



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

LAURA VIVIANA CALVACHE ARCILA

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E RESISTÊNCIA À
FADIGA DE ZIRCÔNIAS DE ALTA, SUPER E EXTRA
TRANSLUCIDEZ**

2021

LAURA VIVIANA CALVACHE ARCILA

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E RESISTÊNCIA À
FADIGA DE ZIRCÔNIAS DE ALTA, SUPER E EXTRA
TRANSLUCIDEZ**

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

Área: Próteses Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Prof. Dra. Nathália de Carvalho Ramos

São José dos Campos

2021

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

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

Arcila, Laura Viviana Calvache

Caracterização microestrutural e resistência à fadiga de zircônias de alta, super e extra translucidez / Laura Viviana Calvache Arcila. - São José dos Campos : [s.n.], 2021.
52 f. : il.

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

Orientadora: Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Nathália de Carvalho Ramos

1. Cerâmica dentária. 2. Tensão mecânica. 3. Resistência do material. 4. Translucidez. 5. Probabilidade de sobrevivência. I. Bottino, Marco Antonio , orient. II. Ramos, Nathália de Carvalho, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Marco Antonio Bottino (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

São Jose dos Campos

Renata Marques de Melo

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

São Jose dos Campos

Tiago Moreira Bastos Campos

Instituto Tecnológico de Aeronáutica

São Jose dos Campos

São José dos Campos, 5 de fevereiro de 2021.

AGRADECIMENTOS

Fico grata com Deus e a vida por me fornecerem a oportunidade de chegar a um país tão lindo e único como é o Brasil, onde me abriram as portas com os braços abertos numa das melhores faculdades do país e do mundo, o Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, me permitindo fazer parte dessa família unespiana. Quero agradecer a tudo meu equipe de pesquisa, professores, amigos, colegas, e funcionários que me apoiaram e me encenaram durante este processo de começo ao fim; ao meu Orientador o Prof. Marco Antonio Bottino que foi como um pai para mim aqui no Brasil, a quem respeito e tenho muito carinho e agradeço pelo seu grande apoio; à minha coorientadora a Profa. Nathália de Carvalho Ramos quem foi uma pessoa incondicional e sempre esteve disponível para me ajudar sem exceção, de quem aprendi muito e tenho um grande carinho por estar aí desde começo, sua paciência e ser um exemplo para mim; à Profa. Renata Marques de Melo quem admiro e respeito por sua inteligência e me fornecer todo seu valioso conhecimento; ao Prof. Tiago Moreira Bastos Campos, por sempre estar a disposição e compartilhar suas ideias e seu grande conhecimento. Obrigada a eles e a toda nossa equipe que foram incondicionais e muito importantes para o processo e a conclusão deste trabalho. Obrigada à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior- Brasil (CAPES) – número de processo 88887.475323/2020-00 pela bolsa de mestrado que me facilitou ainda mais este processo durante meu passo no mestrado. À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão da bolsa da minha aluna de Iniciação científica, onde seu projeto fez parte desta dissertação, através do Processo nº 2019/22435-5, no período de 01/07/2020 a 30/06/2021. Ficam curtas as palavras e os a agradecimentos para expressar toda a gratidão que sento, pois me fizeram crescer muito como profissional e pessoa, MUITO OBRIGADA.

SUMÁRIO

RESUMO	6
ABSTRACT.....	7
1 INTRODUÇÃO.....	8
2 REVISÃO DE LITERATURA	10
2.1 Histórico da zircônia	10
2.2 Mecanismo de tenacificação	10
2.3 Propriedades mecânicas.....	11
2.4 Gerações da zircônia estabilizada com ítrio.....	11
2.5 Zircônias translúcidas	12
2.6 Resistência à fratura e resistência à fadiga.....	14
3 PROPOSIÇÃO	17
4 MATERIAL E MÉTODOS	18
4.1 Confecção dos espécimes	18
4.2 Caracterização microestrutural.....	19
4.2.1 Microscopia eletrônica de varredura	19
4.2.2 Difração de raios-X	19
4.3 Propriedades mecânicas.....	20
4.3.1 Dureza Vickers	20
4.3.2 Tenacidade à fratura	21
4.3.3 Ensaio de resistência à flexão biaxial	22
4.3.4 Teste de fadiga step-stress	23
4.3.5 Análise fractográfica.....	25
5 RESULTADO	26
5.1 Caracterização microestrutural.....	26
5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura e EDS	26
5.1.2 Difração de raios-X	28
5.2 Propriedades mecânicas.....	29

5.2.1 Dureza Vickers e tenacidade à fratura.....	29
5.2.2 Resistência à flexão biaxial	30
5.2.3 Ensaio fadiga acelerado Step-Stress	31
5.2.4 Características da fratura.....	35
6 DISCUSSÃO	39
7 CONCLUSÃO.....	45
REFERÊNCIAS	46

Calvache ALV. Caracterização microestrutural e resistência à fadiga de zircônias de alta, super e extra translucidez [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2021.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi caracterizar a microestrutura de cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizada com ítria com diferentes níveis de translucidez e avaliar o efeito na dureza, tenacidade à fratura e resistência à flexão biaxial (ensaio com carga monotônica e resistência à fadiga). Amostras em forma de disco foram obtidas de cerâmica de zircônia de alta translucidez (Vita YZ HT), super translucidez (Vita YZ ST) e extra translucidez (Vita YZ XT), seguindo as diretrizes da ISO 6872/2015 para testes de resistência à flexão biaxial, e também na menor espessura de utilização indicada pelo fabricante (dimensões finais de 12 mm de diâmetro, 0,7 e 1,2 $\pm$ 0,1 mm de espessura). Para a caracterização, foram realizadas análises de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão de energia (EDS), para análise das propriedades mecânicas, dureza Vickers, tenacidade à fratura e resistência à flexão biaxial (ensaio com carga monotônica) e ensaio de resistência à fadiga em flexão biaxial (ensaio acelerado *step-stress*). A zircônia ST e XT apresentaram defeitos superficiais na análise de MEV, enquanto a zircônia HT apresentou maior uniformidade dos grãos na superfície. Todas as cerâmicas apresentaram composições químicas semelhantes, diferindo principalmente na quantidade de ítria, que foi maior com o aumento da translucidez do material; nos resultados de DRX, a quantidade de fase cúbica também foi maior com o aumento da translucidez (XT > ST > HT). XT e HT apresentaram os maiores valores de dureza e quanto à tenacidade à fratura, HT difere de ST e XT, que foram semelhantes. Em relação à resistência à fadiga e probabilidade de sobrevivência, XT (0,7 mm e 1,2 mm) apresentou o pior desempenho mecânico (resistência à flexão biaxial à fadiga e ciclos até a falha), enquanto HT e ST apresentaram valores estatisticamente semelhantes e superiores à XT, mesmo em espessuras finas (0,7 mm) e espessura convencional (1,2 mm). A zircônia super translúcida (ST) apresenta comportamento de fadiga semelhante à zircônia altamente translúcida HT, que já possui um excelente reconhecimento na literatura. Cerâmicas de extra translucidez (XT) ainda precisam evoluir no processamento. Mudanças na microestrutura das cerâmicas de zircônia translúcida e na quantidade de ítria diminuíram as propriedades mecânicas

Palavras-chave: Cerâmica dentária. Tensão mecânica. Resistência do material. Translucidez. Teste de fadiga acelerada Step-Stress. Probabilidade de sobrevivência.

Calvache ALV. Microstructural characterization and fatigue strength of high, super and extra translucent zirconia ceramics [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2021.

ABSTRACT

The aim of this study was to characterize the microstructure of Yttria partially stabilized zirconia ceramics with different levels of translucency and to evaluate the effect on the hardness, fracture toughness and biaxial flexural strength (monotonic and fatigue). Disc-shaped specimens were obtained from high translucency (Vita YZ HT), super translucency (Vita YZ ST) and extra translucency zirconia ceramics (Vita YZ XT), following ISO 6872/2015 guidelines for biaxial flexural strength testing (final dimensions of 12 mm in diameter, 0.7 and 1.2 ± 0.1 mm in thickness). For characterization, X-ray diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and energy dispersion spectroscopy (EDS) analyzes were performed and for mechanical properties, Vickers hardness, fracture toughness and biaxial flexural strength (monotonic and fatigue). The ST and XT zirconia showed surface defects under SEM analysis, while HT zirconia exhibited greater grain uniformity on the surface. All ceramics showed similar chemical compositions, differing mainly in the amount of yttria, which was higher as the translucency of the material increased; and in XRD the amount of cubic phase was also greater with the increased translucency (XT > ST > HT). XT and HT present the highest hardness values and about the fracture toughness, HT differs from ST and XT, which were similar. Regarding the fatigue strength and survival probability, XT (0.7 mm and 1.2 mm) showed the worst mechanical performance (fatigue biaxial flexural strength and cycles until failure), while HT and ST presented statistically similar values and higher than XT, even between thin (0.7 mm) and conventional thickness (1.2 mm). Super translucent zirconia (ST) has similar fatigue behavior than high-translucent zirconia HT, which already has an excellent recognition in the literature. Extra (XT) translucency ceramics still need to evolve in processing. Changes in the microstructure of translucent zirconia ceramics and the amount of yttria have reduced the mechanical properties.

Keywords: Dental ceramics. Mechanical stress. Material resistance. Translucency. Step-stress accelerated fatigue test. Survival probability.

1 INTRODUÇÃO

A zircônia é um material cerâmico de ampla utilização na odontologia devido às boas propriedades mecânicas, estéticas e biológicas. Sua principal propriedade mecânica é a tenacidade à fratura por transformação de fase (*transformation toughening*) (Özkurt-Kayahan, 2016). A zircônia é um material polimórfico apresentado em três fases cristalinas: monoclinica (temperatura ambiente até 1700 °C), tetragonal (entre 1700 °C e 2370 °C) e cúbica (acima de 2370 °C até a fusão) (Piconi, Maccauro, 1999). A transformação de fase tetragonal para monoclinica está associada a uma expansão de volume de aproximadamente 3-4% que induz tensões de compressão opostas à abertura de trincas e age aumentando a resistência à propagação de trincas (Garvie et al., 1975; Özkurt-Kayahan, 2016). O óxido de ítrio (Y_2O_3) é o estabilizador mais eficaz para oferecer uma combinação de alta resistência e dureza para manter a zircônia em sua fase tetragonal (Piconi, Maccauro, 1999; Zhang et al., 2013).

Nos últimos anos, as zircônias translúcidas foram criadas para resolver a deficiência óptica da zircônia convencional. A aparência opaca da zircônia é o resultado da interação do tamanho do grão (aproximadamente 0,4 μm) com o comprimento de onda da luz entre 0,1 e 0,7 μm , e da incompatibilidade do índice de refração do grão em diferentes fases (monoclinica, cúbica e tetragonal). Esses fatores fazem com que a luz seja espalhada em vez de transmitida através do material (Ghodsi, Jafarian, 2018; Heffernan et al., 2002; Vagkopoulou et al., 2009).

As zircônias translúcidas possuem menores tamanhos de grãos e os índices de refração desses grãos e da matriz cristalina são mais próximos (Zhang, 2014), o que pode levar a níveis de translucidez próximos a de cerâmicas vítreas. Além de isso, é incorporada a zircônia uma maior quantidade de ítria (óxido estabilizador) e por consequência há maior formação de fase cúbica. Porém, com o aumento de translucidez, as mudanças na microestrutura e composição, podem afetar as propriedades mecânicas dos materiais (Ghodsi, Jafarian, 2018). Por exemplo, a tenacidade à fratura da zircônia, se os grãos foram menores que 0,2 μm a transformação de fase pode não ocorrer, que levaria a diminuição dessa propriedade (Denry, Kelly, 2008).

Em relação ao conteúdo de zircônia translúcida, a literatura refere-se à zircônia de alta translucidez - 3Y-TZP, que apresenta maior resistência à fadiga em comparação com cerâmicas feldspáticas, cerâmicas infiltradas com polímero, silicato e dissilicato de lítio (Nishioka et al., 2018). Recentemente, novas cerâmicas de zircônia, ainda mais translúcidas, estão sendo produzidas, como a 4Y-PSZ e a 5Y-PSZ, denominadas super, extra ou ultra-translúcida. Sabe-se que os menores grãos podem ter benefícios para a resistência e resistência ao envelhecimento, e o envidraçamento não é necessário, podendo prejudicar a resistência para a zircônia dental super translúcida (Lai et al., 2017).

A fratura clínica de materiais cerâmicos geralmente ocorre quando estão sob cargas muito abaixo de sua resistência à fratura devido à corrosão / degradação por fadiga por meio de crescimento lento de trincas ou mecanismos de fadiga cíclica (Scherrer et al., 2017; Suresh, 1998). Clinicamente, a espessura da restauração influencia tanto a translucidez quanto a resistência. Embora os cálculos de resistência à flexão biaxial levem em consideração a espessura do material, as restaurações de cerâmica são mais propensas a danos à flexão, especialmente para materiais de baixa resistência com pequenas espessuras (Kelly et al., 2010; Zhang et al., 2013).

Por outro lado, a espessura da restauração influencia tanto em sua translucidez como em sua resistência. Assim, nas zircônias monolíticas podem ser consideradas espessuras entre 0,5 mm a 0,75 mm na área clínica, para ter um bom desempenho mecânico e estético, pois 0,5 mm é a espessura mínima para manter a resistência à flexão durante as forças mastigatórias, e 0,75 mm é a espessura indicada para zircônias tradicionais (Vichi et al., 2016, 2014). No tanto essa espessura pode ser aumentada entre 0,5 mm a 1,0 mm nas zircônias de maior translucidez, para assim mesmo fornecer as boas propriedades mecânicas e estéticas (Vichi et al., 2016).

Apesar da literatura ser vasta sobre o comportamento da zircônia convencional, toda alteração da microestrutura para aumentar a translucidez pode alterar suas propriedades. Os materiais novos trazem à pesquisa a necessidade de conhecer suas propriedades, microestrutura e comportamento sob fadiga. Com a caracterização da microestrutura teremos uma compreensão melhor das propriedades e dos mecanismos de fadiga que irão predizer o comportamento desses materiais em serviço clínico.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Histórico da zircônia

A zircônia, o dióxido de metal (ZrO), foi identificada em 1789 pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth, no produto de reação obtido após o aquecimento de algumas gemas, e foi usado por muito tempo misturado com óxidos de terras raras como pigmento para cerâmica.

O uso da zircônia foi considerado, como um biomaterial cerâmico, por sua boa estabilidade química e dimensional, resistência mecânica e tenacidade, e por apresentar um módulo de Young similar das ligas de aço inoxidável.

No começo do desenvolvimento das pesquisas, foram focados a cerâmica de zircônia com ítria, por apresentar em sua microestrutura grão finos conhecidas como policristais de zircônia tetragonal (TZP) (Piconi, Maccauro, 1999).

2.2 Mecanismo de tenacificação

A zircônia é uma cerâmica metaestável que tem 3 fases cristalinas de acordo à temperatura: monoclinica (temperatura ambiente até $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$), tetragonal (entre $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $2370\text{ }^{\circ}\text{C}$) e cúbica (acima de $2370\text{ }^{\circ}\text{C}$ até a fusão) (Piconi, Maccauro, 1999). A zircônia metastável em sua fase tetragonal, durante o resfriamento, sofre uma transformação para a fase de zircônia monoclinica estável ($t \rightarrow m$), a qual é a propriedade que faz que a zircônia tenha uma melhor resistência à fratura (Kwon et al., 2018). Durante a transformação de fase, ocorre uma expansão de volume de 3-4% aproximadamente, que faz aumentar a resistência à propagação da trinca, já que essa expansão induz tensões de compressão opostas à abertura delas mesmas. Assim, existe um estabilizador, como é o óxido de ítrio (Y_2O_3), que mantém a zircônia em sua fase tetragonal fazendo que ela tenha uma alta resistência à fratura e dureza, (Özkurt-Kayahan, 2016; Piconi, Maccauro, 1999).

2.3 Propriedades mecânicas

As cerâmicas odontológicas apresentam certas propriedades mecânicas, onde na literatura encontra-se uma correlação fraca dessas propriedades com o desempenho clínico (Bonfante, Coelho, 2016).

O módulo de elasticidade é uma dessas propriedades, no qual está hipotetizado que o módulo mais alto de alumina (360 GPa) em relação ao Y-TZP (200 GPa) levaria a campos de tração reduzidos, especialmente na superfície do entalhe (Kim et al., 2007).

Quanto a dureza que é uma propriedade que está relacionada com a rigidez e resistência mecânica de um material; pode-se esperar que essa resistência à deformação plástica melhore o comportamento clínico desse material, uma vez as falhas superficiais sejam o local de início da fratura. Os modos de falha entre a alumina e Y-TZP podem ser bem diferentes devido às propriedades de tenacificação de transformação de Y-TZP, que se refletem em raras fraturas de subestrutura em comparação com alumina, apesar de que a dureza e as taxas de falha sejam semelhantes entre a alumina e a Y-TZP (Bonfante, Coelho, 2016b).

A tenacidade à fratura relaciona a resistência de um material ao crescimento de trincas, por tanto seria de se esperar que cerâmicas com maior tenacidade se correlacionassem bem com maior resistência. Embora os materiais frágeis mostrem uma relação linear entre resistência e tenacidade de acordo com a teoria da mecânica da fratura, foi demonstrado para uma porcelana dentária que a correlação entre resistência e tenacidade ocorreu apenas até um limiar em que o aumento na tenacidade foi seguido por uma diminuição da força (Cesar et al., 2006).

2.4 Gerações da zircônia estabilizada com ítrio

Pesquisas tem se concentrado no melhoramento das zircônias estabilizadas com ítrio, o que levou a um resultando de três gerações desses materiais. Dentro da primeira geração se encontram as 3Y-TZPs a quais contem um 0,25% em peso de alumina (Al_2O_3) que é o auxiliar de sinterização; essas zircônias apresentam uma alta resistência, já que exibem resistências superiores a 1 GPa em flexão, alta tenacidade

e propriedades mecânicas aprimoradas. Porém, apresentam alta opacidade (característica esbranquiçada), causada pela birrefringência inerente das fases de zircônia não-cúbica, resultando em dispersão de luz dos contornos dos grãos, poros e inclusões de aditivos. Essas zircônias foram indicadas para estruturas para coroas revestidas por porcelana e próteses dentárias fixas, tanto na região posterior com na região anterior (Christensen, 2009; Zhang, Lawn, 2018).

Na segunda geração, o processamento de 3Y-TZPs foi refinado em grande parte reduzindo drasticamente a concentração do aditivo de alumina e eliminando a porosidade por sinterização em altas temperaturas, melhorando um pouco sua translucidez (Tong et al., 2016). Apesar de ser indicadas para restaurações monolíticas posteriores, essas zircônias de segunda geração ainda não eram o suficientemente estéticas para seu uso na região anterior, apenas iniciando o caminho para melhoras no futuro (Zhang, Lawn, 2018).

Na terceira geração foram incluídas as zircônias monolíticas desenvolvidas para incluir alguma fase transparente para reduzir a opacidade no produto final. Isso foi devido ao aumento de ítrio (óxido estabilizador) para realizar zircônias parcialmente estabilizadas, 4% mol (4Y-PSZ) ou 5% mol (5Y-PSZ), com quantidades aumentadas de fase C não-refringente. A translucidez foi notavelmente melhorada, porém a resistência e a tenacidade diminuíram, já que a zircônia cúbica não sofre transformação induzida por estresse (Zhang et al., 2016). As zircônias mais translúcidas, 5Y-PSZ foram indicados para amplo uso como coroas anteriores e em próteses dentárias fixas. Já para aplicações em restaurações minimamente invasivas, como revestidas, inlays e onlays, ainda precisam ser estudadas (Christensen, 2009; Zhang, Lawn, 2018).

2.5 Zircônias translúcidas

Para melhorar as propriedades ópticas das zircônias tradicionais, tem se introduzido no mercado diferentes tipos de zircônias translúcidas, sendo uma alternativa muito atraente de tratamento pela demanda estética que se apresenta (Johansson et al., 2014). Tem se feito vários estudos que fornecem dados desses

diferentes tipos de zircônias translúcidas para ampliar a informação de suas propriedades mecânicas e ópticas.

Uma delas é a zircônia de alta translucidez- 3Y-TZP (HT). A maioria de seus estudos avaliam suas propriedades mecânicas e de translucidez, comparando-as com outros tipos de cerâmicas. Assim, na comparação de Johansson et al., as coroas de zircônia de alta translucidez apresentaram uma maior resistência à fratura do que as coroas monolíticas vítreas de dissilicato de lítio (Johansson et al., 2014). Quanto a translucidez, ela é significativamente mais translúcida do que a zircônia convencional, mas é significativamente menos translúcida do que o dissilicato de lítio convencional (Harianawala et al., 2014). Sendo assim, indicadas em restaurações de dentes anteriores e posteriores para coroas individuais e próteses fixas de até 14 elementos (VITA).

Existem ainda as zircônias de maior translucidez, 4Y-TZP e 5Y-TZP denominadas extra (XT) e super (ST) translúcida respectivamente, as quais estão indicadas para restaurações de dentes anteriores e posteriores monolíticos ou parcialmente recobertos com porcelanas (VITA). Entretanto, poucos estudos que avaliem essas novas zircônias são encontrados na literatura neste momento. Lai et al. (2017) afirmaram que a moagem em pequenos grãos é benéfica para a resistência mecânica e a resistência ao envelhecimento da zircônia ST e que a vitrificação (*glaze*) não é necessária, pois pode prejudicar sua resistência (Lai et al., 2017).

Por outro lado, existem zircônias multicamada, da terceira geração 5Y-TZP como Katana (Kuraray Noritake, Japão), que foram desenvolvidas em fevereiro do ano 2015, para imitar o gradiente de tonalidade dos dentes naturais (área incisal mais translúcida; região cervical tem mais croma e opacidade). Elas são classificadas em três classes de zircônia: zircônia ultra translúcida em multicamadas (UTML), zircônia super translúcida em multicamadas (STML) e zircônia em multicamadas (ML). Essas três cerâmicas, podem cobrir todas as aplicações restauradoras monolíticas, segundo o fabricante (Harada et al., 2016; Ueda et al., 2015). Kolakarnprasert et al. (2019), demonstraram que cada tipo desses cerâmicas produz gradientes de sombra notavelmente naturais, já que as camadas diferem apenas em tipos e conteúdos de pigmentos; e que STML e UTML, apresentam translucidez semelhante, apesar da diferença significativa de sua composição (Kolakarnprasert et al., 2019). Por outro lado, Kwon et al. (2018), apresentaram que a UTML tem resistência à flexão

significativamente maior do que o dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent), mas tem uma translucidez significativamente menor em comparação à essa cerâmica (Kwon et al., 2018).

Várias marcas de zircônias monolíticas têm sido estudadas para avaliar sua alta translucidez e propriedades mecânicas, pois foram introduzidas para obter restaurações para a melhora dessas propriedades. Um estudo recente, avaliou três marcas diferentes: da terceira geração 5Y-TZP foram avaliadas a Multicamada Ceramill Zolid FX (CZF) e a Prettau Anterior (PA), da segunda geração 3Y-TZP a Zenostar T (ZP), onde concluiu-se que as propriedades de cada zircônia monolítica dependem do material, pois os materiais de zircônia monolítica totalmente estabilizados, como CZF e PA, são mais translúcidos do que as zircônias parcialmente estabilizadas, como é ZT. No entanto, ZT apresentou maior resistência à flexão e resistência à fratura em comparação com as outras, mas CZF revelou maior dureza (Elsaka, 2019).

2.6 Resistência à fratura e resistência à fadiga

Tem-se mostrado uma resistência à fratura semelhante das zircônias translucidas em comparação às zircônias tradicionais (Vichi et al., 2016). Comparações feitas num estudo de coroas monolíticas de alta translucidez de Y-TZP, coroas de Y-TZP revestidas em porcelana, e coroas monolíticas de dissilicato de lítio; mostraram que a resistência à fratura foi consideravelmente maior nas coroas monolíticas de alta translucidez de Y-TZP (Johansson et al., 2014).

Segundo Ghodsi et al. (2018), a resistência das zircônias depende da marca comercial (Ghodsi, Jafarian, 2018). Um estudo avaliou 3 marcas, de diferentes fabricantes, de zircônias semitranslucidas (Bruxzir (Glidewell Laboratories), Katana (Kuraray Noritake Dental Inc.), Zirlux (Henry Schein) e Zenostar (Ivoclar Vivadent Inc)). O desempenho clínico de 5 anos, a taxa de fratura segundo a localização da restauração (região anterior e posterior), de restaurações simples e de múltiplos elementos. Concluíram que tem maior taxa de fratura na zona anterior do que na zona posterior, e que também tem uma maior taxa de fratura em restaurações multi

unidades do que na unidade única (Sulaiman et al., 2016). Apesar disso, segundo outro estudo, não recomenda-se 5Y-TZP para uma restauração de mais de 3 unidades em regiões posteriores, pois ao aumentar a fase cúbica para melhorar a translucidez, tem-se impacto negativo na resistência da cerâmica (Kwon et al., 2018). Por outro lado, a zircônia ultra translúcida pode ser mais conservadora em comparação às cerâmicas vítreas, já que tem vantagem de ter uma espessura mínima de 0,1 a 0,3mm para facetas (Carpena, Ballarin, 2015; Ghodsi, Jafarian, 2018).

Ao se testar a vida útil (*lifetime*) dos materiais cerâmicos, leva-se uma grande quantidade de tempo para chegar à falha desse material por sua longa duração, porém diferentes testes de vida acelerada foram desenvolvidos para analisar a vida útil de materiais cerâmicos de uma forma mais rápida. Nesses testes, além de fornecer informações rápidas sobre a distribuição de vida útil das cerâmicas testadas, as amostras analisadas, são submetidas a estresses maiores encontrados durante a mastigação, mas inferiores ao teste rápido de fratura, diminuindo a duração do teste. Assim, a falha é idealmente acelerada sem adicionar novos tipos de falhas que não aconteceriam em condições clínicas normais. Tudo isso, para realizar um teste mais rápido e econômico do que fazer um teste em condições usuais (Borba et al., 2013a; Nelson, 1980).

Os testes de vida acelerados, podem ser usados quando um elevado número de ciclos inviabiliza testes de resistência à fadiga para um grande número de amostras ou variáveis durante o teste, não sendo possível sua aplicação em estudos laboratoriais. Assim existem diferentes ensaios de vida acelerados para esses casos, como *stepstress*, *stair case* ou *stepwise* (Anami et al., 2016; Bonfante, Coelho, 2016a; Coelho et al., 2009).

O teste de vida acelerada *step-stress*, o qual é usado em materiais dentários, como as cerâmicas, para avaliar os modos de confiabilidade e falha do material. Esse teste usa diferentes perfis de tensão e personaliza a amplitude de tensão à força de cada amostra, permitindo que a falha ocorra rapidamente. Neste teste, a amostra é submetida a tensões variáveis no tempo, o seja que a magnitude da carga muda após um período de tempo na mesma amostra, até que ocorra falha ou o teste seja suspenso (Borba et al., 2013a; Nelson, 1980). No método de *stair case* as amostras são testadas individualmente por um pré-determinado número de ciclos com cargas que vão variar segundo a sobrevivência ou fratura da amostra anterior, aumentando

ou diminuindo essa carga (Sheng-Kuei Lin, Yung-Li Lee, 2001). No teste de *stepwise*, o qual em alguns estudos é citado como “*stepstress*”, é uma simulação clínica por meio de carregamento com incrementos crescentes de carga até um número pré-determinado de ciclos ou até falha do material (Anami et al., 2016; Fennis, 2004). Todos esses testes são aplicáveis dependendo da situação que se deseje testar, tendo em conta que se devem levar em consideração alguns aspectos durante seu delineamento para avaliar o desempenho dos materiais e assim ter resultados clinicamente relevantes, como são: o diâmetro e o material utilizado no aplicador de carga, a variação de carga e os intervalos para teste, a escolha do meio para armazenagem e testes, também como o substrato para cimentação a escolha do agente cimentante em testes de espécimes cimentados (Kelly et al., 2010, 2017).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi caracterizar a microestrutura de cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizada com ítria com diferentes níveis de translucidez, e avaliar o efeito na dureza, tenacidade à fratura e resistência à flexão biaxial (ensaio com carga monotônica e resistência à fadiga).

Objetivos específicos em relação às cerâmicas.

- a. Caracterizar a microestrutura das novas zircônias de alta, super e extra translucidez;
- b. Analisar a dureza superficial, tenacidade à fratura e a resistência à fadiga das novas zircônias de alta, super e extra translucidez;

As hipóteses testadas neste estudo foram:

H₀. Nas zircônias de alta, super e extra translucidez serão observadas microestruturas semelhantes, que irão refletir em propriedades semelhantes, bem como comportamento sob fadiga similares.

H₁. Nas zircônias de alta, super e extra translucidez serão observadas microestruturas diferentes umas das outras, em que as com maiores níveis de translucidez (super e extra) irão mostrar propriedades mecânicas inferiores e um comportamento à fadiga inferior à zircônia de alta translucidez.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Confeção dos espécimes

Os blocos cerâmicos de zircônia de alta translucidez (Vita YZ HT, Vita Zahnfabrik Alemanha), super translucidez (Vita YZ ST, Vita Zahnfabrik) e extra translucidez (Vita YZ XT, Vita Zahnfabrik) foram usinados na forma pré-sinterizada, através do desgaste das laterais até a obtenção de um cilindro de 15 mm de diâmetro. Uma das extremidades do bloco foi fixada à uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, Illinois, EUA), para execução das secções. A primeira secção (aproximadamente 0,5 mm) foi descartada a fim de regularizar a superfície do cilindro. Então, secções circulares de 1,65 mm ou 1mm de espessura foram obtidas pelo corte com disco diamantado sob refrigeração. Os discos foram regularizados em lixas d'água granulação #1200, para remoção de irregularidades periféricas inerentes ao corte.

Quadro 1 – Ciclo de sinterização dos materiais utilizados no estudo

Material	T inicial (°C)	°C/min	T1 (°C)	Tempo T1 (min)
YZ HT	25	17	1450	120
YZ ST	25	8	1530	120
YZ XT	25	4	1450	120

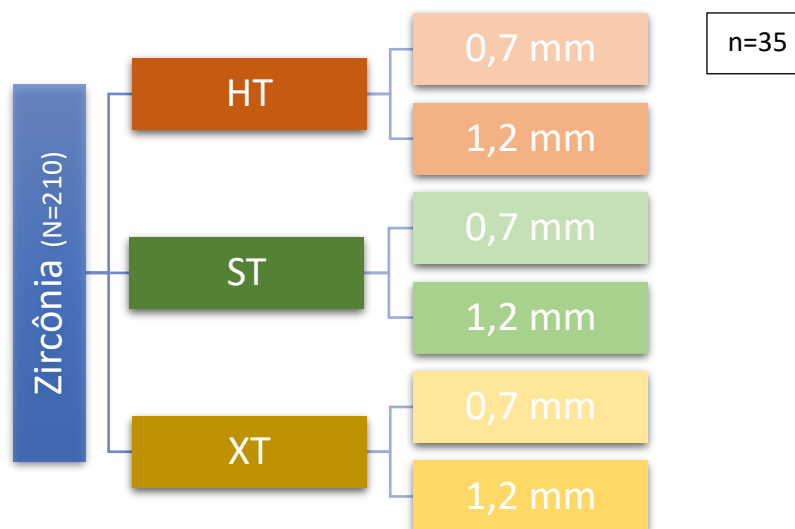
Legenda: O quadro apresenta a temperatura inicial, taxa de aquecimento, temperatura de sinterização e tempo na temperatura máxima, respectivamente.

Fonte: Elaborado pelo autor.

O estudo foi subdividido em duas etapas, a primeira etapa de caracterização microestrutural e a segunda parte será composta das análises de propriedades mecânicas e o comportamento das cerâmicas sob fadiga.

A distribuição dos espécimes do estudo está descrita na figura 1.

Figura 1 – Fluxograma de distribuição dos espécimes nos grupos de estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Caracterização microestrutural

4.2.1 Microscopia eletrônica de varredura

Espécimes representativos foram analisados quanto a sua morfologia superficial e características dos grãos de zircônia, e para isso foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV, Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca). Também foi realizada uma análise química por EDS (espectroscopia por dispersão de energia) acoplada ao MEV, para identificação dos microconstituintes químicos superficiais.

4.2.2 Difração de raios-X

Espécimes representativos foram analisados por difratometria de raios-X (DRX; Philips X'pert PRO MRD, Almelo, Holanda) para identificação do padrão de

cristalização das zircônias as quais foram quantificada pelo método de Rietveld. O refinamento de Rietveld das difratometrias foi realizado com o programa General Structure Analysis System (GSAS) / EXPGUI (uma interface gráfica para o pacote Los Alamos GSAS) seguindo as equações propostas por Rietveld (1969) (Rietveld, 1969). O parâmetro de refinamento utilizado foi um polinomial, a função em que o pico foi ajustado foi o pseudo-Voigt onde o componente Lorentziano referente ao tamanho do cristalito foi refinado (Cividanes et al., 2010).

Foi utilizado o difratômetro de Raios X (EMPYREAN - PANalytical), equipado com $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5418$), operando a 40 kV e 40 mA, no intervalo de $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$, $\Delta\theta = 0,02^\circ$ e tempo por $\Delta\theta$ de 30 segundos. Essa análise foi realizada no Laboratório de Plasmas e Processos (LPP) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).

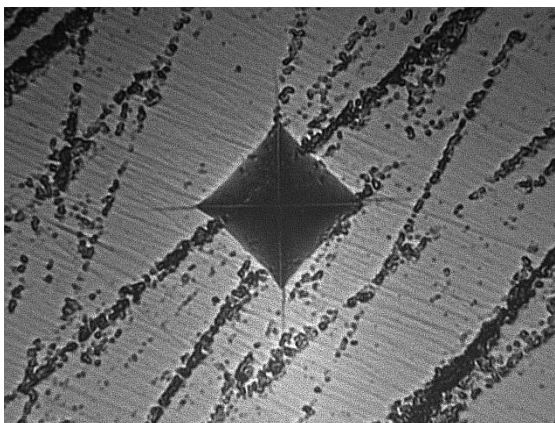
Os dados de DRX foram avaliados mediante a identificação das fases cristalinas após comparação dos espectros experimentais com espectros de difração padrões do banco de dados JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) e ICSD (*Inorganic Crystal Structure*). O software HighScore (Philips X'pert PANalytical, Almelo, Holanda) auxiliou com as atribuições dos espectros.

4.3 Propriedades mecânicas

4.3.1 Dureza Vickers

As amostras ($n=8$) foram indentadas com uma ponta de diamante Vickers no centro de cada disco com uma carga de 9,8 N por 10 segundos. A seguir, no microscópio acoplado ao durômetro (20x), foram medidas as diagonais da marcação, como se mostra na figura 2

Figura 2 – Indentação da amostra com uma ponta de diamante Vickers com as diagonais da marcação



Fonte: Elaborado pelo autor.

A dureza Vickers (HV) foi calculada pela seguinte equação:

$$HV = \frac{1,8544P}{d^2}$$

Onde P é a carga e d é a média das medidas das diagonais da endentação.

4.3.2 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura foi determinada pela técnica de indentação (Marshall, Lawn, 1976), em que cinco espécimes ($n=10$) tiveram uma face polida com uma sequência de pastas diamantadas de 15 até 1 μm . Essas faces polidas foram indentadas com uma ponta Vickers (HVM-G21, Shimadzu, Kyoto, Japão) com uma carga de 19,61 N por 12 segundos (Nemli et al., 2012).

A tenacidade à fratura K_{Ic} das amostras (em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) foi estimada a partir da medição das trincas radiais formadas por indentação, usando a seguinte equação proposta por Anstis et al. (1981) (Anstis, 1981):

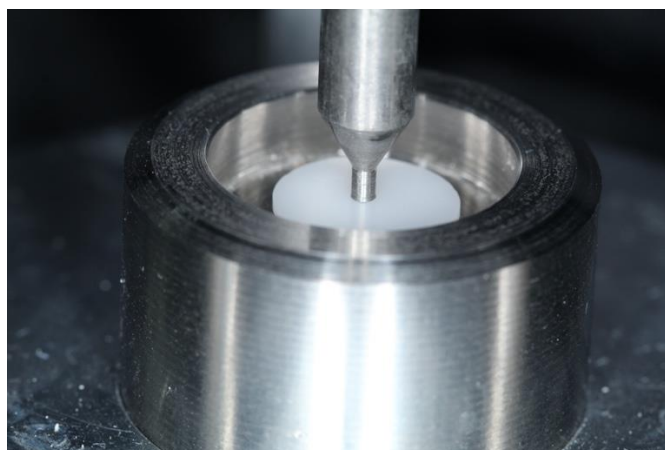
$$K_{Ic} = k \left(\frac{E}{H} \right) \times \frac{P}{c^{3/2}}$$

Onde E é o módulo de elasticidade, P é a carga aplicada (em N), H é a dureza de Vickers, a é o comprimento médio da diagonal da indentação média (em m), c é o comprimento médio da trinca radial medido a partir do centro da indentação (em m) e k é uma constante igual a 0,016. Os valores usados para E foram de 210 GPa para os três tipos de zircônias translúcidas, segundo o fabricante.

4.3.3 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Para determinação da resistência à flexão, o espécime (n=5) foi posicionado em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872:2015). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio universal (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil) e a carga foi aplicada (Figura 3). Durante o teste de flexão biaxial a amostra foi recoberta com uma fita do lado de compressão para manter os fragmentos da fratura em posição.

Figura 3 – Espécime submetido ao ensaio de resistência à flexão biaxial



Fonte: Elaborado pelo autor.

O cálculo de resistência à flexão biaxial (σ) (MPa) dos discos foi obtido de acordo com a descrição da norma ISO 6872:2015:

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

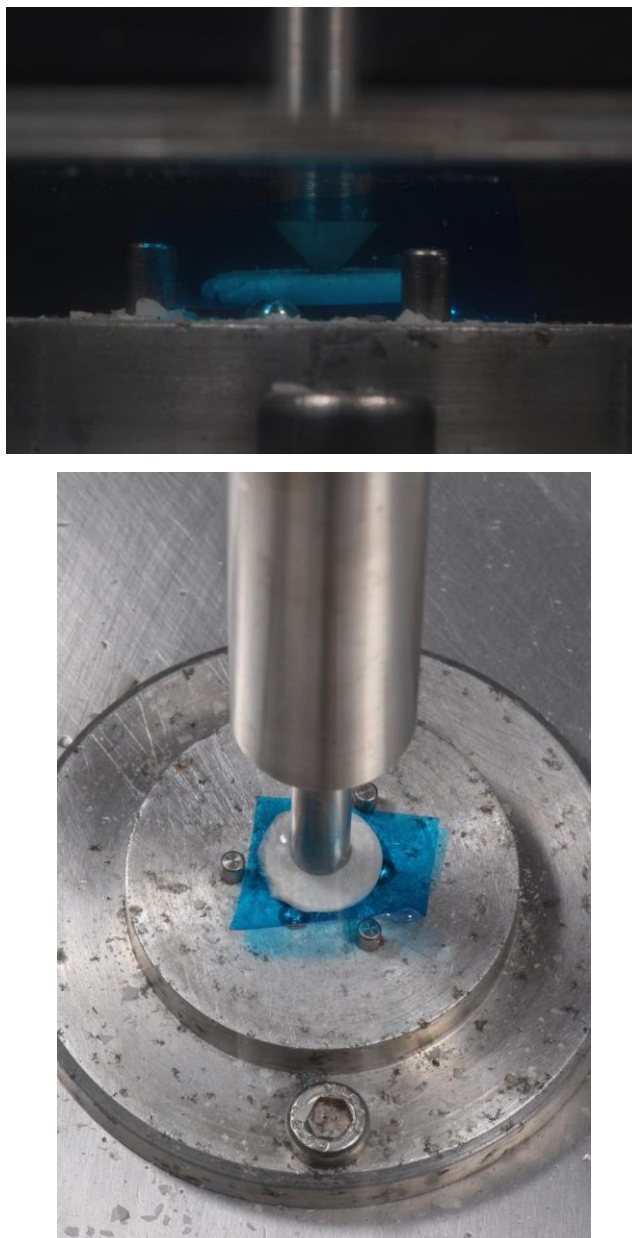
Onde P é a carga em N, X e Y são parâmetros relacionados às propriedades elásticas do material (Razão de Poisson em Módulo Elástico) e b é a espessura do espécime na origem da fratura em mm.

Os valores de resistência à flexão biaxial com carga monotônica foram determinantes na definição dos perfis de fadiga (carga aplicada).

4.3.4 Teste de fadiga *step-stress*

Os espécimes de cada grupo (n=15) foram submetidos a um teste de resistência à fadiga em flexão biaxial em uma máquina eletrodinâmica (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, EUA) com forma de onda senoidal (Figura 4). O método de fadiga por *step-stress* foi realizado com uma frequência de 20 Hz considerando sempre uma tensão mínima de 10 MPa e a tensão máxima desejada para cada etapa de cada ciclo. Todo o ensaio foi realizado de acordo com a ISO 6872 (2015) para o teste de resistência à flexão biaxial.

Figura 4 - Espécime submetido a teste de resistência à fadiga



Fonte: Elaborado pelo autor.

Cada espécime foi submetido a etapas incrementais de tensão sob um número pré-determinado de ciclos, inicialmente 5000 ciclos abaixo de 100 MPa (tensão máxima aplicada nesta etapa) foram realizados para acomodar a relação pistão/espécime e, em seguida, etapas incrementais adicionais de 50 MPa a cada 10.000 ciclos foram aplicadas, a partir de 100 MPa e até a falha catastrófica (fratura) do espécime. A etapa de falha (resistência em MPa) e o número de ciclos necessários para a falha foram registrados para cada amostra testada. Vale ressaltar que as equações apresentadas na ISO 6872 (2015) foram usadas para determinar a

quantidade de carga necessária para aplicar a tensão desejada para cada amostra em cada etapa (ou seja, tensão máxima aplicada em cada etapa).

4.3.5 Análise fractográfica

Todos os espécimes fraturados foram avaliados em estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) para observação das características da fratura. Em alguns casos, uma caneta verde de ponta de feltro foi utilizada para colorir os espécimes e destacar as marcas de fratura. Espécimes representativos de cada grupo foram analisados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV; Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca).

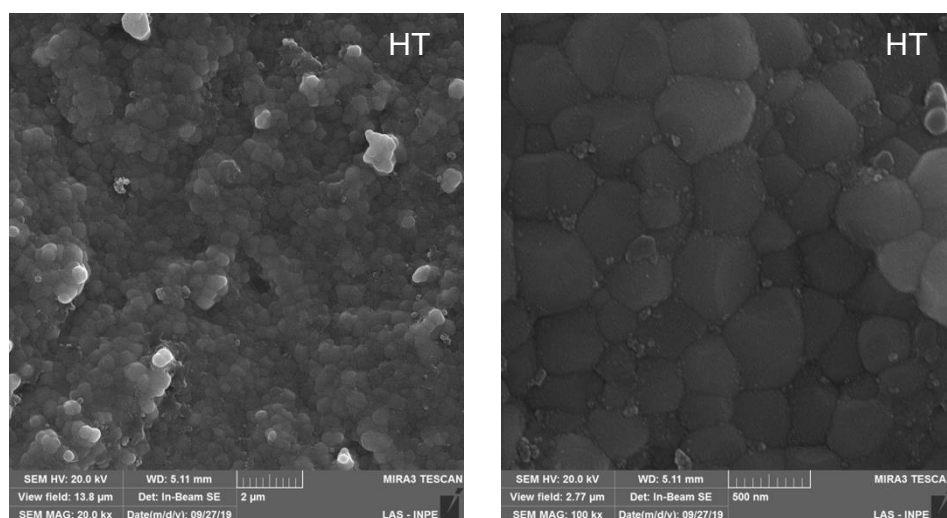
5 RESULTADO

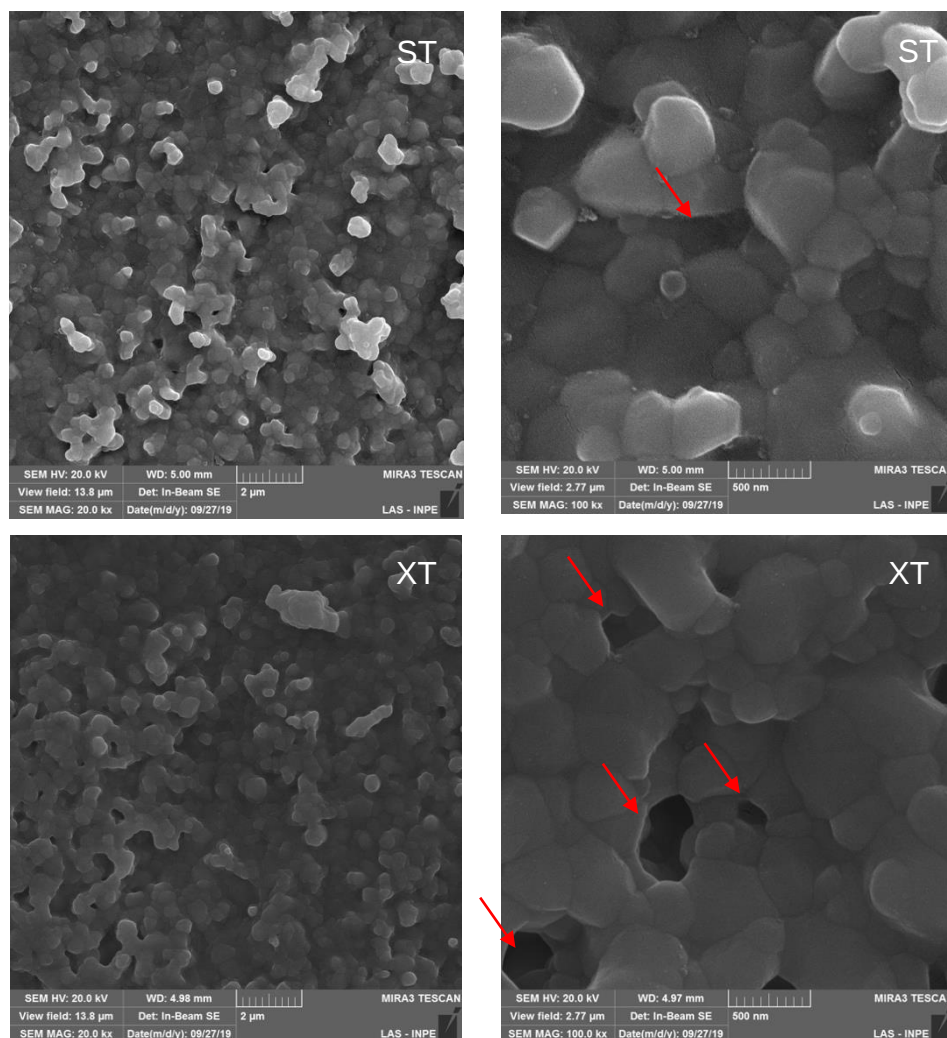
5.1 Caracterização microestrutural

5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura e EDS

As imagens de MEV-FEG estão apresentadas na Figura 5, mostrando que as microestruturas são ligeiramente diferentes. Foi possível observar que a zircônia HT apresenta superfície com menos defeitos e um aspecto de maior compactação dos grãos superficiais, enquanto as zircônias ST e XT possuem mais poros/defeitos na superfície, refletindo menor uniformidade.

Figura 5 – Micrografias das Cerâmicas HT, ST e XT





Legenda: A coluna da esquerda mostra imagens com magnificação de 20.000x e a coluna da direita de 100.000x. Setas vermelhas indicam poros.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para complementar a análise de MEV, as amostras foram observadas com o EDS para a determinação da composição química. Quanto mais translúcida a zircônia, maior foi o conteúdo de óxido de ítrio observado (Tabela 1).

Tabela 1 – Quantificação do óxido de Zircônio e ítrio em massa (%) presentes nas zircônias estudadas com EDS

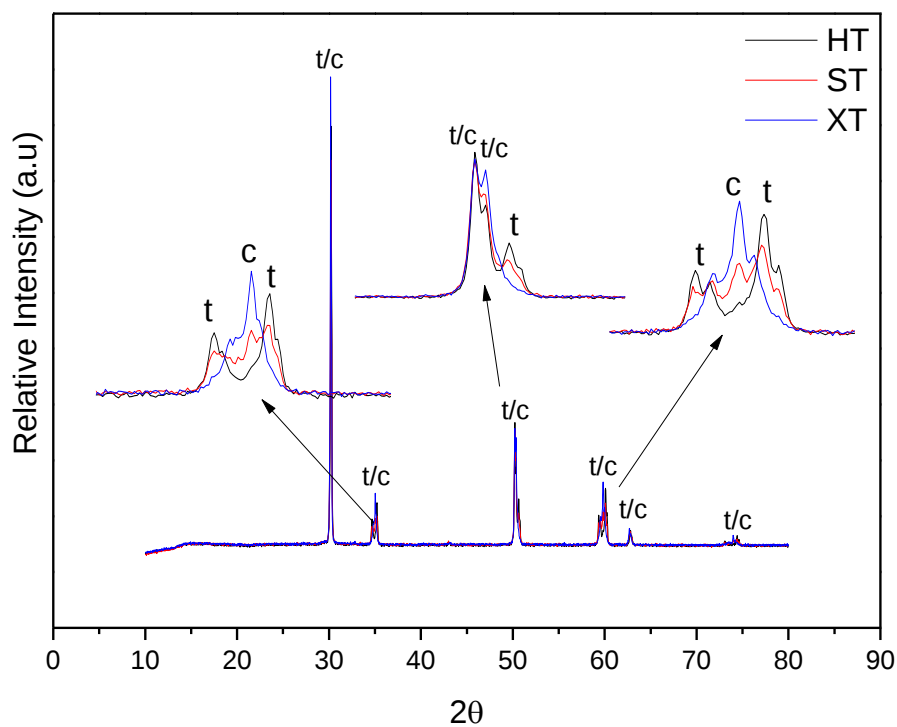
	Zr	Y
HT	62,73 %	8,03 %
ST	61,95 %	10,13 %
XT	58,30 %	12,36 %

Legenda: Zr= Zircônio e Y=Ítrio.
 Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.2 Difração de raios-X

Os espectros de DRX e a quantificação das fases cristalinas analisadas pelo método de Rietveld estão apresentados na Figura 6 e na Tabela 2, respectivamente. É possível analisar que as zircônias mais translúcidas possuem maiores quantidades de fase cúbica, e conseqüentemente menor quantidade de fase tetragonal.

Figura 6 – Espectros de DRX das zircônias estudadas. A letra t indica os picos da fase tetragonal e letra c os picos de fase cúbica



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 2 – Quantificação das fases Tetragonal e Cúbica segundo a análise de Rietveld

Material	Tetragonal (%)	Cúbica (%)
HT	77 ± 4	23 ± 2
ST	57 ± 3	43 ± 3
XT	46 ± 3	54 ± 3

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Propriedades mecânicas

5.2.1 Dureza Vickers e tenacidade à fratura

Os valores de dureza Vickers obtidos foram submetidos ao teste ANOVA 1-fator (95%) e Teste de Tukey. Os materiais mostraram diferenças estatisticamente significantes ($p=0,0001$). A zircônia XT possui o maior valor de dureza, enquanto a ST mostrou o menor valor (Tabela 3).

Os dados de tenacidade à fratura foram submetidos à ANOVA 1-fator e teste de Tukey (95%). As três cerâmicas mostraram diferenças estatisticamente significantes ($p=0,0005$). HT é mais resistente que ST e XT, que são semelhantes. Os valores de média e desvio-padrão dos grupos estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Média e desvio-padrão dos valores de Dureza Vickers e Tenacidade à fratura dos materiais estudados

Material	Média (HV)	Tenacidade à Fratura (MPa.mm ^{1/2})
HT	1421,5 ± 109,7 ^{AB}	5,66 ± 0,56 ^A
ST	1314,6 ± 80,1 ^A	4,44 ± 0,58 ^B
XT	1529,8 ± 152,6 ^B	4,29 ± 0,38 ^B

Legenda: Letras diferentes representam diferenças estatisticamente significantes
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.2 Resistência à flexão biaxial

Os valores de resistência à flexão biaxial estão apresentados na Tabela 4. Foi realizado ANOVA 2-fatores (Material x espessura) e Teste de Tukey (95%). Diferenças estatisticamente significantes foram encontradas apenas entre as cerâmicas ($p=0,036$), em que a ST mostrou o maior valor de resistência e a XT mostrou os menores valores de resistência à flexão biaxial. O fator espessura ($p=0,157$) e a interação entre os fatores ($p=0,119$) foram estatisticamente semelhantes.

Os defeitos não sempre são causantes da baixa

Tabela 4 – Valores de resistência à Flexão Biaxial de cada um dos grupos de estudo

Materiais	Espessura	Resistência à Flexão Biaxial (MPa)
HT	0,7 mm	$741,3 \pm 78,2^{AB}$
	1,2 mm	$975,7 \pm 132,7^{AB}$
ST	0,7 mm	$930,9 \pm 326^A$
	1,2 mm	$889,1 \pm 202,7^A$
XT	0,7 mm	$702,6 \pm 133,6^B$
	1,2 mm	$750,7 \pm 127,2^B$

Legenda: Letras diferentes representam diferenças estatisticamente significantes

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.3 Ensaio fadiga acelerado *Step-Stress*

As médias e o intervalo de confiança de resistência à fratura e de ciclos para fratura foram obtidos nos testes de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank), apresentados na Tabela 5. A zircônia XT apresentou uma menor resistência à fadiga e um menor número de ciclos necessários para a fratura, sendo diferente estatisticamente dos outros grupos. As zircônias HT e ST mostraram comportamentos à fadiga semelhantes.

Tabela 5 – Média de resistência à fadiga dos materiais estudados

Grupos	Média de Resistência à fratura (MPa)	95% Intervalo de confiança	Média de ciclos para fratura	95% Intervalo de confiança
HT 0,7	520 ^{AB}	467,79 – 572,20	89 x 10 ³ ^{AB}	(78,5 – 99,4) x 10 ³
HT 1,2	516,7 ^B	442,17 – 591,15	88,3 x 10 ³ ^B	(73,4 - 103,2) x 10 ³
ST 0,7	603,3 ^A	568,23 – 638,42	105,6 x 10 ³ ^A	(98,6 - 112,6) x 10 ³
ST 1,2	546,6 ^{AB}	504,47 – 588,86	94,3 x 10 ³ ^{AB}	(85,8 - 102,7) x 10 ³
XT 0,7	376,7 ^D	334,04 – 419,29	60,3 x 10 ³ ^D	(51,8 - 68,8) x 10 ³
XT 1,2	440 ^C	407,99 – 472,0	73 x 10 ³ ^C	(66,5 - 79,4) x 10 ³

Legenda: As diferenças estatísticas foram obtidas nos testes de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank), em que letras diferentes indicam diferenças estatísticas em cada coluna ($\alpha = 0,05$).

Fonte: Elaborado pelo autor.

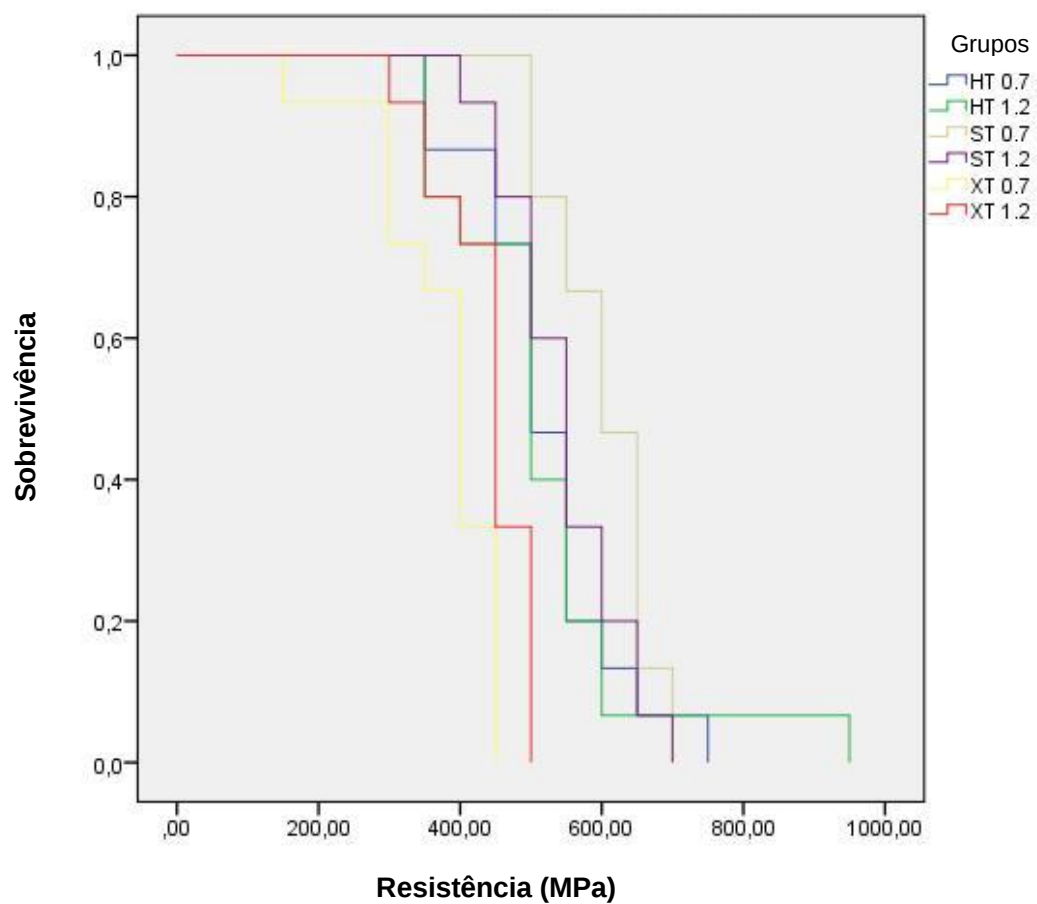
Em relação às taxas de sobrevivência (Tabela 6, Figuras 7 e 8) observa-se que a partir de 150 MPa e 15.000 ciclos começaram a ocorrer fraturas em espécimes dos grupo XT 0,7mm. Enquanto a o grupo de XT 1,2 mm exigiam 300 MPa e 45.0000 ciclos para que as fraturas comesçassem a aparecer. Com uma tensão aplicada de 500 MPa e 85.0000 ciclos, os grupos de HT 0,7 e HT 1,2 possuem probabilidade de sobrevivência de 47% e 40%, respectivamente; a ST 0,7 e ST 1,2 mostraram 80% e 60% de probabilidade de sobrevivência, respectivamente; já nos dois grupos de XT mostraram 100% de falha. O grupo HT 0,7, ST 0,7 e ST 1,2 mostraram a maior resistência à fadiga (maiores tensões e maior número de ciclos para a fratura), já o grupo XT 0,7 mostrou a menor resistência à fadiga.

Tabela 6 – Taxas de sobrevivência considerando dados de resistência e número de ciclos para falha (probabilidade de exceder a resistência e número de ciclos sem falhar e seus respectivos desvios-padrão) para os grupos experimentais

Resistência (MPa) / Ciclos																			
Grupos	100/ 5,000	150/ 15,000	200/ 25,000	250/ 35,000	300/ 45,000	350/ 55,000	400/ 65,000	450/ 75,000	500/ 85,000	550/ 95,000	600/ 105,000	650/ 115,000	700/ 125,000	750/ 135,000	800/ 145,000	850/ 155,000	900/ 165,000	950/ 175,000	10000/ 185,000
HT 0.7	1	1	1	1	1	0.86 (0.09)	0.86 (0.09)	0.73 (0.11)	0.47 (0.13)	0.20 (0.10)	0.13 (0.09)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.00	-	-	-	-	-
HT 1.2	1	1	1	1	1	0.80 (0.10)	0.73 (0.11)	0.73 (0.11)	0.40 (0.13)	0.20 (0.10)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.07 (0.06)	0.00	-
ST 0.7	1	1	1	1	1	1	1	1	0.80 (0.10)	0.67 (0.12)	0.47 (0.13)	0.13 (0.09)	0.0	-	-	-	-	-	-
ST 1.2	1	1	1	1	1	1	0.93 (0.06)	0.80 (0.10)	0.60 (0.13)	0.33 (0.12)	0.20 (0.10)	0.07 (0.06)	0.0	-	-	-	-	-	-
XT 0.7	1	0.93 (0.06)	0.93 (0.06)	0.93 (0.06)	0.73 (0.11)	0.67 (0.12)	0.33 (0.12)	0.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
XT 1.2	1	1	1	1	0.93 (0.06)	0.80 (0.10)	0.73 (0.11)	0.33 (0.12)	0.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

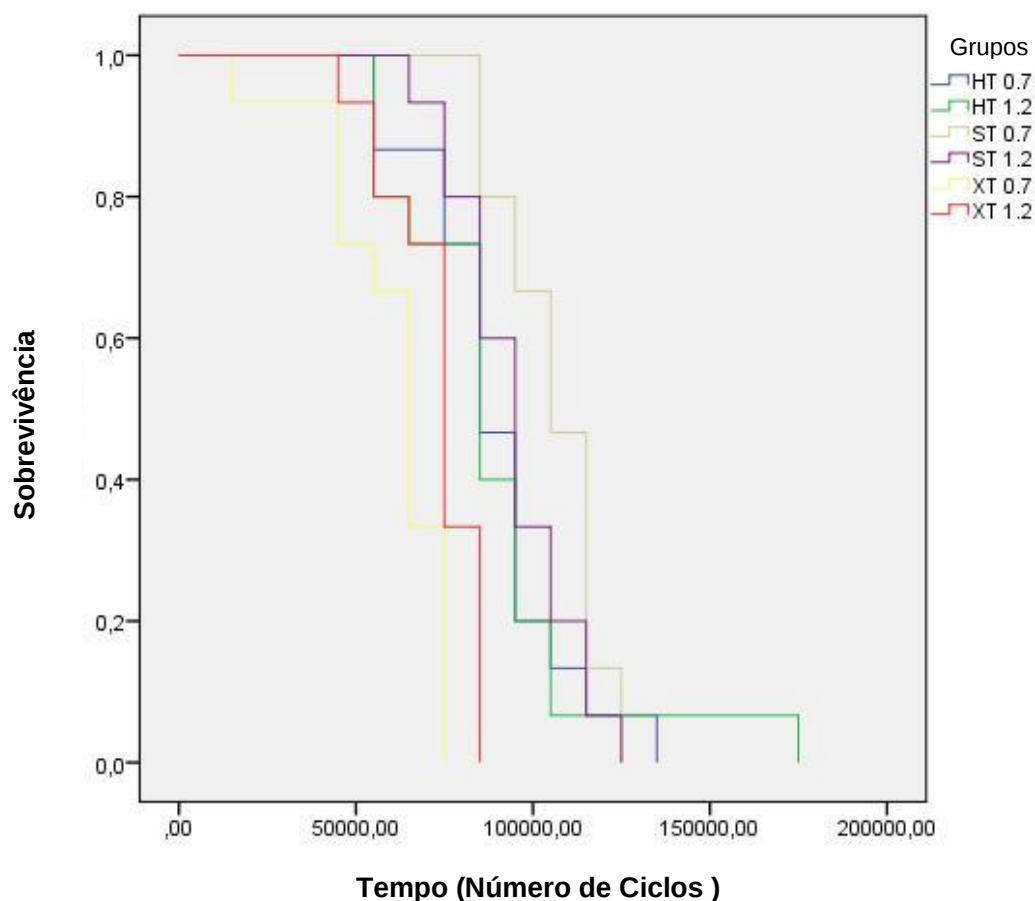
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 7 - Gráficos de sobrevivência obtidos pelos testes de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para resistência (MPa) até a fratura



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8 - Gráficos de sobrevivência obtidos pelos testes de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para número de ciclos até a fratura

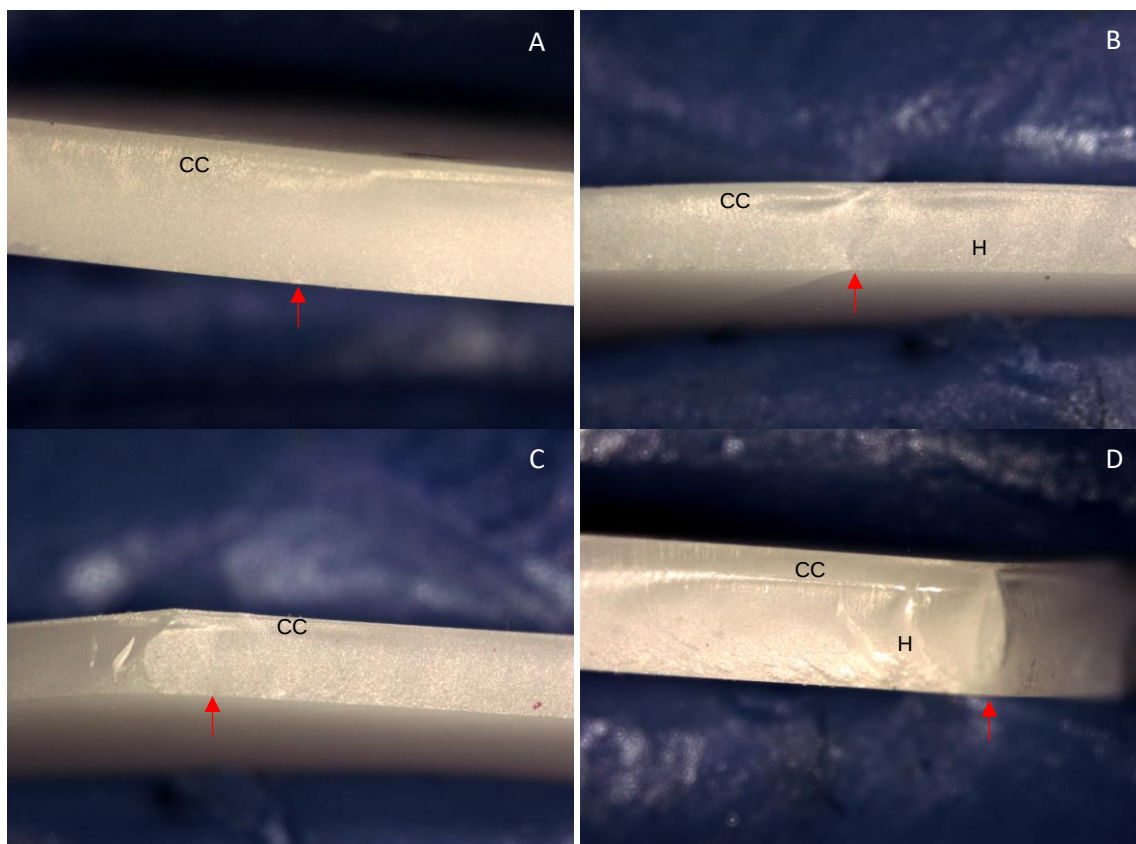


Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2.4 Características da fratura

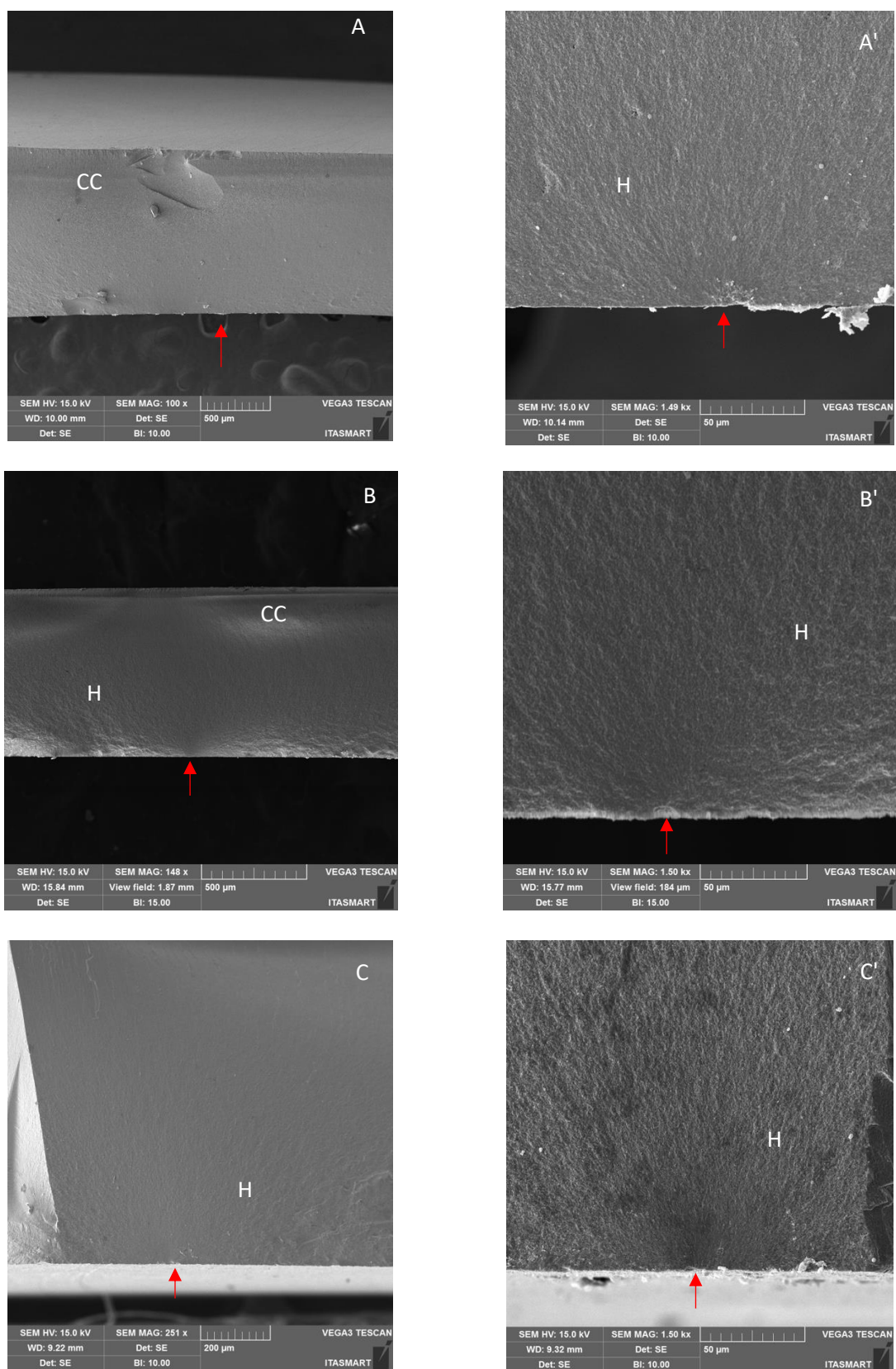
Todas as amostras foram observadas em estereomicroscópio para identificar os padrões de fratura. As falhas iniciaram no lado submetido às tensões de tração, sempre com um defeito originador da fratura na superfície do disco (Figura 9). Amostras representativas foram selecionadas e analisadas em MEV para confirmar as origens das fraturas (Figura 10). Foi possível observar que as amostras XT fraturam sempre em mais pedaços do que HT e ST.

Figura 9 – Imagens de estereomicroscopia das superfícies de fratura



Legenda: Imagens com 25x de magnificação, (A) zircônia HT, (B) e (C) zircônia ST e (D) zircônia XT. Setas vermelhas indicam os locais de provável origem da fratura, CC indicam as curvas de compressão e H indicam hackles.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 10 – Imagens das superfícies de fratura em MEV



Legenda: Imagens das superfícies de fratura de (A) zircônia HT, (B) zircônia ST e (C) zircônia XT. Todas as imagens foram observadas em elétrons secundários. Imagens da coluna esquerda apresentam menor magnificação (A, B e C) e da coluna direita são de maior magnificação (A', B' e C'), Setas vermelhas indicam os locais de provável origem da fratura, CC indicam as curvas de compressão e H indicam hackles.

Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

Os resultados mostram diferenças significativas tanto nas características microestruturais quanto nas propriedades mecânicas, portanto, a hipótese nula foi rejeitada. O material policristalino de zircônia mais translúcido (XT), contendo maior proporção de fase cúbica, apresentou o pior comportamento à fadiga, em comparação com os demais - diferenças nas características microestruturais afetaram o comportamento mecânico dos materiais de zircônia. A zircônia com menor porcentagem de fase cúbica e maior de fase tetragonal (HT) foi mais resistente que as outras.

A microestrutura é um dos fatores que podem influenciar as propriedades físicas e ópticas de uma cerâmica (Miyazaki et al., 2013; Zhang, 2014). Além de conhecer a morfologia superficial e o tamanho e características dos grãos, é possível identificar problemas no processamento da cerâmica de zircônia por meio da observação da microestrutura. No presente estudo, as três cerâmicas de zircônia translúcida apresentaram leves diferenças entre os grãos: ST e XT apresentaram presença de poros superficiais, enquanto HT apresentou menos defeitos superficiais (Figura 5). Os defeitos podem ser inerentes ao material, acontecendo durante o processamento, ou resultar de um arrancamento dos grãos da superfície durante a preparação da amostra. Independentemente da origem dos defeitos, isso pode refletir um método de processamento ainda deficiente para essas cerâmicas (Jing et al., 2014).

Na cerâmica de zircônia translúcida, as quantidades de ítria também foram aumentadas para melhorar as propriedades ópticas, que também são atribuídas ao aumento da fase cúbica (Ghodsi, Jafarian, 2018; Kolakarnprasert et al., 2019; Pecho et al., 2012; Zhang, 2014; Zhang, Lawn, 2018). No presente estudo, os espectros de DRX e a quantificação das fases cristalinas mostraram que quanto maior a translucidez, mais fase cúbica e ítria podem ser observadas (Figura 6). O aumento da fase cúbica de HT para ST é de 20% e 31% para XT, acompanhado por um aumento de 2,1% de ítria de HT para ST e 4,3% de HT para XT (Tabela 2), concordando com outros estudos (Camposilvan et al., 2018; Sem, Isler, 2019). Esse aumento se deve à maior quantidade de óxidos estabilizadores na zircônia (como o ítria), que causa maior

quantidade de fase cúbica e grãos maiores (Arata et al., 2014). Pode-se notar que tanto o tamanho de grão aumentado quanto o conteúdo reduzido de estabilizador (íttria) podem causar maior suscetibilidade à degradação por baixa temperatura (LTD) (Chevalier et al., 2004; Inokoshi et al., 2014). Portanto, um mecanismo de estabilização aprimorado com ítria pode prevenir o LTD, sendo um aspecto que ainda deve ser explorado na literatura.

Harianawala et al. (2014) mostraram que uma zircônia translúcida tem mais transmitância que uma convencional, o que também pode ser atribuído aos procedimentos de fabricação dessas cerâmicas (Harianawala et al., 2014). De acordo com diferentes metodologias na literatura com prensagem isostática à quente, sinterização por microondas, sinterização por plasma de centelha, etc., pode-se obter uma zircônia mais densa, menos porosa e mais translúcida (Kim et al., 2013; Lynn Johnson, 1991; Tsukuma et al., 2008). Quando os grãos de zircônia são menores e uniformes, com porosidade mínima, as cerâmicas policristalinas apresentam altos valores de transmitância (Kim et al., 2013). A existência de poros residuais, após sinterização em altas temperaturas, produz dispersão significativa da luz incidente, deteriorando as propriedades ópticas do material (Zhang et al., 2012).

Um estudo, no qual foram avaliadas as três cerâmicas de zircônia translúcidas (HT, ST e XT), mostrou que as microestruturas eram semelhantes e não foi observada porosidade nos materiais. Além disso, os contornos dos grãos eram claramente visíveis, mas os grãos não eram uniformes, apresentando grãos menores para HT (437 ± 40 nm) e grãos maiores para XT (815 ± 97 nm) (Sem, Isler, 2019). Tal diferença não foi observada nas imagens microscópicas obtidas no presente trabalho, nas quais os grãos parecem ter tamanhos semelhantes (Figura 5).

As características microestruturais podem auxiliar no prognóstico de vida e desempenho clínico das restaurações, sendo fatores que podem determinar a indicação e seleção do material (Al-Amleh et al., 2010; Denry, Kelly, 2008; Piconi, Maccauro, 1999). Porém, além das características microestruturais, também é importante conhecer e avaliar as propriedades mecânicas para prever como os materiais se comportarão em situações complexas, principalmente sob cargas cíclicas e na presença de umidade (Kelly et al., 2017).

A dureza de um material está relacionada à rigidez e resistência mecânica. Durante o início da fissura, que pode ser causada por falhas superficiais, é possível

que essa resistência do material à deformação plástica melhore o comportamento clínico da restauração (Bonfante, Coelho, 2016). Neste estudo, as zircônias XT e HT apresentaram o maior valor de dureza, enquanto a ST apresentou o menor (Tabela 3). Sen e Isler, 2019 avaliaram os valores de dureza das cerâmicas de zircônia translúcida e não encontraram nenhuma diferença significativa. Os autores ainda relatam a dificuldade de comparação de dados e a inconsistência da técnica de dureza, que depende do polimento da superfície, tamanhos de grãos, quantidade de cada uma das fases, etc. (Sem, Isler, 2019). Alguns estudos avaliaram o conteúdo de fase, as temperaturas finais de sinterização e os diferentes tamanhos de grãos das cerâmicas de zircônia, também mostrando diferenças significativas nos valores de dureza de acordo com essas propriedades (Sen et al., 2018; Zhang et al., 2016).

Além disso, a dureza pode ser afetada, ao aumentar a temperatura de sinterização, aumentos de translucidez, tamanho de grão e aumento de densidade, e com a porosidade reduzida, a estrutura se torna mais compacta (Denry, Kelly, 2014; Matsui et al., 2009; Stawarczyk et al., 2013). Por outro lado, grãos maiores produzem menos contornos de grão, aumentando a translucidez (Stawarczyk et al., 2013) e tornando o material mais suscetível à transformação de fase (Matsui et al., 2009), afetando propriedades mecânicas como a dureza. No entanto, essas relações ainda não estão claramente definidas.

Com relação à tenacidade à fratura, Sen e Isler (2019), também avaliaram essa propriedade usando o método de indentação, que é uma metodologia limitada. Portanto, existem diferentes métodos de teste de tenacidade à fratura, é importante selecionar o método ideal para sua determinação em materiais odontológicos, pois esses materiais se comportam de forma diferente em restaurações intraorais de amostras testadas em laboratório, principalmente devido às características de carga (Triwatana et al., 2013). Apesar dessas limitações, no presente estudo houve diferenças estatisticamente significantes, onde o HT apresentou maior tenacidade à fratura (Tabela 3). Por outro lado, os resultados de tenacidade deste estudo foram maiores aos resultados obtidos no trabalho de Sen e Isler (2019), apresentando valores de tenacidade de 4.27 ± 0.79 para HT; 3.78 ± 0.56 para ST e 3.14 ± 0.37 para XT (Sem, Isler, 2019), o que pode ser causado pelos defeitos menores observados nas micrografias do MEV das três zircônias translúcidas estudadas (Figura 5), já que a trinca inicia pelo defeito maior se propagando até os defeitos menores, os quais

geram um efeito tenacificante evitando a propagação dela, pois atinge um espaço vazio onde a impede continuar.

Os testes de fadiga em vida acelerada foram desenvolvidos para analisar a vida útil dos materiais, de forma que as amostras sejam submetidas à tensões maiores do que as encontradas durante a mastigação, mas inferiores ao teste de fratura rápida, como testes com carga monotônica (Borba et al., 2013b; Nelson, 1980). Dentre os métodos de fadiga, o *step-stress* se destaca por otimizar o tempo necessário para a realização do teste, por incorporar análises de sobrevivência e por estimar o tempo de vida e o acúmulo de danos nos materiais (Dapieve et al., 2018; Kelly et al., 2017). Neste teste, a tensão aplicada ao corpo de prova é aumentada até que ocorra a falha ou suspensão (sobrevivência final). Neste estudo, não houve falhas de lascamento, portanto, apenas fraturas catastróficas foram consideradas falhas. Foi utilizado um perfil de carga leve com degraus de 25 MPa, considerando uma forma sensível de identificar possíveis pequenas alterações por meio de diferentes condições materiais (Bonfante, Coelho, 2016; Dapieve et al., 2018). Outro aspecto em relação ao teste de fadiga é a frequência. Neste estudo, foi utilizada uma frequência de 20 Hz, pois segundo Fraga et al., 2016 esta frequência elevada não altera o comportamento à fadiga das cerâmicas à base de zircônia (Fraga et al., 2016).

A zircônia XT em espessura fina de 0,7 mm apresentou a pior resistência à fadiga, enquanto HT e ST foram semelhantes e superiores (Tabela 5). Isso pode ser causado pela quantidade de fase tetragonal e cúbica, pois as cerâmicas de zircônia mais translúcidas como a XT apresentam maior quantidade de fase cúbica, porém menor quantidade de fase tetragonal, afetando assim o mecanismo de tenacificação de transformação, o que afeta negativamente as propriedades mecânicas (Pereira et al., 2018).

Ambré et al. (2013) mostraram que a espessura pode influenciar na resistência e translucidez do material, levando em consideração que ao reduzir as dimensões de uma restauração, a carga de fratura será reduzida (Ambré et al., 2013). Neste estudo, a espessura das amostras não foi um fator relevante para a resistência à flexão biaxial com carga monotônica (Tabela 4), pois as fórmulas utilizadas para calcular a tensão de fratura já levam em consideração o volume da amostra, porém foi um fator relevante para vida à fadiga da zircônia XT, onde a espessura fina apresentou menor resistência à fadiga e menor taxa de sobrevivência. Mas ainda assim, no estudo de

Alrahem et al. (2020) mostraram que independente do tipo de zircônia, a redução da espessura diminui a carga de fratura em flexão biaxial (Alraheam et al., 2020).

Diversas zircônias monolíticas têm sido estudadas para avaliar as propriedades mecânicas mencionadas e a translucidez. Kwon et al. em 2018, mostraram que a zircônia ultra translúcida em multicamadas Katana (UTML) tem resistência à flexão significativamente maior quando comparada a outro tipo de cerâmica, como dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent), mas tem translucidez significativamente menor (Kwon et al., 2018). Outro estudo recente avaliou três marcas diferentes: Multilayer Ceramill Zolid FX (CZF) (Amann Girrbach); Prettau Anterior (PA) (Zirkonzahn GmbH) e Zenostar T (ZT) (Wieland Dental GmbH), onde concluiu que as propriedades de cada zircônia monolítica dependem do material, uma vez que materiais de zircônia monolítica totalmente estabilizados, como CZF e PA, são mais translúcidos do que zircônia parcialmente estabilizada, como é ZT. No entanto, ZT apresentou maior resistência à flexão e resistência à fratura em comparação aos demais, mas CZF apresentou maior dureza (Elsaka, 2019).

Em um análise fractográfica pode ser observado claramente a origem do defeito e sua propagação, além disso pode-se observar a presença de porosidades e inclusões durante o análise (Luthardt et al., 2002; Scherrer et al., 2006). Um estudo analisou 3 tipos de zircônias Y-TZP, mostrando que a zircônia com menor resistência à flexão biaxial apresentou maior porosidade (Ramos et al., 2016). No presente estudo a zircônia XT apresentou certas características fractograficas diferentes às HT e ST, além de que foi a zircônia que quebrou em maior quantidade de pedaços, o que provavelmente esta relacionado com a maior quantidade de poros que ela apresenta. Apesar de que os poros e defeitos não se conseguiram observar no análise fractográfica deste estudo, as micrografias do MEV na caracterização microestrutural das três zircônias, pode se observar que a zircônia que apresentou maior porosidade/defeitos na sua superfície foi a XT (Figura 5), consequentemente foi a que apresentou a menor resistência à fadiga.

Considerando as limitações de um estudo *in vitro*, como o uso de espécimes não anatômicos, a aplicação de carga axial e o uso de um teste de vida acelerado, novas investigações são necessárias para analisar a zircônia translúcida em diferentes condições, tais como: o uso de espécimes anatômicos, comportamento sob

diferentes tratamentos de superfície e quando o material cerâmico está cimentado de forma adesiva ao substrato dentário.

7 CONCLUSÃO

De acordo com o presente estudo, foi possível concluir que:

- Mudanças na microestrutura das cerâmicas de zircônia translúcida e na quantidade de ítria diminuíram as propriedades mecânicas, como fadiga e resistência à flexão biaxial com carga monotônica, dureza Vickers e tenacidade à fratura;
- Os policristais de zircônia com maior porcentagem de fase tetragonal e menor porcentagem de fase cúbica apresentam melhor comportamento à fadiga.

REFERÊNCIAS*

- Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil.* 2010(5). doi: 10.1111/j.1365-2842.2010.02094.x.
- Alraheam IA, Donovan T, Boushell L, Cook R, Ritter AV, Sulaiman TA. Fracture load of two thicknesses of different zirconia types after fatiguing and thermocycling. *J Prosthet Dent.* 2020;123(4):635–40. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.05.012
- Ambré MJ, Aschan F, von Steyern PV. Fracture strength of yttria-stabilized zirconium-dioxide (Y-TZP) fixed dental prostheses (FDPs) with different abutment core thicknesses and connector dimensions. *J Prosthodont.* 2013;22(5):377–82. doi: 10.1111/jopr.12003. PMID: 23289522.
- Anami LC, Lima JMC, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue resistance of Y-TZP/porcelain crowns is not influenced by the conditioning of the intaglio surface. *Oper Dent.* 2016;41(1):E1–12. doi: 10.2341/14-166-L.
- Anstis GR. Indentation and fracture toughness I. Transformation. 1981;46(September):533–8.
- Arata A, Campos TMB, Machado JPB, Lazar DRR, Ussui V, Lima NB, et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: a critical evaluation. *J Dent.* 2014;42(11):1487–94. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.010
- Bonfante EA, Coelho PG. A critical perspective on mechanical testing of implants and prostheses. *Adv Dent Res.* 2016;28(1):18–27. doi: 10.1177/0022034515624445. PMID: 26927484.
- Borba M, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona Á. Step-stress analysis for predicting dental ceramic reliability. *Dent Mater.* 2013a;29(8):913–8. doi: 10.1016/j.dental.2013.05.009.
- 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):879–90. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.006.
- Carpena G, Ballarin AAJ. A new ceramics approach for contact lens un nuevo enfoque para lente de contacto cerámico. *Int J Dent Sc.* 2015(17):12–8.
- Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Miyazaki CL, Muta LM, Rodrigues Filho LE. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater.* 2006;78(2):265–73. doi: 10.1002/jbm.b.30482. PMID: 16470826.

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

Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*. 2004;25(24):5539–45. doi: 10.1016/j.biomaterials.2004.01.002. PMID: 15142736.

Christensen GJ. Porcelain-fused-to-metal versus zirconia-based ceramic restorations, 2009. *J Am Dent Assoc*. 2009;140(8):1036–9. doi: 10.14219/jada.archive.2009.0316.

Cividanes LS, Campos TMB, Bertran CA, Brunelli DD, Thim GP. Effect of urea on the mullite crystallization. *J Non Cryst Solids*. 2010;356(52–54):3013–8. doi: 10.1016/j.jnoncrsol.2010.05.076.

Coelho PG, Silva NR, Bonfante EA, Guess PC, Rekow ED, Thompson VP. Fatigue testing of two porcelain-zirconia all-ceramic crown systems. *Dent Mater*. 2009;25(9):1122–7. doi: 10.1016/j.dental.2009.03.009. PMID: 19395078.

Dapieve KS, Guilardi LSF, Silvestri T, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Mechanical performance of Y-TZP monolithic ceramic after grinding and aging: Survival estimates and fatigue strength. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;87(July):288–95. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.07.041.

Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*. 2014;93(12):1235–42. doi: 10.1177/0022034514553627. PMID: 25274751.

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

Elsaka SE. Optical and mechanical properties of newly developed monolithic multilayer zirconia. *J Prosthodont*. 2019;28(1):e279–84. doi: 10.1111/jopr.12730

Fennis WMM. Fatigue resistance of teeth restored with cuspalcoverage composite restorations. *Int J Prosthodont*. 2004;17:37–44.

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

Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. © 1975 Nature Publishing Group. *Nature*. 1975;258:703–4. doi: 10.1177/1059840512440176. PMID: 22427318.

Ghodsi S, Jafarian Z. A review on translucent zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2018;26(3):62–74. doi: 10.1922/EJPRD.

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):257–63. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.11.019.

Harianawala HH, Kheur MG, Apte SK, Kale BB, Sethi TS, Kheur SM. Comparative analysis of transmittance for different types of commercially available zirconia and lithium disilicate materials. *J Adv Prosthodont.* 2014;6(6):456. doi: 10.4047/jap.2014.6.6.456.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials. *J Prosthet Dent.* 2002;88(1):4–9. doi: 10.1016/S0022-3913(02)00040-9.

Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2014;93(4):329–34. doi: 10.1177/0022034514524228.

Jing Z, Ke Z, Yihong L, Zhijian S. Effect of multistep processing technique on the formation of micro-defects and residual stresses in zirconia dental restorations. *J Prosthodont.* 2014;23(3):206–12. doi: 10.1111/jopr.12094.

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

Kelly JR, Cesar PF, Scherrer SS, Della Bona A, van Noort R, Tholey M, et al. ADM guidance-ceramics: fatigue principles and testing. *Dent Mater.* 2017;33(11):1192–204. doi: 10.1016/j.dental.2017.09.006

Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2010;104(4):228–38. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60129-1.

Kim B, Zhang Y, Pines M, Thompson VP. Fracture of porcelain-veneered structures in fatigue. *J Dent Res.* 2007;86(2):142–6. doi: 10.1177/154405910708600207. PMID: 17251513.

Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY, Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(2):161–6. doi: 10.4047/jap.2013.5.2.161.

Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim DK, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dent Mater.* 2019;35(5):797–806. doi: 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):132–7. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.08.004.

Lai X, Si W, Jiang D, Sun T, Shao L, Deng B. Effects of small-grit grinding and

glazing on mechanical behaviors and ageing resistance of a super-translucent dental zirconia. *J Dent.* 2017;66(May):23–31. doi: 10.1016/j.jdent.2017.09.003.

Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002;81(7):487–91. doi: 10.1177/154405910208100711. PMID: 12161462.

Lynn Johnson D. Microwave and plasma sintering of ceramics. *Ceram Int.* 1991;17(5):295–300. doi: 10.1016/0272-8842(91)90025-U.

Marshall DB, Lawn BR. An indentation technique for measuring stresses in tempered glass surfaces. *J Am Ceram Soc.* 1976;60(1):86–7. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1977.tb16106.x>.

Matsui K, Yoshida H, Ikuhara Y. Isothermal sintering effects on phase separation and grain growth in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. *J Am Ceram Soc.* 2009;92(2):467–75. doi: 10.1111/j.1551-2916.2008.02861.x.

Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013;57(4):236–61. doi: 10.1016/j.jpor.2013.09.001.

Nelson W. Accelerated life testing - step-stress models and data analyses. *IEEE Trans Reliab.* 1980;R-29(2):103–8. doi: 10.1109/TR.1980.5220742.

Nemli SK, Yilmaz H, Aydin C, Bal BT, Tıraş T. Effect of fatigue on fracture toughness and phase transformation of Y-TZP ceramics by X-ray diffraction and Raman spectroscopy. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater.* 2012;100 B(2):416–24. doi: 10.1002/jbm.b.31964.

Nishioka G, Prochnow C, Firmino A, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, et al. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. *Braz Oral Res.* 2018;32(0):1–8. doi: 10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0053.

Özkurt-Kayahan Z. Monolithic zirconia: a review of the literature. *Biomed Res.* 2016;27(4):1427–36.

Pecho OE, Ghinea R, Ionescu AM, De La Cruz Cardona J, Paravina RD, Del Mar Pérez M. Color and translucency of zirconia ceramics, human dentine and bovine dentine. *J Dent.* 2012;40(SUPPL.2):34–40. doi: 10.1016/j.jdent.2012.08.018.

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. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.05.029.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a dental biomaterial. *Biomaterials.* 1999;20:1–25. doi: 10.3390/ma8084978. PMID: 28793485

Ramos CM, Cesar PF, Bonfante EA, Rubo JH, Wang L, Borges AFS. Fractographic principles applied to Y-TZP mechanical behavior analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;57:215–23. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.12.006. PMID: 26722988.

Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr.* 1969;2(2):65–71. doi: 10.1107/s0021889869006558.

Scherrer SS, Dent M, Quinn GD, Kelly JR. Using qualitative fractography. *Int J Prosthodont.* 2006;19(2):185–92.

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

Sen N, Isler S. Microstructural, physical, and optical characterization of high-translucency zirconia ceramics. *J Prosthet Dent.* 2019;1–8. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.05.004.

Sen N, Sermet IB, Cinar S. Effect of coloring and sintering on the translucency and biaxial strength of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2018;119(2):308.e1-308.e7. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.08.013.

Sheng-Kuei L, Yung-Li L, Ming-Wei L. Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distributions. *Int J Fatigue.* 2001;23:75–83. doi: [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(00\)00039-6](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(00)00039-6)

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

Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Cooper LF, Walter R. Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: a dental laboratory survey. *J Prosthet Dent.* 2016;116(3):436–9. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.01.033

Suresh S. *Fatigue of materials.* 2nd ed. Cambridge: Cambridge university press; 1998.

Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area. *Ceram Int.* 2016;42(1):1077–85. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.09.033.

Triwatana P, Srinuan P, Suputtamongkol K. Comparison of two fracture toughness testing methods using a glass-infiltrated and a zirconia dental ceramic. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(1):36–43. doi: 10.4047/jap.2013.5.1.36.

Tsukuma K, Yamashita I, Kusunose T. Transparent 8 mol% Y₂O₃-ZrO₂ (8Y) ceramics. *J Am Ceram Soc.* 2008;91(3):813–8. doi: 10.1111/j.1551-2916.2007.02202.x.

Ueda K, Güth JF, Erdelt K, Stimmelmayer M, Kappert H, Beuer F. Light transmittance by a multi-coloured zirconia material. *Dent Mater J*. 2015;34(3):310–4. doi: 10.4012/dmj.2014-238.

Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009;4(2):130–51. PMID: 19655651.

Vichi A, Carrabba M, Paravina R, Ferrari M. Translucency of ceramic materials for CEREC CAD/CAM system. *J Esthet Restor Dent*. 2014;26(4):224–31. doi: 10.1111/jerd.12105.

Vichi A, Sedda M, Fabian Fonzar R, Carrabba M, Ferrari M. Comparison of contrast ratio, translucency parameter, and flexural strength of traditional and “augmented translucency” zirconia for CEREC CAD/CAM system. *J Esthet Restor Dent*. 2016;28:S32–9. doi: 10.1111/jerd.12172.

VITA [Internet]. [cited 2019 Sep 4]. Available from: <https://www.vita-zahnfabrik.com>

Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, et al. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater*. 2016;32(12):e327–37. doi: 10.1016/j.dental.2016.09.025.

Zhang H, Li Z, Kim BN, Morita K, Yoshida H, Hiraga K, et al. Effect of alumina dopant on transparency of tetragonal zirconia. *J Nanomater*. 2012(11). doi: 10.1155/2012/269064.

Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater*. 2014. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.375.

Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res*. 2018;97(2):140–7. doi: 10.1177/0022034517737483.

Zhang Y, Sailer I, Lawn BR. Fatigue of dental ceramics. *J Dent*. 2013. doi: 10.1016/j.jdent.2013.10.007.