a ausência dessa fase dentro da área desgastada.

Em um estudo anterior de Koenig et al. (2021), ao avaliar o desenvolvimento intraoral e a cinética da degradação em baixa temperatura (LTD) em próteses

monolíticas de zircônia 3Y-TZP, bem como a influência do estresse mecânico mastigatório, foi observado que as tensões e estresses mastigatórios geraram arrancamento de grãos que sofreram transformação de fase. Além disso, observaram também que havia mais aglomerados de grãos transformados nas faces axiais das restaurações do que nas áreas oclusais, o que corrobora com nossos resultados. Já Pereira et al. (2016), ao investigar os efeitos do polimento com pontas diamantadas e do envelhecimento hidrotérmico em baixa temperatura na transformação de fase de uma cerâmica Y-TZP, entre outras características, demonstraram em seus resultados que o grupo polido após o envelhecimento apresentou menor teor de fase monoclinica. Com base no que observamos no nosso estudo, isso pode ter acontecido pela remoção da camada monoclinica, formada com o envelhecimento, pelo desgaste das pontas diamantadas. Tais achados demonstram que a transformação de fase causada pela degradação em baixa temperatura associada a estresses mecânicos aumentam a incidência do desgaste.

Para a zircônia 5Y-PSZ, o envelhecimento não alterou significativamente a resistência ao desgaste. Este resultado pode ser associado ao fato de que a transformação de fase de tetragonal para monoclinica não ocorre como para a zircônia 3Y-TZP. Como afirma Chevalier et al. (2009), entre os fatores associados a suscetibilidade do material à transformação de fase, está o tamanho dos grãos e conteúdo de estabilizador. Então, devido a composição com grande concentração de grãos em fase cúbica (variando até 53% da composição) e maior teor de óxido estabilizador (>3mol% de óxido de ítrio) na zircônia 5Y-PSZ, esta é menos propensa a transformação de fase (Pereira et al., 2018; Mao et al., 2018). Dessa forma, a camada monoclinica mais sujeita ao desgaste não é formada, restringindo os danos superficiais. Entretanto, nas imagens de microscopia eletrônica de varredura, é possível observar que o envelhecimento hidrotérmico associado ao desgaste causou alterações topográficas e características de microfissuras para esta zircônia. Villa-Nova et al. (2020) ao investigar o efeito da degradação em baixa temperatura e de diferentes protocolos de acabamento e polimento de superfície em zircônia ultratranslúcida, observaram que o grupo controle da zircônia não submetida à LTD apresentou superfície e grãos mais regulares que o grupo submetido à LTD. Além disso, foi visto que mesmo para os grupos com acabamento e polimento com borrachas, a degradação em baixa temperatura afetou a uniformidade da superfície,

embora não tenha sido observada a transformação de fase para a zircônia ultratranslúcida, o que corrobora com nossos achados.

No estudo de Villa-Nova et al. (2020) foi visto também que o envelhecimento hidrotérmico aumentou a resistência característica da zircônia ultratranslúcida, entretanto o módulo de Weibull diminuiu. Dessa forma, podemos perceber que embora não haja diminuição clara da resistência da zircônia ultratranslúcida, a degradação hidrotérmica afeta sua integridade estrutural e diminui a confiabilidade do material. No presente estudo o envelhecimento hidrotérmico também não alterou a resistência ao desgaste, mas produziu alterações na superfície vistas pelas micrografias. Embora não haja relação direta dos nossos achados com os de Villa-Nova, percebemos que a LDT pode afetar a microestrutura mesmo para a zircônia 5Y-PSZ. Nas imagens de microscopia eletrônica de varredura também foi possível observar que o envelhecimento hidrotérmico causou um processo de pulverização de grãos, que consiste na ruptura de grãos superficiais (Araújo-Júnior et al., 2022). Esse processo também foi relatado por Prado et al. (2022) ao avaliar, entre outros fatores, o efeito do protocolo de degradação em baixa temperatura em reator hidrotérmico associado à fadiga mecânica em diferentes zircônias. Os autores observaram zonas com defeitos na microestrutura do material, as quais antes eram preenchidas por grãos tetragonais. Com o envelhecimento hidrotérmico, a transformação de fase tetragonal para monoclínica e seu aumento volumétrico causaram forças compressivas resultando na ejeção dos grãos (pulverização). Em outro estudo, Araújo-Júnior et al. (2022) observaram pelas imagens de MEV que o envelhecimento mais agressivo em reator hidrotérmico provocou ligeira diminuição no tamanho de grãos da zircônia 5Y-PSZ e pulverização na superfície. Este fato foi associado ao método de processamento e o potencial de coesão de partículas proporcionados pelo protocolo de pré-sinterização, uma vez que a baixa condutividade térmica da zircônia impede que o crescimento de grãos seja totalmente homogêneo na estrutura do material. Assim, grãos mais internos se tornam mais suscetíveis aos efeitos do envelhecimento hidrotérmico, causando a pulverização de grãos.

Assim como para a 3Y-TZP, o envelhecimento hidrotérmico afetou o desgaste da zircônia multicamadas. Esta zircônia é um material que apresenta um gradiente de resistência, sendo composto por uma camada de zircônia 3Y-TZP, uma camada de zircônia 5Y-PSZ e uma interfase afim de proporcionar restaurações mais naturais,

com maior resistência na região de infraestrutura e maior translucidez para a coroa (Kolakarprasert et al., 2019). Dessa forma, o aumento no volume de desgaste ocasionado pelo envelhecimento hidrotérmico pode ser associado à camada 3Y-TZP e presença de grãos tetragonais no material, uma vez que o desgaste foi realizado na região de interfase. Assim, nesta região do material ocorre transformação de fase tetragonal para monoclinica, favorecendo o desgaste como visto anteriormente. Nos nossos resultados da análise de DRX para a zircônia multicamadas, foi visto que há formação de fase monoclinica com o envelhecimento hidrotérmico, tanto na camada 3Y-TZP (30%) quanto na interfase (25%), embora em menor concentração quando comparada à zircônia 3Y-TZP pura (67%), o que pode estar associado a presença do lantânio na forma de óxido na composição do material. O lantânio é um metal terrarara que na forma de óxido tem sido associado ao aumento da resistência da zircônia aos efeitos da degradação em baixa temperatura (Denry et al., 2021). Desse modo, pode justificar a diminuição da transformação de fase na zircônia multicamadas. Entretanto, o grupo com envelhecimento apresentou valores estatisticamente semelhantes aos grupos da 3Y-TZP e 5Y-PSZ com envelhecimento, o que demonstra a presença de ambas as composições de zircônia no mesmo material e esclarece o alto desvio-padrão deste grupo, uma vez que não há homogeneidade no material multicamadas. Como visto nas imagens de microscopia eletrônica de varredura, na região de interfase há agregados difusos e heterogêneos de grãos de fase tetragonal e cúbica, sem padrão de regularidade, o que condiz com as características de desgaste deste grupo.

Vardhaman et al. (2020) ao investigar como a composição e microestrutura da zircônia multicamadas afetam o seu comportamento de desgaste em comparação à 3Y-TZP convencional, observaram que a zircônia multicamadas apresentou maior perda de volume e profundidade de desgaste após 500.000 ciclos, diferindo dos nossos achados. Os autores atribuíram este resultado à diferença de microestrutura e propriedades das duas zircônias que afetam a resistência à propagação de trincas. Uma vez que durante o ensaio de desgaste ocorre o mecanismo de desgaste por fadiga, um material mais resistente à propagação de trincas como a 3Y-TZP apresenta menor volume de desgaste. Entretanto, no estudo de Vardhaman a zircônia multicamadas utilizada era uma zircônia translúcida com camadas de 5Y-PSZ e 4Y-PSZ. Além disso, não foram avaliados os efeitos do envelhecimento hidrotérmico

como no presente estudo.

Rosentritt et al. (2020) ao comparar o comportamento de desgaste de zircônias 3Y-TZP, 4Y-PSZ, 5Y-PSZ, multicamadas 4Y-PSZ e do dissilicato de lítio, observaram que não houve diferenças significativas entre os desgastes para as zircônias, o que condiz com nossos achados, uma vez que para os grupos sem envelhecimento hidrotérmico, a zircônia 3Y-TZP e 5Y-PSZ não apresentaram valores de desgaste significativamente diferentes. Entretanto, até o presente momento, não há na literatura trabalhos que associem o envelhecimento hidrotérmico e a propensão ao desgaste das zircônias multicamadas com gradiente de resistência (camadas 3Y-TZP e 5Y-PSZ). Dessa forma, mais estudos são necessários para que possa ser esclarecida essa relação.

No que se refere à rugosidade superficial, apenas para a zircônia 3Y-TZP o envelhecimento hidrotérmico foi significativo quando associado ao desgaste, havendo um aumento da rugosidade superficial média. Este fato pode estar associado à maior exposição de grãos e arrancamento em camadas causados pelo desgaste, desse modo, há uma alteração topográfica significativa. Em uma meta-análise realizada anteriormente (Yang et al., 2021), foi observado que o envelhecimento hidrotérmico não alterou os valores de rugosidade média (Ra) para zircônias Y-TZP, entretanto os estudos avaliados nesta meta-análise realizaram o envelhecimento em autoclave, diferentemente do envelhecimento em reator hidrotérmico usado neste estudo, que se caracteriza como um envelhecimento mais agressivo. Fadavi et al. (2023), observaram em seu estudo que o envelhecimento hidrotérmico não afetou significativamente a rugosidade Ra, mas afetou o parâmetro Rz de uma zircônia monolítica, diferindo dos nossos resultados. Já Amaral et al. (2013), ao analisar a influência dos tratamentos de superfície da zircônia na degradação em baixa temperatura, observaram que houve alteração significativa da rugosidade apenas quando foi realizado o tratamento de superfície com óxido de alumínio. Villa-Nova et al. (2020) também observaram em seu estudo que o envelhecimento hidrotérmico não alterou a rugosidade da zircônia testada, entretanto os métodos de acabamento e polimento foram significativos. Desse modo, percebemos que o envelhecimento hidrotérmico não altera significativamente a rugosidade superficial, entretanto as alterações topográficas causadas por tratamentos de superfícies e protocolos de acabamento e polimento são mais relevantes para a rugosidade, podendo haver uma

tendência à alterações mais significativas quando estes fatores são associados.

A segunda hipótese de que o envelhecimento hidrotérmico afetaria a microdureza e a tenacidade à fratura para os diferentes tipos de zircônia foi aceita. O envelhecimento hidrotérmico diminuiu a microdureza para a 5Y-PSZ e 3Y-TZP, mas aumentou para a camada 3Y-TZP da zircônia multicamadas. No que se refere à tenacidade à fratura, o envelhecimento hidrotérmico diminuiu a tenacidade para a 3Y-TZP pura e aumentou para a camada 3Y-TZP da zircônia multicamadas, mas não afetou a 5Y-PSZ. Tais achados podem ocorrer pelos efeitos da degradação em baixa temperatura principalmente na zircônia 3Y-TZP. Embora a transformação de fase possa aumentar a resistência à propagação de trincas pelo mecanismo de tenacificação por transformação (Cavalcanti et al., 2009; Pereira et al., 2016), em um ambiente com exposição do material às moléculas de água e quebra das ligações com óxidos estabilizadores, há transformação de fase tetragonal para monoclinica, aumento de volume de grãos e formação de microfissuras que diminuem a resistência do material (Miragaya et al., 2017; Araújo Jr., et al., 2020; Benalcázar Jalkh et al., 2020;). Na zircônia 3Y-TZP pura, a concentração de fase monoclinica atingiu 67%, sendo afetada pela degradação em baixa temperatura. No caso da multicamadas, a transformação de fase monoclinica atingiu o máximo de 30%, prevalecendo, provavelmente, o mecanismo de tenacificação por transformação, o que explicaria o aumento da microdureza e tenacidade à fratura. Em estudos anteriores (Ban et al., 2008; Kim et al., 2009; Pereira et al., 2015) foi relatado que a resistência à flexão foi afetada negativamente apenas quando uma porcentagem de aproximadamente 50% de fase monoclinica foi detectada. Dessa forma, sugere-se que concentrações menores de fase monoclinica não diminuiriam significativamente as propriedades mecânicas do material, o que poderia justificar nossos achados.

Park et al. (2023) ao avaliar os efeitos da degradação em baixa temperatura na cor, translucidez e dureza de uma zircônia multicamadas, observaram que este mecanismo não afetou tais propriedades, entretanto cada camada da zircônia multicamadas apresentou dureza significativamente diferente, aumentando da camada incisal para a camada de corpo, o que pode ter sido causada pelo aumento do óxido metálico usado para pigmentação do material, já que no material utilizado não havia gradiente de resistência, apenas de cor. Já Pereira et al. (2023) ao analisar as propriedades mecânicas de zircônia multicamadas com gradiente de resistência

comparando com zircônias monolíticas, observaram que os valores de dureza e tenacidade à fratura de zircônias sem gradiente foram maiores que os das zircônias multicamadas, apresentando uma diferença significativa de aproximadamente 63 MPa para a dureza. A tenacidade à fratura não foi influenciada pelo gradiente da zircônia, sendo os valores estatisticamente semelhantes entre os grupos testados. Os autores relataram ainda que, após análise da tensão residual, que o  $K_{Ic}$  não foi influenciado pela interface dos gradientes.

A terceira hipótese de que o envelhecimento hidrotérmico causaria transformação de fase nas zircônias foi aceita. Foi observado a transformação de fase tetragonal para monoclinica para as zircônias 3Y-TZP e multicamadas, detectadas pelo DRX e espectroscopia Raman. Chevalier et al. (2004) afirmaram que a transformação de fase está relacionada com o tamanho de grão, assim, grãos maiores como os de fase tetragonal tendem à menor estabilidade e maior propensão à transformação de fase. As zircônias 3Y-TZP e multicamadas, por apresentarem alto teor de grãos em fase tetragonal possuem maior tendência a sofrerem transformação de fase quando expostas a um ambiente propício à degradação em baixa temperatura, diferentemente da zircônia 5Y-PSZ. Além disso, a maior concentração de óxido de ítrio estabilizador na zircônia 5Y-PSZ (Pereira et al., 2018; Mao et al., 2018), reduzem a incidência de transformação de fase. Embora amplamente utilizado, o DRX apresenta limitações na detecção de transformação de fase, como uma análise mais restrita à superfície e imprecisão para conteúdo de fase monoclinica inferior a 5% (Pereira et al., 2015). Desse modo, a utilização da espectroscopia Raman aumenta a confiabilidade dos achados pela maior sensibilidade para a avaliação de fase monoclinica. Em estudo anterior, ao quantificar as fases cristalinas presentes na zircônia translúcida multicamadas e 3Y-TZP, Vardhaman et al., (2020) observaram que não foi detectada a presença de fase monoclinica em nenhum dos materiais avaliados, o que corrobora com nossos achados para as zircônias sem envelhecimento hidrotérmico. Entretanto, Nakamura et al. (2022), observaram em seu estudo que a LTD provocou transformação de fase monoclinica de 2,8 e 0,9% em massa para as zircônias ultratranslúcidas testadas, enquanto Harada et al. (2020) demonstraram em seu estudo que o envelhecimento hidrotérmico gerou transformação de fase monoclinica de aproximadamente 8% em massa para a zircônia 5Y-PSZ, enquanto 66% foi gerada para a zircônia 3Y-TZP. Embora para a

5Y-PSZ difira dos nossos resultados, a transformação de fase para 3Y-TZP confirma nossos achados. A diferença observada pode ser explicada pelos diferentes materiais comerciais utilizados em cada estudo. Além disso, a presença de fase monoclinica não é o único parâmetro para que a LTD seja detectada e a ausência desta fase não garante que a degradação em baixa temperatura não ocorreu (Koenig et al., 2021).

No que se refere à conduta clínica, o presente estudo, embora laboratorial, tem relevância para a compreensão dos possíveis efeitos do envelhecimento hidrotérmico em propriedades que afetam a longevidade das diferentes zircônias como material restaurador em função, de modo a possibilitar indicações clínicas com maior critério. Além disso, contribui para o entendimento da degradação em baixa temperatura não só como uma dinâmica de transformação de fase, como também um processo que envolve outros eventos microestruturais no material até que se observe mudança de fase cristalina e suas propriedades sejam afetadas.

Apesar dos nossos resultados sugerirem que o envelhecimento hidrotérmico possa influenciar o desgaste de restaurações em zircônia 3Y-TZP e multicamadas, estudos que avaliem o volume de desgaste com diferentes antagonistas são necessários, como materiais com propriedades mais semelhantes ao esmalte dentário, e avaliar o envelhecimento hidrotérmico para o antagonista também em zircônia.

## 7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados encontrados, podemos concluir que o envelhecimento hidrotérmico diminui a resistência ao desgaste das zircônias 3Y-TZP e multicamadas e produz transformação de fase, sendo a camada monoclinica mais sujeita ao desgaste. Além disso, o envelhecimento hidrotérmico não alterou a resistência ao desgaste da zircônia 5Y-PSZ, mas produziu alterações superficiais vistas por micrografias.

## REFERÊNCIAS

Alves LMM, Contreras LPC, Bueno MG, Campos TMB, Bresciani E, Valera MC, Melo RM. The wear performance of glazed and polished full contour zirconia. *Braz Dent J*. 2019b;30:511-518. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201902801>

Alves LMM, Contreras LPC, Campos TMB, Bottino MA, Valandro LF, Melo RM. In vitro wear of a zirconium-reinforced lithium silicate ceramic against different restorative materials. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019a;100:103403. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103403>

Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza ROA. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res - B Appl*. 2013;101(8):1387-1392. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.32957>

Andrieuolo R, Gonçalves SA, Dias KRHC. A zircônia na Odontologia Restauradora. *Rev Bras Odontol*. 2011;68(1):49-53. [org/10.18363/rbo.v68n1.p.49](https://doi.org/10.18363/rbo.v68n1.p.49)

Apel E, Deubener J, Bernard A, Höland M, Müller R, Kappert H, et al. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2008;1(4):313-325. doi:10.1016/j.jmbbm.2007.11.005

Araújo Júnior ENS, Bergamo ETP, Campos TMB, Benalcázar Jalkh EB, Lopes ACO, Monteiro KN, et al. Hydrothermal degradation methods affect the properties and phase transformation depth of translucent zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020;112:104021. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.104021>

Araújo Júnior ENS, Bergamo ETP, Campos TMB, Benalcázar Jalkh EB, Lopes ACO, Monteiro KN, et al. Ultra-translucent zirconia processing and aging effect on microstructural, optical, and mechanical properties. *Dent Mater*. 2022;38(4):587-600. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2022.02.016>

Ban S, Sato H, Suehiro Y, Nakanishi H, Nawa M. Biaxial flexure strength and low temperature degradation of Ce-TZP/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite and Y-TZP as dental restoratives. *J Biomed Mater Res. B: Appl. Biomater* 2008;87, 492–498. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.31131>

Benalcázar Jalkh EB, Bergamo ETP, Monteiro KN, Cesar PF, Genova LA, Lopes ACO, et al. Aging resistance of an experimental zirconia-toughened alumina composite for large span dental prostheses: Optical and mechanical characterization. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020;104:103659. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103659>

Borba M, Araújo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011;27(7):710-721. doi:10.1016/j.dental.2011.04.003

Borges MAP, Alves MR, Santos HES, Anjos MJ, Elias CN. Oral degradation of Y-TZP ceramics. *Ceram Int*. 2019;45(8):9955-9961. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.038>

Campos TMB, Ramos NC, Matos JDM, Thim GP, Souza ROA, Bottino MA, et al. Silica infiltration in partially stabilized zirconia: effect of hydrothermal aging on mechanical properties. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020;109:103774. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103774>

Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, Sorrentino R, Zarone F, Ferrari M, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dent Mater*. 2018;34(6):879-890, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.006>

Carrabba M, Keeling AJ, Aziz A, Vichi A, Fonzar RF, Wood D, Ferrari M. Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test. *J Dent*. 2017;60:70-76. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2017.03.002>

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent*. 2009;4(3):280-287. <https://doi.org/10.2341/08-80>

Chai H, Lee JJW, Mieleszko AJ, Chu SJ, Zhang Y. On the interfacial fracture of porcelain/zirconia and graded zirconia dental structures. *Acta Biomater*. 2014;10(8):3756-3761. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.04.016>

Chain MC, Arcari GM, Lopes GC. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal. *RGO* 2000 abr/jun; 48:67-70. ID: lil-296858

Chevalier J, Deville S, Munch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomater*. 2004;25:5539-5545. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.01.002>

Chevalier J, Gremillard L. The tetragonal-monoclinic transformation in Zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc*. 2009;92(9):1901-1920. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x>

Corado HPR, Silveira PHPM, Ortega VL, Ramos GG, Elias CN. Flexural Strength of Vitreous Ceramics Based on Lithium Disilicate and Lithium Silicate Reinforced with Zirconia for CAD/CAM. 2022. *Int J Biomater*. 2022;2022. <https://doi.org/10.1155/2022/5896511>

D'Arcangelo C, Vanini L, Rondoni GD, De Angelis F. Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel. *J Prosthet Dent*. 2016;115(3):350-355. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.09.010>

Denry I, Dawson DV, Holloway JA. Crystalline phase evolution and thermal behavior of zirconia-lanthanum aluminate ceramics produced by surface modification. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2021;109(3):328-337. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34702>

Denry I, Holloway JA. Ceramics for dental applications: a review. *Mater*. 2010;3(1):351–368. <https://doi.org/10.3390/ma3010351>

Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*. 2014; 93(12):1235-1242. <https://doi.org/10.1177/0022034514553627>

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.05.007>

Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Özcan M, Lassila LVJ. Effect of surface modification on the bond strength between zirconia and resin cement. *J Prosthodont* 2013;22:529-536. <https://doi.org/10.1111/jopr.12030>

Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater*. 2016;32(7): 908-914, 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.03.013>

Elsaka SE. Influence of surface treatments on the surface properties of different zirconia cores and adhesion of zirconia-veneering ceramic systems. *Dent Mater*. 2013;29(10):e239-e251. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.07.003>

Fadavi F, Mohammadi-Bassir M, Sarabi N, Rezvani MB, Jafari-Semnani S, et al. Effect of Low-Temperature Degradation, Ph-Cycling and Simulated Tooth Brushing on Surface Roughness, Topography, and Polish Retention of Yttrium-Stabilized Tetragonal Zirconia. *J Dent Shiraz Univ Med Sci*. 2023;24(3):293-304. <https://doi.org/10.30476/dentjods.2022.93896.1744>

Faria ACL, Oliveira AA, Gomes EA, Rodrigues RCS, Ribeiro RF. Wear resistance of a pressable low-fusing ceramic opposed by dental alloys. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014;32:46-51. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2013.12.018>

Ghods S, Jafarian ZA Review on Translucent Zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2018;26(2):62-74. DOI: 10.1922/ejprd\_01759ghods13

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004;20(5):449-456. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.05.002>

Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their

susceptibility to thermocycling. *Dent Mater.* 2008;24(11):1556-1567.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.03.028>

Guilardi LF, Soares P, Werner A, Jager N, Pereira GKR, Kleverlaan CJ, et al. Fatigue performance of distinct CAD/CAM dental ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;103:103540. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103540>

Harada K, Raigrodski AJ, Chung KH, Flinn BD, Dogan S, Mancl LA. A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations. *J Prosthet Dent.* 2016;116(2):257-263.  
<https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.11.019>

Hatanaka GR, Polli GS, Adabo GL. The mechanical behavior of high-translucent monolithic zirconia after adjustment and finishing procedures and artificial aging. *J Prosthet Dent.* 2020;123(2):330-337. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2018.12.013>

Jung YS, Lee JW, Choi YJ, Ahn JS, Shin SW, Huh JB. A study on the in-vitro wear of the natural tooth structure by opposing zirconia or dental porcelain. *J Adv Prosthodont.* 2010;2(3):111-115. <https://doi.org/10.4047/jap.2010.2.3.111>

Kaizer MR, Kolakarnprasert N, Rodrigues C, Chai H, Zhang Y. Probing the interfacial strength of novel multi-layer zirconias. *Dent Mater.* 2019;36(1):60-67.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.10.008>

Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property and phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont.* 2009;1(3):113-117. <https://doi.org/10.4047/jap.2009.1.3.113>

Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010;89(1):91-95.  
<https://doi.org/10.1177/0022034509354193>

Koenig V, Bekaert S, Dupont N, Vanheusden A, Le Goff S, Douillard T, et al. Intraoral low-temperature degradation of monolithic zirconia dental protheses: results of a prospective clinical study with *ex vivo* monitoring. *Dent Mater.* 2021; 37(7):1134-1149. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.03.008>

Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim K, Zhang Y, New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dent Mater.* 2019;35(5):797-806.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.02.017>

Kwon SJ, Lawson NC, McLaren EE, Nejat AH, Burgess JO. Comparison of the mechanical properties of translucent zirconia and lithium disilicate. *J Prosthet Dent.* 2018;120(1):132-137. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2017.08.004>

Lan TH, Liu PH, Chou MMC, Lee HE. Fracture resistance of monolithic zirconia crowns with different occlusal thicknesses in implant prostheses. *J Prosthet Dent*. 2016;115(1):76-83. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.06.021>

Le M, Larsson C, Papia E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. *Dent Mater*. 2019;38(3):480-489. <https://doi.org/10.4012/dmj.2018-194>

Lee A, He LH, Lyons K, Swain MV. Tooth wear and wear investigations in dentistry. *J Oral Rehabil*. 2012;39(3):217-225. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2011.02257.x>

Li RWK, Chow TW, Mantinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res*. 2014;58(4):208-216. <https://doi.org/10.1016/j.jpor.2014.07.003>

Liu C, Eser A, Albrecht T, Stournari V, Felder M, Heintze S, Broeckmann C. Strength characterization and lifetime prediction of dental ceramic materials. *Dent Mater*. 2021;37:94-105. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.10.015>

Lobo CMM, Socorague SCMC, Silva NR, Costa AKF, Alves LMM, Bottino MA, et al. Effect of glazing application side and mechanical cycling on the biaxial flexural strength and Weibull characteristics of a Y-TZP ceramic. *J Appl Oral Sci*. 2020;28. <https://doi.org/10.1590/1678-7757-2020-0438>

Lopes ACO, Coelho PG, Witek L, Benalcázar Jalkh EB, Gênova LA, Monteiro KN, et al. Microstructural, mechanical, and optical characterization of an experimental aging-resistant zirconia-toughened alumina (ZTA) composite. *Dent Mater*. 2020;36(12):365-e374. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.08.010>

Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation aging of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater*. 2010;26:807–820. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.04.006>

Macedo CV, Anami LC, Melo RM, Bottino MA, Valandro LF. Effect of the layering technique on bond strength and cohesive resistance of a porcelain-zirconia system. *J Adhes Dent*. 2014;16(1):57-62. doi: 10.3290/j.jad.a30540

Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-826, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2007.07.008>

Mao L, Kaizer MR, Zhao M, Guo B, Zhang Y. Graded ultra-translucent zirconia (5Y-PSZ) for strength and functionalities. *J Dent Res*. 2018;97(11):1222-1228. <https://doi.org/10.1177/0022034518771287>

Marocho SMS, Studart AR, Bottino MA, Della Bona A. Mechanical strength and survival crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Den Mater.* 2010;26:483-490. doi:10.1016/j.dental.2010.01.007

Michailova M, Elsayed A, Fabel G, Edelhoff D, Zylla IM, Stawarczyk B. Comparison between novel strength-gradient and color-gradient multilayered zirconia using conventional and high-speed sintering. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;111:103977. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103977>

Miragaya LM, Guimarães RB, Souza ROA, Botelho GS, Guimarães JGA, Silva EM. Effect of intra-oral aging on t→m phase transformation, microstructure, and mechanical properties of Y-TZP dental ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017;72:4-21. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.04.014>

Moura DM, Januário ABN, Araújo AMM, Dal Piva AMO, Özcan M, Bottino MA, et al. Effect of primer-cement systems with different functional phosphate monomers on the adhesion of zirconia to dentin. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 88:69-77. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.08.003>

Muhammed FK, Pollington S, Sun X, et al. Novel coatings on zirconia for improved bonding with veneer ceramics. *Coated.* 2018;8(10):363. <https://doi.org/10.3390/coatings8100363>

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

Nakamura K, Harada A, Kanno T, Inagaki R, Niwano Y, Milleding P, Örtengren U. The influence of low-temperature degradation and cyclic loading on the fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015;47:49-56. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.03.007>

Nakamura K, Tarkeshi A, Niklasson A, Shishido S, Svanborg P, Barkarmo S, et al. Influence of crystalline phase transformation induced by airborne-particle abrasion and low-temperature degradation on mechanical properties of dental zirconia ceramics stabilized with over 5 mol% yttria. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2022;125:104890. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104890>

Oh WS, DeLong R, Anusavice KJ. Factors affecting enamel and ceramic wear: a literature review. *J Prosthet Dent.* 2002 Apr;87(4):451-9. doi:10.1067/mpr.2002.123851.

Pagani C, Miranda CB, Bottino MC. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. *J App Oral Sci.* 2003;11:69-75. <https://doi.org/10.1590/S1678-77572003000100012>

Park MG. Effect of low-temperature degradation treatment on hardness, color, and translucency of single layers of multilayered zirconia. *J Prosthet Dent.* 2023;18. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2023.01.023>

Passos SP, Torrealba Y, Major P, Linke B, Flores-Mir C, Nychka JA. In vitro wear behavior of zirconia opposing enamel: a systematic review. *J Prosthodont.* 2014;23,(8):593-601. <https://doi.org/10.1111/jopr.12167>

Paulillo LAMS, Serra MC, Francischone CE. Cerâmica em dentes posteriores. *ROBRAC.*1997; 6:37-9. ID: lil-235788

Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018;85:57-65. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.05.029>

Pereira GKR, Muller C, Wandscher VF, Rippe MP, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Comparison of different low-temperature aging protocols: its effects on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;60:324-330. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.02.017>

Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, Dapieve KS, Montagner AF, Soares FZM, et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;55:151-163

Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, Dapieve KS, Montagner AF, Soares FZM, et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015;55:151-163. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.10.017>

Pereira RM, Campos TMB, Bonfante EA, Thim GP. A comparative study of mechanical properties of yttria stabilized zirconia monolithic and bilayer configuration for dental application. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2023;148:106160. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2023.106160>

Prado PHCO, Dapieve KS, Campos TMB, Valandro LF, Melo RM. Effect of hydrothermal and mechanical aging on the fatigue performance of high-translucency zirconias. *Dent Mater.* 2022;38(6):1060-1071. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2022.04.021>

Prado PHCO, Monteiro JB, Campos TMB, Thim GP, Melo RM. Degradation kinetics of high-translucency dental zirconias: Mechanical properties and in-depth analysis of phase transformation. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;102:103482. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103482>

Prado RD, Pereira GKR, Bottino MA, Melo RM, Valandro LF. Effect of ceramic thickness, grinding, and aging on the mechanical behavior of a polycrystalline

zirconia. *Braz Oral Res.* 2017; 31. <https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0082>

Quinn JB, Quinn GD, Sundar V. Fracture toughness of veneering ceramics for fused to metal (PFM) and zirconia dental restorative Materials. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2010;115(5):343-52. doi: 10.6028/jres.115.024

Rabel K, Lamott U, Polydorou O, Flügge T, Spies BC. Prosthodontic Rehabilitation with Fixed Monolithic Translucent Zirconia Restorations: A Case History Report. *Int J Prosthodont.* 2019;32(6):544-548. Doi: 10.11607/ijp.6194

Ramos NC, Augusto MG, Alves LMM, Kleverlaan CJ, Dal Piva AMO. Wear of dental ceramics. *Braz Dent Sci.* 2023;26(1):e3638. <https://doi.org/10.4322/bds.2023.e3638>

Ricco P, Ramos NC, Campos TMB, Soares VO, Villas Boas MOC, MELO RM. The roles of microstructure and surface energy on subcritical crack growth in glass-ceramics. *Ceram Int.* 2021;41(5):6827-6833. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.11.025>

Rodrigues VA, Paradella TC, Coelho AVP, Souza KB, Bottino MA, Melo RM, et al. Does the glaze application on Y-TZP surface improve the bond strength to pressed veneering ceramic? *J Adhes Sci Technol.* 2020; 35(13):1459-1471. <https://doi.org/10.1080/01694243.2020.1846898>

Rondoni D. Zirconia: Some practical aspects from the technologist's point of view. *Int J Esthet Dent.* 2016;11(2):270-274. PMID: 27092353

Rosentritt M, Preis V, Behr M, Strasser T. Fatigue and wear behaviour of zirconia materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;110:103970. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103970>

Sadan A, Blatz MB, Lang B. Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: part 1. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2005;25(3):213-219. PMID: 16001733

Schönhoff LM, Lümke N, Buser R, Hampe R, Stawarczyk B. Fatigue resistance of monolithic strength-gradient zirconia materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021;119:104504. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104504>

Shahmiri R, Standart OC, Hart JN, Sorrel CC. Optical properties of zirconia ceramics for esthetic dental restorations: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2018;119(1):36-46. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2017.07.009>

Shenoy A, Shenoy N. Dental ceramics: An update. *J Conserv Dent.* 2010;13(4):195. doi: 10.4103/0972-0707.73379

Skorulska A, Piszko P, Rybak Z, Szymonowics M, Dobrzynski M. Review on Polymer, ceramic and composite materials for CAD/CAM indirect restorations in

dentistry – application, mechanical characteristics and comparison. *Mater.* 2021;14(7):1592. <https://doi.org/10.3390/ma14071592>

Souza ROA, Barbosa F, Araújo G, Miyashita E, Bottino MA, Melo R, et al. Ultrathin monolithic zirconia veneers: reality or future? Report of a clinical case and one-year follow-up. *Oper Dent.* 2018;43(1):3-11. <https://doi.org/10.2341/16-350-T>

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

Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Vallittu PK, Närhi TO, et al. The effect of staining and vacuum sintering on optical and mechanical properties of partially and fully stabilized monolithic zirconia. *Dent Mater J.* 2015;34(5):605-610. <https://doi.org/10.4012/dmj.2015-054>

Ting J, Shuhui H, Hongqiang Y, Lu J. CAD/CAM Ceramic Overlays to Restore Reduced Vertical Dimension of Occlusion Resulting from Worn Dentitions: A Case History Report. *Int J Prosthodont.* 2017;30(3):238-241. DOI: 10.11607/ijp.5146

Vardhaman S, Borba M, Kaizer MR, Kim D, Zhang Y. Wear behavior and microstructural characterization of translucent multilayer zirconia. *Dent Mater.* 2020;36(11):1407-1417. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.08.015>

Vila-Nova TEL, Carvalho IHG, Moura DMD, Batista AUD, Zhang Y, Paskocimas CA, et al. Effect of finishing/polishing techniques and low temperature degradation on the surface topography, phase transformation and flexural strength of ultra-translucent ZrO<sub>2</sub> ceramic. *Dent Mater.* 2020;36(4):e126-e139. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.01.004>

Wendler M, Belli R, Petschelt A, Mevec D, Harrer W, Lube T, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: flexural strength testing, *Dent Mater.* 2016;33(1):99-109. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.008>

Yang H, Xu YL, Hong G, Yu H. Effects of low-temperature degradation on the surface roughness of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Prosthet Dent.* 2021;125(2):222-230. doi: 10.1016/j.prosdent.2020.01.005

Zhang F, Reveron H, Spies BC, Meerbeek BV, Chevalier J. Trade-off between fracture resistance and translucency of zirconia and lithium-disilicate glass ceramics for monolithic restorations. *Acta Biomater.* 2019;91:24-34. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.04.043>

Zhang Y, Keely JR. Dental Ceramics for Restoration and Metal Veneering. *Dent Clin N Am.* 2017;61(4):797819. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2017.06.005>

Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res*. 2018;97(2):140-147. <https://doi.org/10.1177/0022034517737483>