



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

ELISEO PABLO CHUN

**Análise microestrutural e da resistência à
fadiga de zircônia monolítica submetida a
protocolos de ajuste simulado**

2017

ELISEO PABLO CHUN

**Análise microestrutural e da resistência à fadiga de zircônia
monolítica submetida a protocolos de ajuste simulado**

Dissertação apresentado ao curso de Odontologia do 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 de PRÓTESE
DENTARIA.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino
Coorientadora: Profa. Dra. Lilian Costa Anami

São José dos Campos

2017

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2017]. 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).

Chun, Eliseo Pablo

Análise microestrutural e da resistência à fadiga de zircônia monolítica submetida a protocolos de ajuste simulado / Eliseo Pablo Chun. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.
51 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, 2017.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Lilian Costa Anami

1. Zircônio. 2. Ajuste de prótese. 3. Resistência de materiais. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Anami, Lilian Costa, 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

Prof. Tit. Marco Antonio Bottino (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Profa. Dra. Fernanda Campos

Centro Universitário de João Pessoa (Unipê)

São José dos Campos, 3 de fevereiro de 2017.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Tit. Dr. Marco Antonio Bottino, pela sua paciência, por me dar a oportunidade de crescer cientificamente.

À minha Coorientadora, Profa. Dra. Lilian Costa Anami, pela sua dedicação e grande aporte no nosso trabalho.

Ao Prof. Dr. Estevam Bonfante, por todo o apoio e por toda atenção durante a execução desse trabalho.

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

Aos meus amigos e colegas da pós-graduação, que sem eles nosso trabalho não poderia ser finalizado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de mestrado, que me possibilitou o início em São José dos Campos.

SUMÁRIO

RESUMO	5
<i>ABSTRACT</i>	7
1 INTRODUÇÃO	9
2 REVISÃO DE LITERATURA	11
3 PROPOSIÇÃO	15
4 MATERIAL E MÉTODOS	16
4.1 Preparo das amostras	16
4.2 Rugosidade.....	21
4.3 Teste de fadiga.....	21
4.4 Análise fractográfica.....	23
4.5 Difração de raios-X.....	23
4.6 Morfologia da superfície.....	24
4.7 Análise dos dados.....	24
5 RESULTADOS	27
5.1 Teste de fadiga.....	27
5.2 Análise fractográfica.....	29
5.3 Difração de raios-X.....	33
5.4 Rugosidade.....	34
5.5 Morfologia da superfície.....	34
6 DISCUSSÃO.....	39
7 CONCLUSÃO.....	44
REFERÊNCIAS	45

Chun EP. Análise microestrutural e da resistência à fadiga de zircônia monolítica submetida a protocolos de ajuste simulado [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi investigar as propriedades microestruturais e a resistência à fadiga de amostras de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) para uso em forma monolítica (Vita YZ HT, Vita Zahnfabrik, Alemanha) após diferentes protocolos de ajuste clínico simulado. 162 discos de Y-TZP HT (12 mm de diâmetro, 0,8 mm de altura) foram confeccionados e aleatoriamente divididos em 6 grupos de acordo com as simulações (n=27): S- Y-TZP sinterizada (sem desgaste, sem *glaze*); G- Y-TZP sinterizada (sem desgaste) e glazeada; PdG- ajuste simulado da Y-TZP com ponta diamantada seguido por aplicação de *glaze*; GPd- ajuste simulado com ponta diamantada da Y-TZP já glazeada; PdBdG- ajuste simulado com ponta diamantada, seguido por borracha diamantada e aplicação do *glaze*; GPdBd- ajuste simulado com ponta diamantada, seguido por borracha diamantada da Y-TZP já glazeada. Após teste monotônico sob flexão biaxial (n=3, célula de carga de 1000 kgf, velocidade de 1 mm/min), os espécimes restantes foram distribuídos na proporção 3:2:3 e testados sob fadiga acelerada (*step stress*) em três perfis de carregamento (leve, moderado e agressivo), variando-se os incrementos de carga e número de ciclos. Os espécimes representativos fraturados foram avaliados em estereomicroscópio e microscópio eletrônico de varredura (MEV) e as características microestruturais das superfícies obtidas com os diferentes protocolos foram analisadas quanto a difração de raios-X, rugosidade média (Ra), perfilometria e MEV. Os dados de sobrevivência ou fratura foram utilizados para cálculo do valor beta (β) de Weibull e da confiabilidade para missões de 300.000 e 600.000 ciclos a 200 N. Os espectros obtidos pela difração foram comparados com espectros padrão de bancos de dados. Os dados de Ra foram analisados estatisticamente por ANOVA 1 fator e teste de Tukey (ambos, $\alpha=5\%$). As imagens foram analisadas qualitativamente e descritas. Não houve alteração significativa na cristalografia da zircônia após as simulações de ajuste clínico. A zircônia HT não tratada (S)

apresentou menor probabilidade de sobrevivência, após 600.000 ciclos a 200 N, em comparação com a Y-TZP HT desgastada com ponta diamantada e glazeada (PdG) e após o polimento final com borracha diamantada (GPdBd). Apesar dos protocolos de ajuste simulado não alterarem a cristalografia da zircônia, o polimento final com borracha diamantada (GPdBd) resultou em uma superfície mais homogênea em comparação com amostras glazeadas (G, PdG e PdBdG). O *glaze* se acumulou em “ilhas” sobre todas as superfícies analisadas. Concluiu-se que a Y-TZP HT tem maior probabilidade de sobrevivência quando glazeada após desgaste com ponta diamantada (PdG) ou com polimento finalizado por borrachas diamantadas (GPdBd).

Palavras-chave: Zircônio. Ajuste de prótese. Resistência de materiais.

Chun EP. Microstructural analysis and fatigue strength of monolithic zirconia simulating adjustment protocols [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.

ABSTRACT

The objective of this study was to investigate the microstructural properties and fatigue resistance of zirconia partially stabilized by yttrium oxide (Y-TZP) for use in monolithic form (Vita YZ HT, Vita Zahnfabrik, Germany) after different clinical adjustment protocols simulation. 162 disc of Y-TZP HT (12 mm diameter, 0.8 mm high) were made and randomly divided into 6 groups according to the adjustment protocol (n = 27): S- Y-TZP as sintered (without adjustment and glaze); G- glazed Y-TZP (without adjustment); PdG- Y-TZP with adjustment simulation procedure with diamond bur followed by glaze application; GPd- glazed Y-TZP followed by adjustment simulation procedure with diamond bur; PdBdG- Y-TZP with adjustment simulation procedure with diamond bur and polishing kit, followed by glaze application; GPdBd- glazed Y-TZP with adjustment simulation procedure with bur followed by polishing kit. After monotonic testing under biaxial flexure (n=3, 1000 kgf load cell, 1 mm/min speed), the remaining specimens were distributed into 3:2:3 ratio and tested under step-stress in three profiles (light, moderate and aggressive), varying the load, increments and number of cycles. The fractured representative specimens were evaluated in a stereomicroscope and scanning electron microscope (SEM) and the microstructural characteristics of the surfaces obtained with different protocols were analyzed by X-ray diffraction, mean roughness (Ra), profilometry and SEM. Survival or fracture data were used to calculate Weibull's beta (β) value and reliability for 300,000 and 600,000 cycles at 200 N. The spectra obtained by the diffraction were compared with standard spectra from databases. Ra data were statistically analyzed by 1-way ANOVA and Tukey's test (both, $\alpha=5\%$). The images were analyzed and qualitatively described. There was no significant change in zirconia crystallography after the simulations of clinical adjustment. The untreated Y-TZP HT (S) presented a lower probability of survival after 600,000 cycles at 200 N, compared to Y-TZP HT adjusted with diamond bur and glazed (PdG). and after final polishing with polishing kit (GPdBd). Although the simulated adjustment protocols did not alter the crystallography of the Y-TZP HT, the final polishing

with diamond rubber (GPdBd) resulted in a more homogeneous surface compared to glazed samples (G, PdG and PdBdG). The glaze was accumulated in "islands" on all analyzed surfaces. It could be concluded that Y-TZP HT is more likely to survive when glazed after diamond adjustments (PdG) or when it is finished with polishing kit (GPdBd).

Keywords: Zirconiu. Prosthesis fitting. Mechanical stress.

1 INTRODUÇÃO

A existência de espaços interoclusais reduzidos e a preservação da estrutura dentária levam a necessidade do uso de restaurações mais delgadas em comparação com as tradicionais. Na evolução das restaurações totalmente cerâmicas surgiram as restaurações monolíticas vítreas que apresentam qualidade estética (Lawn et al., 2004) e podem ser indicadas para áreas anteriores. Em regiões posteriores, onde existe maior exigência de cargas mastigatórias, as cerâmicas policristalinas podem ser a primeira opção devido a sua propriedade de tenacificação que não ocorre com outros materiais totalmente cerâmicos (Gracis et al., 2015).

A zircônia é uma cerâmica policristalina que possui três fases alótropas, de acordo com a temperatura: monoclinica (da temperatura ambiente à 1170 °C), tetragonal (1170 °C à 2370 °C), e cúbica (acima de 2370 °C até seu derretimento). Para que seja possível a manutenção da zircônia na fase tetragonal em temperatura ambiente são utilizados óxidos estabilizadores, como o óxido de ítrio. Assim obtém-se a zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP), que oferece alta resistência mecânica por sua capacidade de resistir à propagação de trincas (tenacidade à fratura) (Piconi, Maccauro, 1999; Zhang et al., 2013b).

A Y-TZP pode ser projetada como cerâmica de alta translucidez (Y-TZP HT) para ser usinada por tecnologia CAD/CAM para uso monolítico. Durante a instalação das próteses, os ajustes oclusal, interproximais e da superfície cimentante podem ser necessários e são realizados por borrachas abrasivas de diferentes granulações, conforme indicação dos fabricantes.

O desgaste da superfície cerâmica pode levar ao surgimento de trincas que tendem a se propagar em direção às maiores tensões de tração. O dano é acompanhado também pela transformação de fase.

Um estudo recente (Preis et al., 2015) demonstrou que o polimento

adequado com borrachas de diferentes granulações reduziu a rugosidade superficial da Y-TZP, apesar da rugosidade não ter influenciado a transformação de fase do material. Entretanto, a rugosidade tem papel importante na relação com o dente antagonista, uma vez que cerâmicas polidas e vitrificadas apresentam melhor comportamento mecânico (Lawson et al., 2014). Na mecânica de fratura das cerâmicas odontológicas, apesar de uma sobrecarga pontual poder resultar em uma fratura abrupta, em geral a falha ocorre por fadiga acumulada, após um período prolongado de pequenos eventos de menor carga (Zhang et al., 2013a).

Existem poucos dados na literatura acerca do comportamento de cerâmicas Y-TZP HT após procedimentos de desgaste clínico. O objetivo deste trabalho é avaliar a influência da resistência à fadiga de cerâmicas monolíticas de Y-TZP HT após diferentes técnicas de ajuste oclusal, antes ou após a aplicação da camada de *glaze*. A hipótese é de que zircônias monolíticas polidas com borrachas e glazeadas após o desgaste simulado apresentem maior probabilidade de sobrevivência entre os grupos experimentais.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Introduzido pela primeira vez na odontologia no final de 1990, a resistência à fratura da zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) é superior em relação às demais cerâmicas (900 - 1200 MPa) (Picone, Maccauro, 1999). Isso ocorre como consequência do mecanismo de transformação de fase que este material possui, também conhecido por mecanismo de tenacificação (Chevalier, 2006).

O resfriamento pós-sinterização da zircônia resulta na transformação de fase tetragonal para monoclinica, que é acompanhado por uma expansão volumétrica de cerca de 4% e que poderia causar a fratura imediata do material. Visando estabilizar a zircônia na fase tetragonal em temperatura ambiente são adicionados óxidos com adição de diferentes óxidos (Garvie et al., 1975).

A transformação de fase na Y-TZP também pode ocorrer quando um dano atinge a superfície no material e pode ser desejável (Garvie et al., 1975). A transformação de fase tetragonal para monoclinica produz tensões de compressão devido à expansão de volume em áreas localizadas ao redor de micro-fissuras, resultando na inibição da propagação da trinca.

Até pouco tempo, a zircônia era utilizada exclusivamente como material de infraestrutura. Assim, sobre uma infraestrutura em Y-TZP aplica-se porcelana feldspática resultando em uma restauração bilaminada. Por se tratarem de materiais com propriedades mecânicas diferentes, eles acumulam tensões e transmitem forças de forma também diferente. Ainda, a proporção entre as espessuras das cerâmicas de cobertura e infraestrutura influenciam na resistência à flexão do conjunto, independente da técnica de processamento e do protocolo de resfriamento utilizados (Lima et al., 2013). O número crescente de estudos sobre restaurações à base de zircônia apresenta taxas de sobrevivência

semelhantes às restaurações metalocerâmicas, que muitas vezes que são consideradas padrão-ouro para próteses fixas (Heintze, 2006).

Em uma extensa revisão sistemática, Al-Amleh et al. (2010), observou que quase todos os estudos sobre restaurações bilaminadas nos últimos 50 anos relataram fraturas do tipo *chipping*, ou seja, fraturas da porcelana de recobrimento. Visando eliminar as falhas de lascamento, foi proposto o uso da zircônia na forma monolítica (Marchack et al., 2011), eliminando a necessidade da cobertura por porcelana (Johansson et al., 2014), uma vez que esta seria mais resiliente que a zircônia bilaminada com cobertura de porcelana (Zhang et al., 2013a).

Quando a cerâmica Y-TZP é usada em próteses, a degradação em baixa temperatura (*low temperature degradation*, LTD) ocorre a uma taxa lenta e pode conduzir à falha catastrófica resultante da redução na resistência, que é acelerada com a aplicação repetida de carga mastigatórias (Studart et al., 2007). O fenômeno LTD ocorre primeiro no interior dos grãos de superfície, onde a água é incorporada na zircônia, preenchendo vazios de oxigênio, espalhando-se para a superfície do material, aumentando, assim, a rugosidade da superfície, em temperaturas relativamente baixas (65-300 °C) (Sato, Shimada, 1985).

Assim, diversas empresas lançaram cerâmicas de Y-TZP para uso em forma monolítica. No caso da Vita YZ HT (Vita Zahnfabrik) trata-se de uma zircônia com menor conteúdo de Al_2O_3 que é sinterizada em temperatura inferior à Y-TZP tradicional, resultando em um material com grãos menores e maior translucidez. De acordo com o fabricante, a Vita YZ HT apresenta resistência à flexão maior que 1200 MPa aliada a alta estética. O material é comercializado na forma de blocos pré-sinterizados para fresagem em equipamento CAD/CAM.

Recentemente, demonstrou-se que coroas de zircônia monolítica com espessura oclusal mínima de 0,5 mm poderiam suportar forças compressivas na região de molares devido à sua elevada resistência à fratura (Nakamura et al.,

2015; Sorrentino et al., 2016). Considerando que a redução da espessura da coroa contribui para a preservação do substrato dentário, a zircônia monolítica pode ser uma alternativa para próteses dentárias com estética aceitável (Sun et al., 2014).

Ajustes clínicos nas restaurações protéticas geralmente são necessários para alcançar os contatos oclusal e interproximais ideais. O fabricante Vita Zahnfabrik indica o uso de borrachas impregnadas com diamante para este desgaste em sua cerâmica à base de zircônia. Porém, tais procedimentos resultam em alteração ou perda da camada superficial do *glaze*. A reaplicação de *glaze* pode ser indicada uma vez que ao longo do tempo as superfícies de zircônia se tornam diretamente expostas ao desgaste. A fase monoclinica aumenta significativamente em zircônias glazeadas após simulação de mastigação (Bergamo et al., 2016). Entretanto, sabe-se que este procedimento não é realizado por todos os clínicos (Etman et al., 2008).

Hmaidouch et al. (2014) demonstrou que a utilização de borrachas para polimento nas zircônias oferece superfícies suaves se comparadas aos das não polidas, embora a rugosidade ainda seja melhor nas superfícies glazeadas. Por outro lado, o desgaste do elemento dentário antagonista à uma restauração de zircônia polida com borracha aparenta ser menor do que na zircônia com *glaze* (Stawarczyk et al., 2016)

Já Preis et al. (2015) observam que a utilização de borrachas de diferentes granulações na superfície da Y-TZP HT gerou influenciou a rugosidade, mas não influenciou a transformação de fase do material. Os autores indicam, no entanto, que na aplicação clínica, a zircônia deve ser polida de acordo com as instruções do fabricante para manter baixos valores de rugosidade da superfície e transformação de fase (Preis et al., 2015).

O desgaste que ocorre entre o esmalte dos dentes naturais e restaurações deve ser considerado na seleção dos materiais restauradores. Estudos laboratoriais demonstraram que as coroas de zircônia monolíticas estão

associadas a um maior desgaste do esmalte oposto quando comparadas com dentes naturais (Kim MJ et al., 2012). No entanto, o uso clínico de coroas de zircônia monolítica parece justificável, uma vez que a quantidade de esmalte antagonista desgastado após 6 meses foi comparável ou inferior do que a causada por outros materiais cerâmicos (Stober et al., 2014). De acordo com Mundhe et al. (2015), o desgaste do esmalte natural oposto a coroas de zircônia foi significativamente menor do que comparado com coroas metalocerâmicas após 1 ano. Aparentemente a zircônia e o dissilicato de lítio não se tornam tão agressivas ao desgaste como a porcelana feldspática convencional em ensaios laboratoriais após a mastigação simulada (Armer et al., 2014). Entretanto, recomenda-se que seja realizado o polimento após o ajuste, não somente para a melhoria estética, mas também para minimizar os danos e a rugosidade superficial, que pode ser prejudicial para o desempenho e resistência em longo prazo (Preis et al., 2013; Goo et al., 2016). Esteticamente o polimento diminui a luminosidade, mas aumenta o tom amarelado de zircônia monolítica (Kim HK et al., 2016).

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo foi desenvolvido com os objetivos de:

- a) Investigar as propriedades microestruturais da Y-TZP HT após simulações de ajustes oclusais utilizando-se diferentes técnicas, antes ou após a aplicação de *glaze*;
- b) Avaliar a resistência à fadiga da Y-TZP HT após as simulações de ajuste oclusal.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparo das amostras

Discos de Y-TZP (VITA YZ DISC HT, Vita Zahnfabrik, Alemanha) foram cortados em blocos de 16,5 x 20 mm, que foram transformados em cilindros de 16 mm de diâmetro com auxílio de dispositivos metálicos com lixas d'água em politriz (Automet 250, Buehler, Ilinois, EUA). Em seguida, os cilindros foram cortados em fatias de 1 mm de espessura com disco diamantado montado em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Ilinois, EUA) sob refrigeração constante.

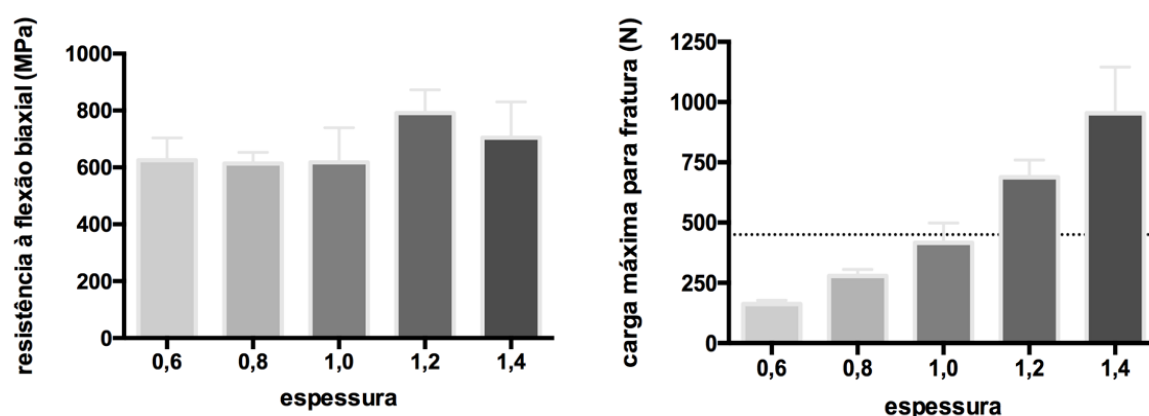
Após polimento manual com lixas d'água de granulação decrescente (CarbiMet 2 Grit 600, 800, 1200, 2400; Buehler, Ilinois, EUA), os discos foram limpos em banho ultrassônico em água destilada por 5 minutos e secos. Os discos foram sinterizados de acordo com recomendações do fabricante (Zyrcomat T, Vita Zahnfabrik, Alemanha) e as dimensões finais de 12 mm de diâmetro e 0,8 mm de espessura foram conferidas com paquímetro digital.

A escolha da espessura dos discos foi baseada no estudo piloto para realização deste projeto. Para isto, foram testados monotonicamente sob flexão biaxial (EMIC DL 1000, São José dos Pinhais, PR; célula de carga de 1000 kgf, velocidade de 1 mm/min) 5 discos de Y-TZP HT de cada espessura: 0,6, 0,8, 1,0, 1,2 e 1,4 mm. Os discos foram inseridos em um suporte contendo três esferas de aço inoxidável de 3 mm de diâmetro posicionadas equidistantes entre si formando um círculo de 10 mm diâmetro (ISO 6872:2015). Após centralização do disco sobre as esferas de suporte, a carga foi aplicada no centro do espécime com uma ponta reta de aço inoxidável de diâmetro de 1,4 mm. Durante o teste as amostras

permaneceram imersas em água destilada em temperatura ambiente. A tensão máxima (em MPa) foi calculada considerando a altura dos espécimes na região da fratura (em mm), a força máxima para fratura (em N) e os módulos elásticos. Foram obtidas médias a partir dos valores de tensão máxima (em MPa).

Os resultados, que podem ser observados no gráfico de resistência à flexão biaxial (em MPa) da Figura 1, apontam diferença numérica entre os resultados de testes monotônicos com espécimes de menor espessura (0,6, 0,8 e 1,0 mm) ou maior espessura (1,4 mm) da espessura sugerida pela ISO 6872:2015 (1,2 mm).

Figura 1 – Gráficos de barras dos dados do teste de flexão biaxial. À esquerda, dados da resistência à flexão biaxial, em MPa



Legenda: À direita, dados de carga máxima para fratura, em N. A linha pontilhada demarca o limite de carga, em N, do equipamento utilizado para a fadiga.

Fonte: Elaborado pelo autor.

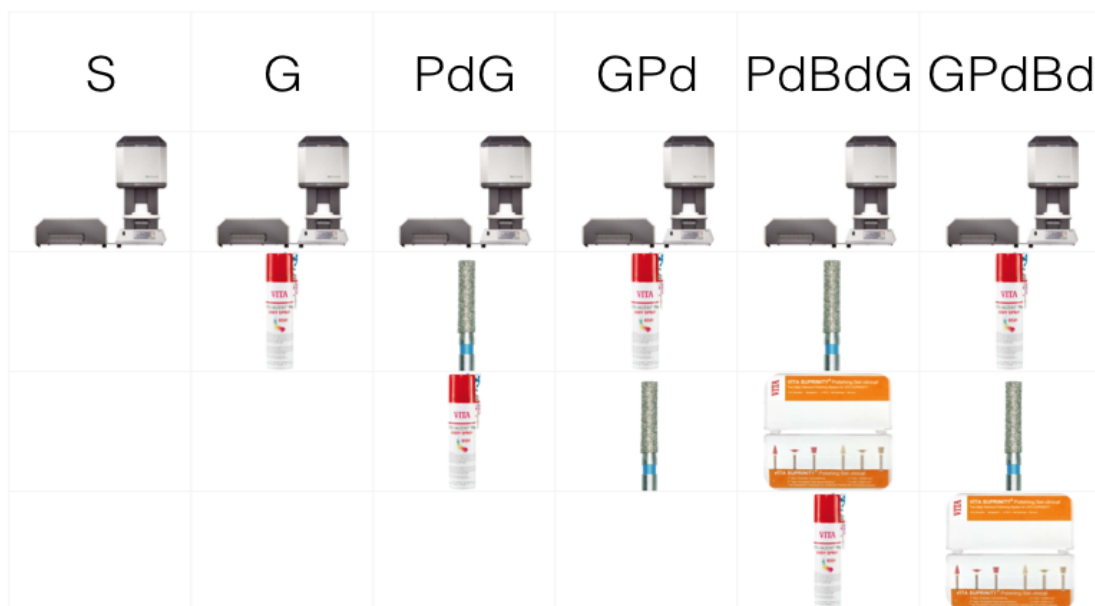
Porém, considerando o limite de carga de 450 N do equipamento disponível para a realização do estudo de fadiga e devido ao fato da carga de fadiga corresponder a cerca de 60 a 70% da carga do teste monotônico (Sorrentino et al., 2016), optou-se pelo uso da espessura de 0,8 mm no presente estudo.

Assim, foram obtidos 162 discos de Vita YZ HT de 12 mm de diâmetro e 0,8 mm de espessura, conforme descrito anteriormente. Uma das superfícies de 12 mm de diâmetro do disco foi demarcada com aplicação de fita adesiva. Sobre

a outra superfície, foram avaliadas as condições de aplicação de *glaze* (ausência ou presença) e o ajuste oclusal (ausência ou presença; sistema utilizado para o ajuste; ajuste realizado antes ou após a aplicação de *glaze*). Os discos foram aleatoriamente divididos entre 6 grupos experimentais como apresenta a figura 2 (n=27):

- **S-** Y-TZP (sem desgaste, sem *glaze*);
- **G-** Y-TZP (sem desgaste) e glazeada;
- **PdG-** ajuste simulado da Y-TZP com ponta diamantada seguido da aplicação do *glaze*;
- **GPd-** ajuste simulado com ponta diamantada da Y-TZP já glazeada;
- **PdBdG-** ajuste simulado com ponta diamantada, seguido da borracha diamantada seguido da aplicação do *glaze*;
- **GPdBd-** ajuste simulado com ponta diamantada, seguido da borracha diamantada da Y-TZP já glazeada.

Figura 2 – Organograma dos grupos experimentais e seus tratamentos: sinterização, *glaze*, desgaste com ponta diamantada e polimento com borracha diamantada

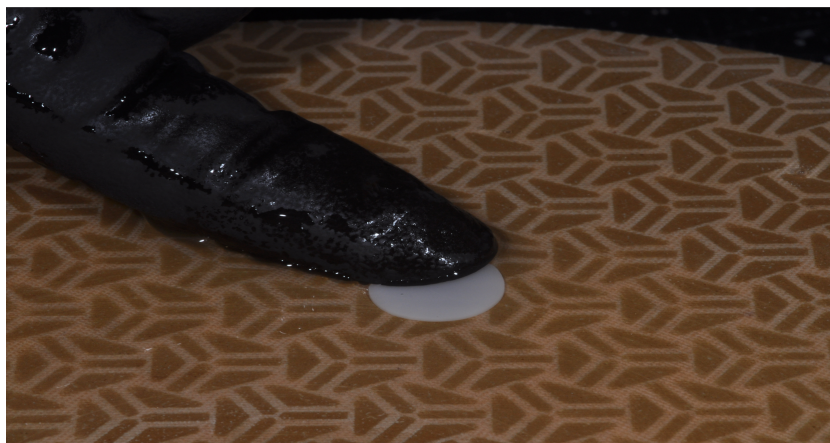


Fonte: Elaborado pelo autor.

Para os grupos glazeados (G, PdG, GPd, PdBdG e GPdBd), o Plus Glaze Body Spray (VITA AKZENT Plus BODY SPRAY, VITA Zahnfabrik, Alemanha) foi aplicado sobre a superfície não demarcada da amostra a uma distância de 10 cm com movimentos circulares. Em seguida, os espécimes foram sinterizados em forno (Vita Vacumat 6000) de acordo com ciclo sugerido pelo fabricante.

O ajuste com ponta diamantada (grupos PdG, GPd, PdBdG e GPdBd) foi realizado com uma lixa diamantada de 120 – grit que corresponde a uma broca diamantada de 151 micras (azul) (Kim et al., 2010) com velocidade de 500 rpm por 20 s montado em lixadeira (Automet/Ecomet 250, Buehler, Illinois, EUA) sob refrigeração constante de água (Figura 3).

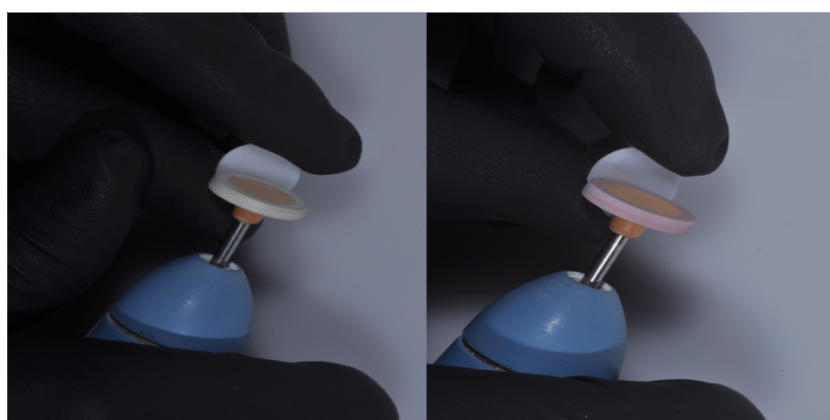
Figura 3 – Simulação do ajuste com lixa diamantada



Fonte: Elaborado pelo autor.

O ajuste com borracha diamantada (grupos PdBdG, GPdBd) foi realizado com a borracha *Step 1 Prepolishing* (Kit Suprinity Polishing Set, Vita Zahnfabrik, Alemanha) montada em motor de bancada (MF Perfecta 9975, W&H, Laufen, Alemanha), com velocidade de 7.000 a 12.000 rpm por 15 s, seguida pela borracha *Step 2 High-gloss*, montada em motor de bancada (MF Perfecta 9975, W&H, Laufen, Alemanha) com velocidade de 4.000 a 8.000 rpm por 15 s (Figura 4). As pontas e as borrachas foram renovadas.

Figura 4 – Ajuste com borracha diamantada, montada em motor de bancada



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Rugosidade

Seis espécimes de cada grupo foram avaliados quanto ao padrão da superfície obtida pelos ajustes simulados com rugosímetro (Mitutoyo Corporation, Tóquio, Japão). Foram realizadas três paralelas leituras por amostras, e foi avaliado o parâmetro de amplitude Ra (média aritmética dos valores absolutos dos picos e depressões em relação a um plano médio), de acordo com os parâmetros da ISO 1997 e *cut-off* de 0,8 mm. A partir destes valores, foram obtidas médias de rugosidade para cada espécime.

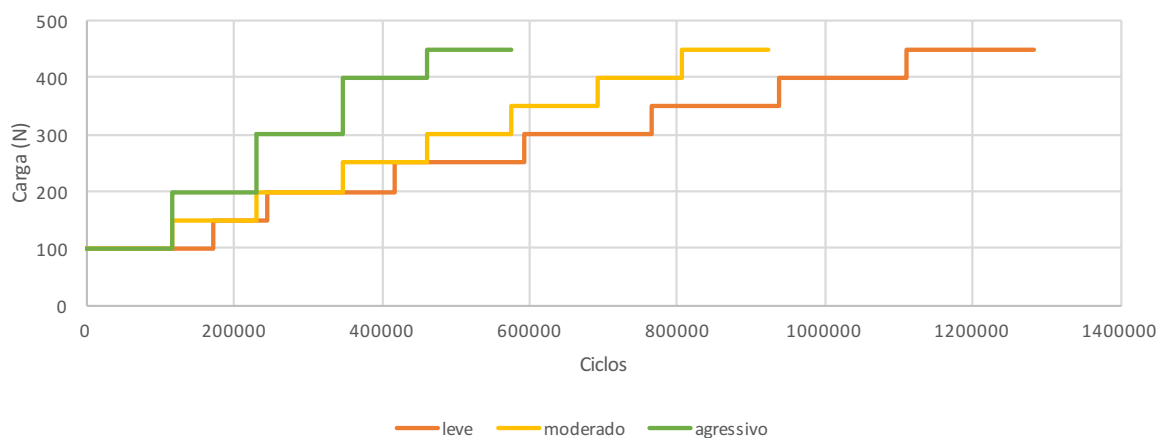
4.3 Teste de Fadiga

Para análise da resistência à fadiga foi utilizada a metodologia de teste de vida acelerado *step-stress* utilizada por vários autores (Santana et al., 2009; Bonfante et al., 2010, 2015; Baldassarri et al., 2011; Silva et al., 2012; Guess et al., 2013; Delben et al., 2014; Shembish et al., 2016). A partir dos valores médios de resistência à flexão biaxial de cada grupo (n=3) obtidos a partir de teste monotônico conforme descrito anteriormente, foram atribuídos perfis de fadiga (leve, moderado e agressivo) na proporção de 3:2:3 espécimes, de acordo com os incrementos de carga e o número de ciclos em cada incremento (Quadro 1, Figura 5). 24 espécimes de cada grupo foram ciclados em equipamento de teste de fadiga mecânica (Biocycle, Biopdi, São Carlos, Brasil) com as amostras imersas em água destilada, posicionadas em dispositivo idêntico ao utilizado no teste monotônico e com a superfície tratada voltada para o lado de tração. Considerando a frequência de 4 Hz utilizada na ciclagem, cada período de 8 h equivale a 115.200 ciclos e cada período de 12 h equivale a 172.800 ciclos (Quadro 1).

Quadro 1 - Perfis de carregamento e tempo em cada degrau de carga

Step	Agressivo (8h)	Moderado (8h)	Leve (12h)
1	100 N	100 N	100 N
2	200 N	150 N	150 N
3	300 N	200 N	200 N
4	400 N	250 N	250 N
5	450 N	300 N	300 N
6	450 N	350 N	350 N
7	450 N	400 N	400 N
8	450 N	450 N	450 N

Figura 5 - O gráfico representa os perfis utilizados para o ensaio de fadiga *step-stress* com base no valor médio de carga para fratura em teste monotônico. A carga máxima foi de 450 N e o número de ciclos foi limitado a 1.282.400



Fonte: Elaborado pelo autor.

O carregamento foi realizado até a fratura dos espécimes, verificada frequentemente com uso de iluminação adicional. Os dados de espécimes

fraturados (carga e degrau em que ocorreu a fratura) e de espécimes sobreviventes aos oito degraus de carga foram considerados na análise estatística.

4.4 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). Para isto, as amostras foram fixadas em porta amostras com fita adesiva dupla-face de carbono (SPI, West Chester, PA, EUA), para então serem metalizadas com liga de ouro (Emitech SC7620 Sputter Coater, East Sussex, Reino Unido) por 120 s, corrente de 10-15 mA, vácuo de 130 mTorr, taxa de metalização: 5 nm/min e camada de ouro de aproximadamente 12 nm.

4.5 Análise de fase por difração de Raios-X

Para avaliar as potenciais transformações de fase devido aos ajustes simulados e à fadiga, dois espécimes fraturados de cada grupo foram avaliados por difratometria de raios-X (DRX; Philips X'pert PRO MRD, Almelo, Holanda). A análise foi realizada em parceria com o LAS/ INPE (Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais). Foi utilizada

radiação CuK com comprimento de onda $\lambda = 0,15418$ nm em um intervalo (-2) entre 10° e 100° , velocidade de varredura de 2°min^{-1} , tensão de 40 kV e corrente de 20 mA (Philips PW 1830/1840).

4.6 Morfologia da Superfície

Uma amostra representativa de cada grupo foi também avaliada em perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, EUA). As informações obtidas pelo perfilômetro foram transferidas ao computador por meio do *software* Wyko Vision 32 (Veeco, Tucson, EUA). O *software* gerou imagens tridimensionais (3D) do perfil superficial das amostras.

Para avaliar as alterações superficiais resultantes de cada simulação de ajuste clínico, uma amostra de cada material foi analisada qualitativamente em MEV, de modo semelhante ao descrito anteriormente.

4.7 Análise dos dados

Os resultados do teste *step-stress* foram analisados pelo *software* de confiabilidade (Synthesis 9, Alta Pro, Reliasoft, Tucson, EUA) de acordo com o modo de falha. O *software* aborda a interação de variáveis mostrando em qual etapa do perfil as falhas ocorrem (leve, moderado ou agressivo) e quantas falhas ocorreram em cada etapa, o que permite prever a confiabilidade do material.

O *software* permitiu o cálculo de uma curva de distribuição principal (normalmente Weibull), que permite a previsão de confiabilidade, ou seja, a probabilidade de sobrevivência a uma dada carga e determinado número de ciclos de carga.

A análise Weibull fornece um valor beta (β) que corresponde a inclinação da linha de regressão em um gráfico de probabilidade. De acordo com Bonfante e Coelho (2016), β descreve o comportamento da taxa de falha ao longo do tempo, sendo que:

- $\beta < 1$: taxa de insucesso diminui ao longo do tempo, geralmente associado com " falhas iniciais " ou falhas;
- $\beta \sim 1$: taxa de falha que não varia ao longo do tempo, associada a falhas de natureza aleatória;
- $\beta > 1$: taxa de falha aumenta ao longo do tempo, associado com falhas relacionadas ao acúmulo de danos.

As diferenças entre os grupos experimentais foram avaliadas pela ausência de sobreposição de intervalos de confiança a 90% dos dados de confiabilidade obtidos pela estatística bicaudal de Weibull de acordo com as missões simuladas (300.000 ou 600.000 ciclos a 200 N).

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*). Um *software* chamado *HighScore* (Philips X'pert PANalytical, Almelo, Holanda) ajudou com as atribuições dos espectros.

Após confirmação dos pressupostos da normalidade, os dados de rugosidade (parâmetro Ra) foram tabulados para estatística descritiva de cada

grupo e, então, submetidos à análise de variância (ANOVA) 1 fator, seguido de teste de contraste de médias (Tukey), ambos com $\alpha=0,05$, utilizando-se o *software* Statistix 8.0 (Analytical Software, Tallahassee, Florida, EUA).

As imagens obtidas por estereomicroscópio, perfilômetro óptico e MEV foram analisadas qualitativamente e descritas.

5 RESULTADOS

5.1 Teste de Fadiga

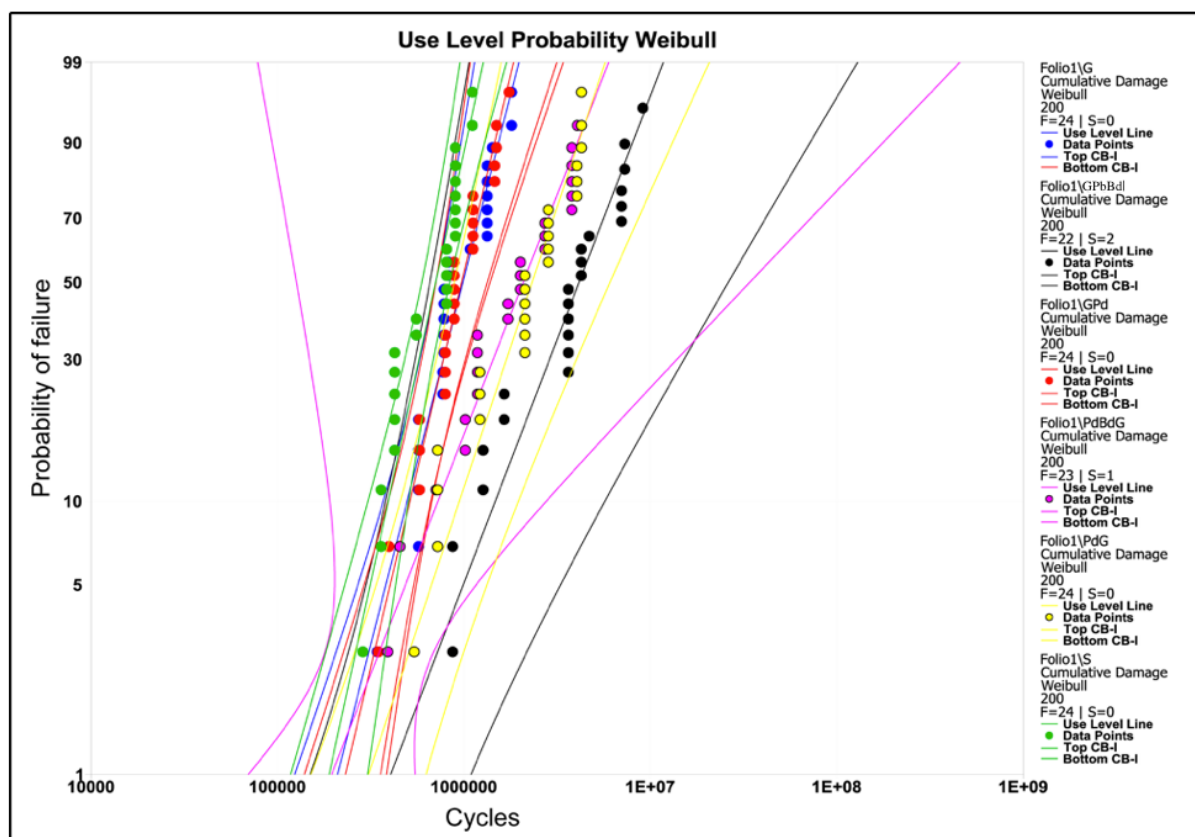
Três espécimes não falharam no teste de fadiga *step-stress*, sendo 2 espécimes do grupo GPbBd (perfil leve) e 1 espécime do grupo PdBdG (perfil agressivo).

A análise da carga para falhas dos espécimes testados mostrou os seguintes valores de β : S= 3,22; G= 2,74; PdG= 2,09; GPd= 2,95; PdBdG= 1,79; GBdPd= 1,82.

A Figura 6 apresenta um gráfico de Weibull do tipo *multiplots* da distribuição dos dados de fratura dos grupos experimentais avaliados, com dados de probabilidade de fratura em função do tempo para falha, assim como intervalo de confiança a 90%.

Os valores de confiabilidade apresentados em porcentagens indicam que a probabilidade de sobrevivência para uma missão de 300.000 ciclos a 200 N não foi estatisticamente significativa entre os grupos experimentais, uma vez que houve sobreposição dos intervalos de confiança (Tabela 1). Para uma missão de 300.000 ciclos, o dano cumulativo de cargas de 200 N resultou em 1 a 4% de probabilidade de falha da zircônia, independente do tipo de ajuste simulado realizado na superfície ou da ausência deste.

Figura 6 - Gráfico de Weibull de *multiplots* da probabilidade de falha a 200 N dos grupos experimentais assumindo 90% de intervalo de confiança: probabilidade de falha em função do número de ciclos transcorrido



Legenda: F: número de espécimes fraturados por grupo. S: número de espécimes sobreviventes por grupo.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A confiabilidade calculada para uma missão de 600.000 ciclos a 200 N mostrou que o dano acumulado resultaria em falhas de 34% das amostras sem tratamento (grupo S; Tabela 1). Neste caso, amostras glazeadas e desgastadas com pontas diamantadas e borrachas diamantadas (GPdBd) apresentou probabilidade de falha de 2%. Devido a ausência de sobreposição dos intervalos de confiança, observou-se que amostras sem *glaze* ou tratamento de superfície (S) apresentaram confiabilidade significativamente inferior quando comparada com os grupos PdG e GPdBd, mas que G, PdG e PdBdG foram semelhantes a todos os grupos avaliados.

Tabela 1- Valores de confiabilidade dos grupos experimentais para missões de 300.000 e 600.000 ciclos a 200 N com limite superior e inferior de intervalo de confiança a 90%

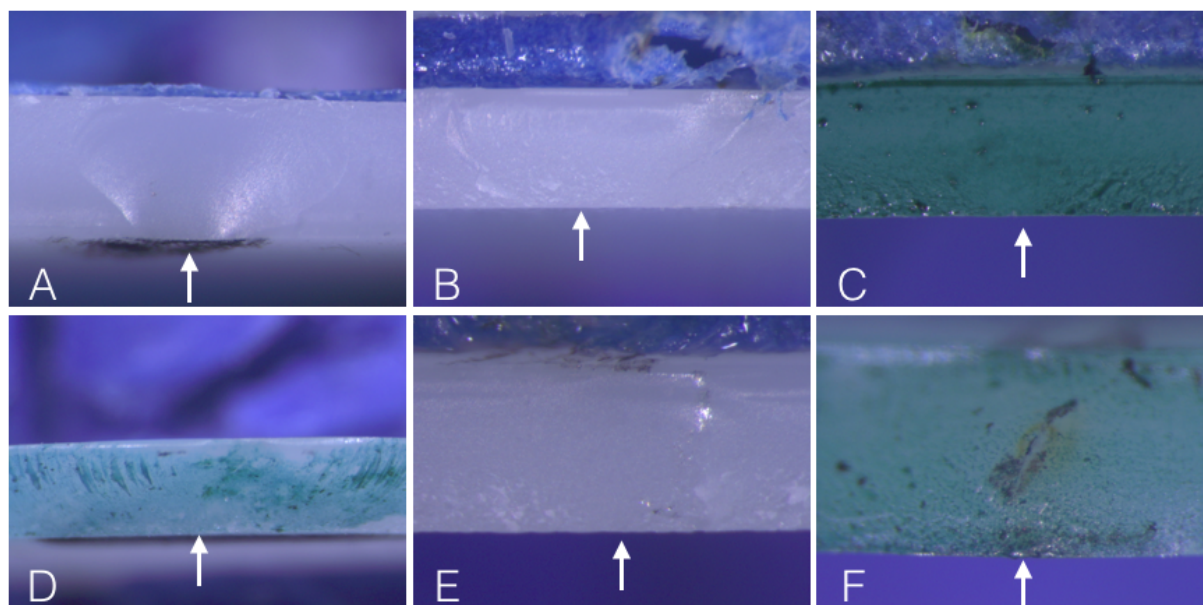
		S	G	PdG	GPd	PdBdG	GPdBd
300.000, 200 N	90% superior	0,98	0,99	1,00	0,99	1,00	1,00
	Confiabilidade	0,96	0,97	0,99	0,98	0,98	0,99
	90% inferior	0,88	0,92	0,96	0,93	0,93	0,97
600.000, 200 N	90% superior	0,79	0,92	0,99	0,92	0,99	1,00
	Confiabilidade	0,66	0,84	0,96	0,85	0,93	0,98
	90% inferior	0,49	0,68	0,84	0,70	0,58	0,87

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Análise fractográfica

A análise fractográfica apontou que os defeitos que provavelmente originaram as fraturas dos espécimes foram majoritariamente na superfície dos discos cerâmicos (setas brancas, Figura 7). Foram observados defeitos decorrentes dos procedimentos de simulação de ajustes clínicos. Alguns espécimes apresentaram pequenos danos causados pelo contato entre o aplicador de carga e a superfície submetida à compressão, mas nenhum destes foi associado à origem da fratura.

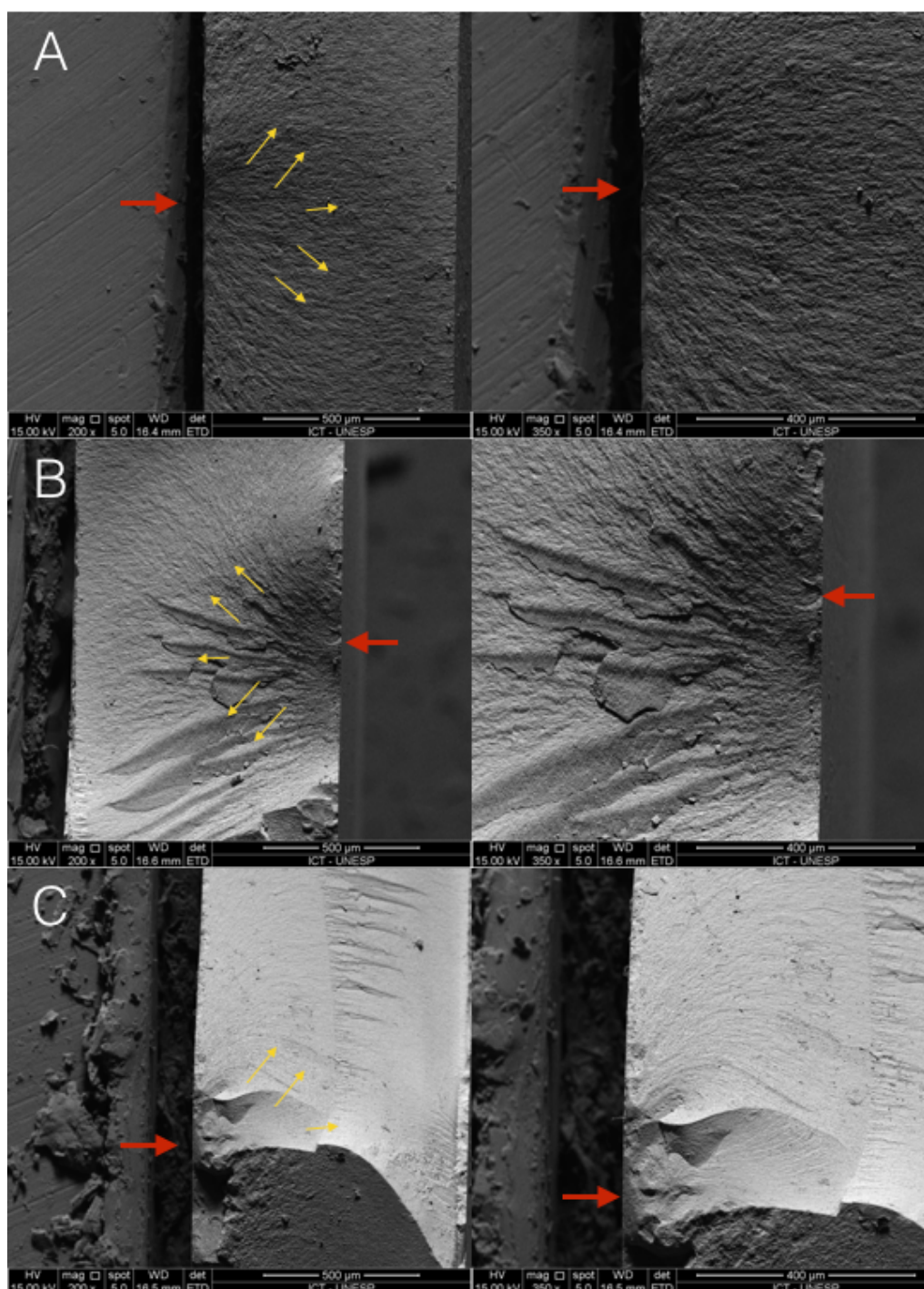
Figura 7 - Imagens de estereomicroscopia de imagens representativas das amostras de Y-TZP HT fraturadas



Legenda: Grupos (A) S, (B) G, (C) GPd (D) PdG (E) PbBdG e (F) GPdBd. Algumas amostras foram coradas com tinta verde para melhor visualização das marcas de fratura. Magnificação de 30 (B-D) a 60X (A,E-F). As setas brancas indicam a provável origem da fratura na superfície submetida à tração. Fonte: Elaborado pelo autor.

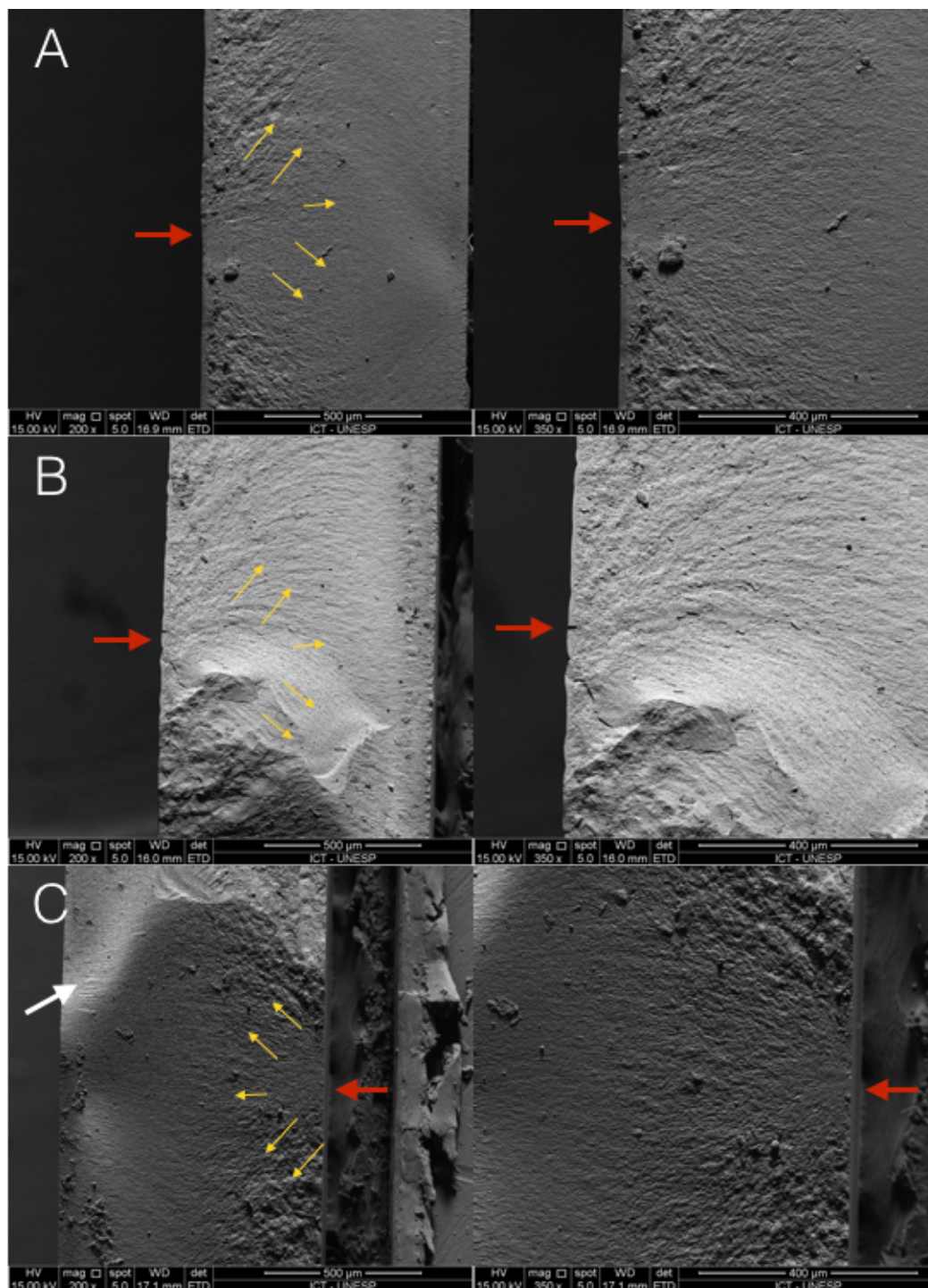
As Figuras 8 e 9 apresentam as micrografias de amostras representativas de todos os grupos experimentais. Observam-se as curvas de compressão (*compression curl*) em posição oposta à provável origem da fratura. As fraturas se originaram, em geral, a partir de defeitos localizados na superfície do material (lado de tração).

Figura 8 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados dos grupos (A) S, (B) G e (C) GPd



Legendas: Aumentos de 200 X (à esquerda) e 350 X (à direita). As setas amarelas indicam a direção de propagação da fratura e as setas vermelhas indicam o provável local de origem das fraturas.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9 - Micrografias representativas dos espécimes fraturados dos grupos (A) PdG, (B) PdBdG e (C) GBdPd



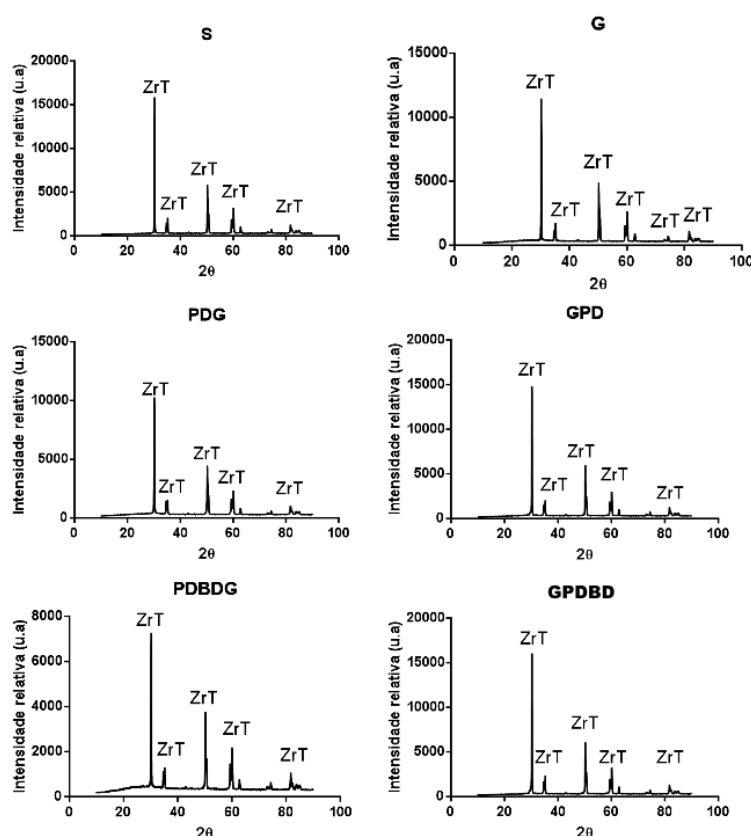
Legenda: Aumentos de 200 X (à esquerda) e 350 X (à direita). A seta branca indica uma curva de compressão (*compression curl*), as setas amarelas indicam a direção de propagação da fratura e as setas vermelhas indicam o provável local de origem das fraturas.

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Difração de Raios-X

A figura 10 apresenta os gráficos de identificação de fase cristalina obtidos pela análise de difração de Raios-X para as amostras de cada grupo experimental. Observa-se que não houve alteração significativa na cristalografia da zircônia após as simulações de ajuste clínico. Os picos demarcados com ZrT mostram a presença de fase tetragonal, indicando que as falhas ocorreram pela alteração da microestrutura do material e não pela transformação de fase da zircônia.

Figura 10 - Gráficos de identificação das fases cristalinas após comparação dos espectros experimentais com espectros de difração



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4 Rugosidade

O teste ANOVA 1 fator detectou diferença estatisticamente significativa entre a rugosidade resultante dos ajustes simulados para o parâmetro Ra ($p=0,010$).

A aplicação de *glaze* seguida por desgaste com ponta diamantada e borrachas diamantadas (GPdBd) resultou nos menores valores de Ra, também semelhantes a rugosidade da Y-TZP HT como sinterizada (S) ou com *glaze* (G) e glazeada e desgastada com ponta diamantada (GPd) (Tabela 2).

Tabela 2 – Média, desvio padrão (DP) e grupamentos homogêneos do teste de Tukey para os dados de Ra (em μm)

Ra	
Material	Média $\pm$ dp
S	$0,72 \pm 0,48^{\text{AB}}$
G	$1,12 \pm 0,18^{\text{AB}}$
PdG	$1,32 \pm 0,33^{\text{B}}$
GPd	$0,61 \pm 0,47^{\text{AB}}$
PdBdG	$1,45 \pm 0,42^{\text{B}}$
GPdBd	$0,21 \pm 0,11^{\text{A}}$

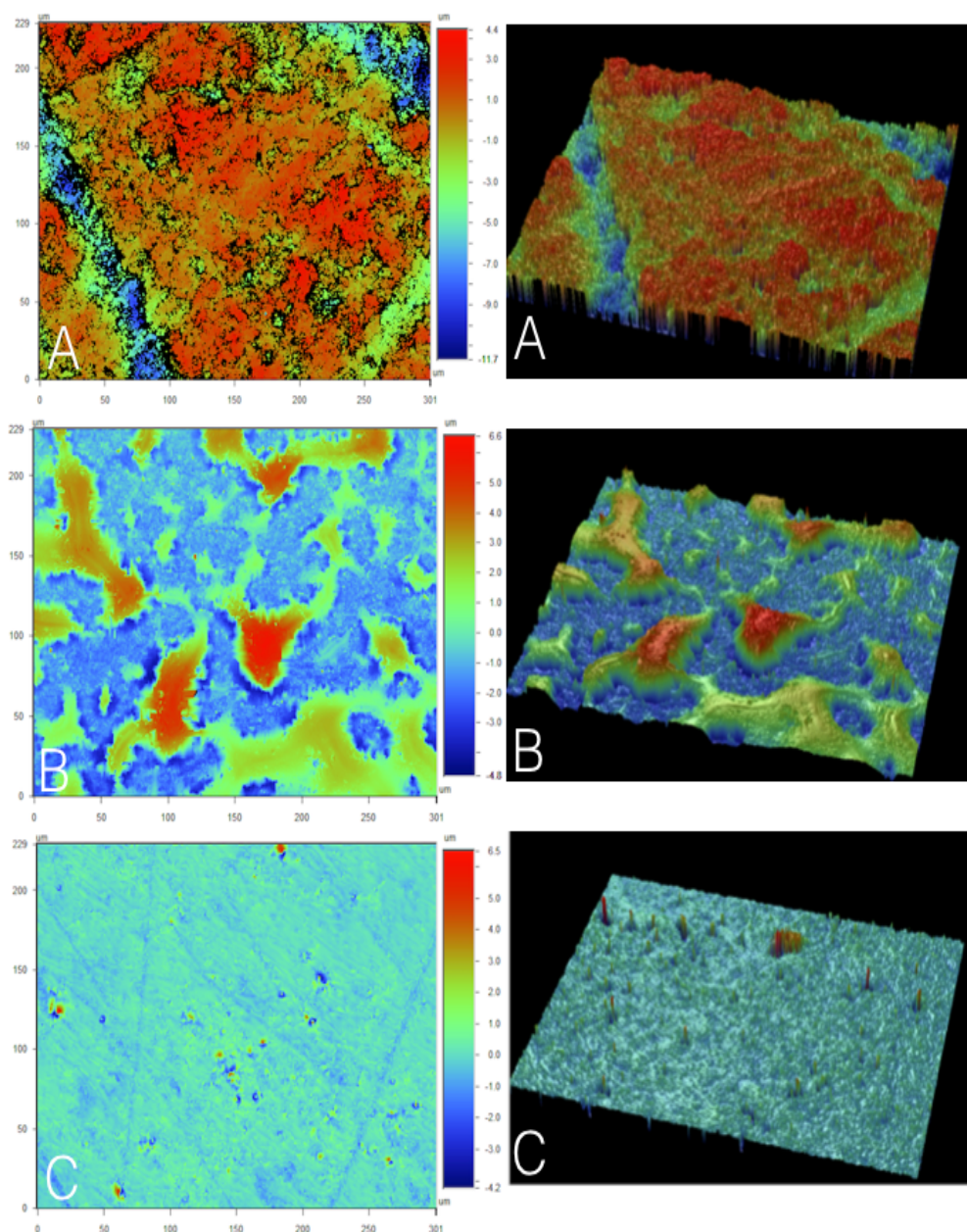
Letras maiúsculas idênticas indicam ausência de diferença estatisticamente significativa.

5.5 Morfologia da Superfície

As figuras 11 e 12 apresentam as imagens obtidas em perfilometria óptica digital em 2D e 3D para cada um dos grupos. A superfície de S apresenta ranhuras mais profundas de polimento. Na superfície dos espécimes dos grupos G e PdBdG

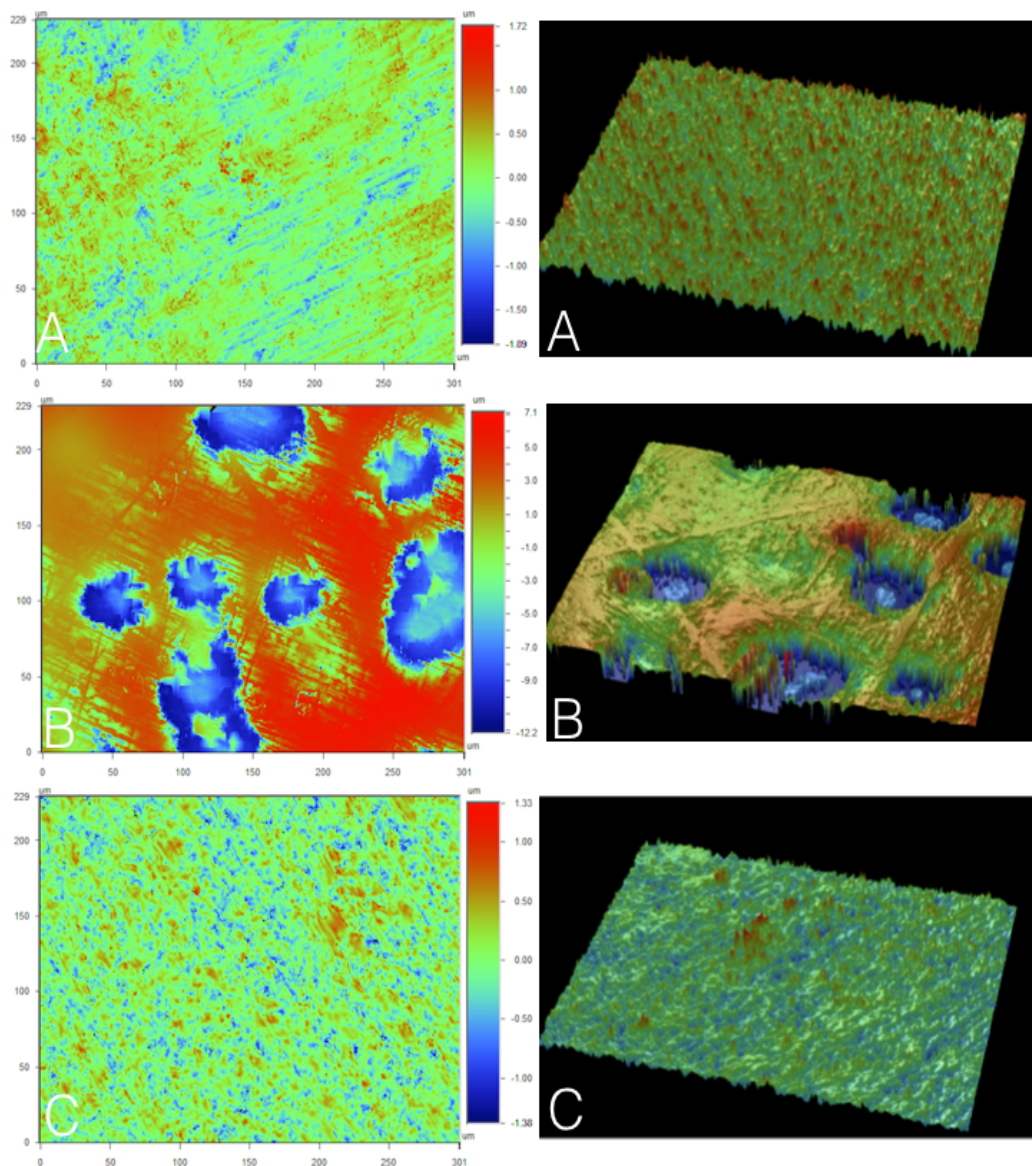
podem ser observadas “ilhas” de aplicação do *glaze*. Estes espécimes apresentaram-se visualmente mais irregulares em comparação aos demais grupos. Este fato não foi observado na imagem representativa do grupo PdG. GPd apresentaram picos e vales mais pronunciados que GPdBd.

Figuras 11 - Figuras em 2D e 3D da topografia de superfície de espécimes dos grupos (A) S, (B) G e (C) PdG



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12 - Figuras em 2D e 3D da topografia de superfície dos espécimes dos grupos (A) GPd, (B) PdBdG e (C) GPdBd. As ilhas em azul na Figura B representam áreas cobertas por *glaze*

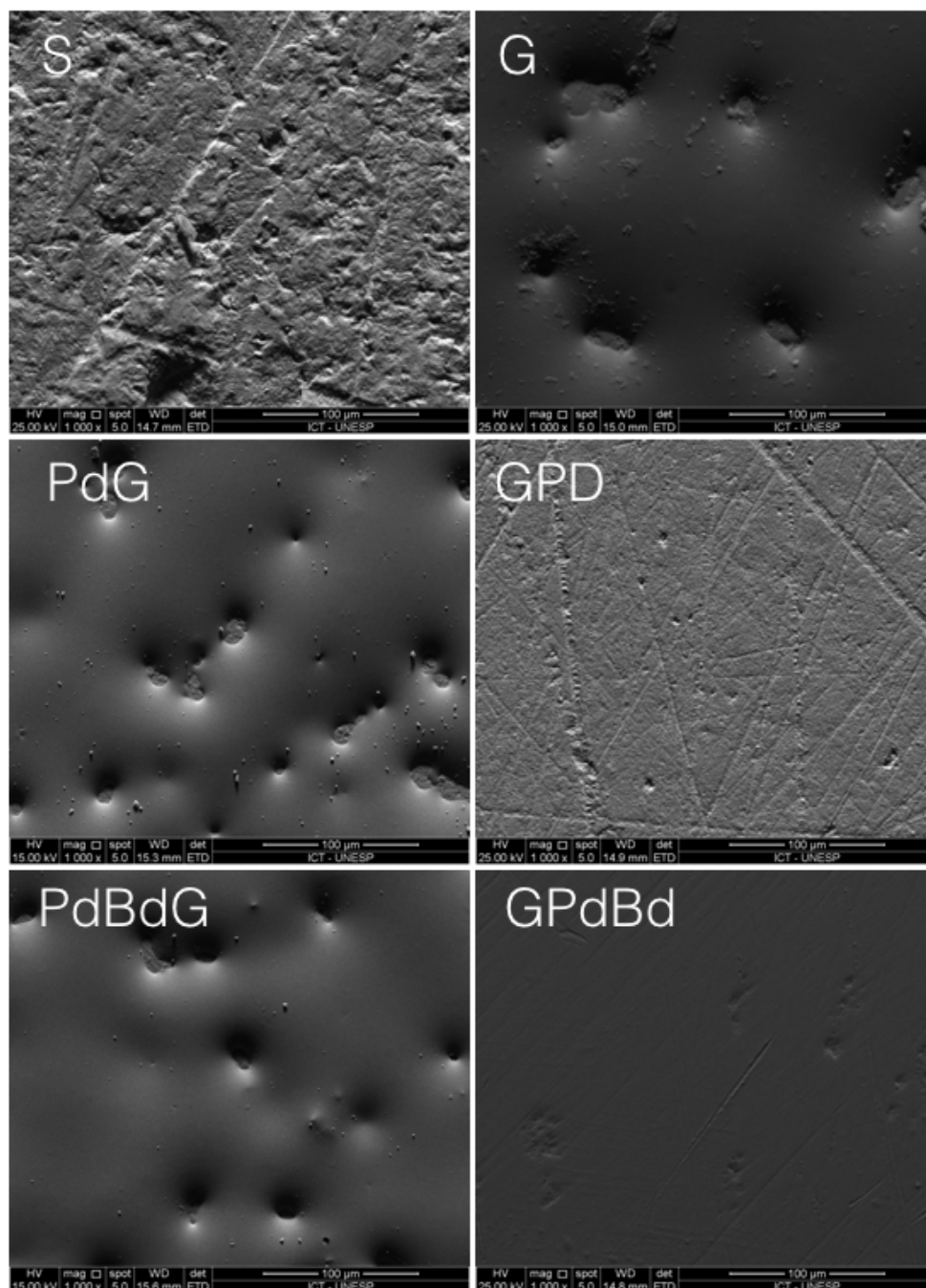


Fonte: Elaborado pelo autor.

As micrografias das superfícies apresentaram as ranhuras decorrentes do polimento na amostra sinterizada (S; Figura 11A), que demonstrou ser mais irregular que a dos grupos que receberam *glaze* (G e PdBdG; Figuras 11B e 12B). Observa-se que o *glaze* não foi capaz de cobrir totalmente a superfície da zircônia

previamente ajustada com ponta diamantada (PdG; Figura 11C), apresentando-se em “ilhas” (Figura 13).

Figura 13 - Micrografias representativas das superfícies tratadas



Legenda: Aumento de 1000X.

Fonte: Elaborado pelo autor.

O desgaste com ponta diamantada removeu grande parte da camada de *glaze* no grupo GPd (Figura 13) e o uso de borrachas abrasivas após desgaste com ponta diamantada na zircônia glazeada (GPdBd) resultou na superfície visualmente mais regular em comparação aos demais grupos (Figura 13).

6 DISCUSSÃO

Este estudo objetivou investigar as propriedades microestruturais da zircônia policristalina estabilizada por óxido de ítrio de alta translucidez, assim como a resistência à fadiga deste material, após a simulação de ajustes oclusais. Para isto, foi avaliada a influência da aplicação de *glaze* e a presença ou ausência do ajuste oclusal, assim como o sistema utilizado para o ajuste, variando também a realização deste antes ou após a aplicação do *glaze*. Após determinação da carga máxima para fratura, foram designados perfis leve, moderado e agressivo de carregamento e os espécimes foram testados mecanicamente pelo método *step-stress*.

O teste de fadiga *step-stress* utilizado neste estudo é um método relativamente novo na pesquisa odontológica e que ainda não foi empregado na avaliação de zircônia de alta translucidez. A razão para utilizar diferentes perfis de carregamento baseia-se na necessidade de distribuir o fracasso em diferentes cargas, permitindo melhores estatísticas de previsão, e assim estreitando os limites de confiança, com base em cálculos de *Weibull*. Neste estudo, as amostras foram testadas mecanicamente sob três perfis de carregamento (leve, moderado ou agressivo) até que ocorresse a falha da amostra, ou a amostra sobrevivência desta ao final do teste. Observou-se que a probabilidade de falha de todos os grupos experimentais foi semelhante na simulação de 300.000 ciclos a 200 N, com chance de sobrevivência média entre 96 e 99%. No entanto, na avaliação de uma missão mais longa (600.000 ciclos sob a mesma carga), a probabilidade de falha aumentou significativamente para o grupo S, atingindo média de sobrevivência de 66%. Assim, a hipótese testada foi parcialmente aceita, uma vez que o grupo que recebeu tratamento de polimento com borrachas e aplicação de *glaze* após o desgaste simulado (GPdBd) apresentou probabilidade de sobrevivência de uma

missão de 600.000 ciclos a 200 N superior em relação as amostras sem tratamento (grupo S), mas se mostrou semelhante aos demais grupos avaliados.

A resistência da zircônia monolítica pode ser afetada pela sua transformação de fase quando submetida a tensões. O mecanismo de transformação de fase funciona como uma barreira que dificulta a propagação da fissura, aumentando a tenacidade à fratura da zircônia (Kim et al., 2009). As transformações de fase podem ocorrer devido a degradação à baixas temperaturas e/ou tensões mecânicas que ocorrem na superfície. Neste estudo não foram observadas alterações significativas na cristalografia da zircônia após as simulações de ajuste clínico, corroborando com as conclusões de Kosmac et al. (1999, 2008), que observaram que o desgaste com pontas diamantadas não promoveu um aumento de fase monoclinica, mas que a introdução de defeitos na superfície levou a uma degradação das propriedades mecânicas. Nossos resultados demonstraram que lixas utilizadas para simular com maior padronização o desgaste com ponta diamantada não resultaram em alterações de fase avaliada por difração de raios X, como também relataram Huh et al. (2016).

Neste estudo, foram também comparadas as rugosidades resultantes de cada protocolo de ajuste oclusal simulado. Conforme esperado, os valores de rugosidade das amostras polidas foram inferiores em comparação com as demais. O polimento final com borracha diamantada gerou a superfície mais lisa (GPdBd) para o parâmetro de amplitude avaliado. Isto suporta a hipótese de que o polimento é capaz de remover alguns dos defeitos induzidos pelos ajustes e, embora também gere defeitos, estes têm distribuição mais favorável reduzindo o padrão de rugosidade superficial, como também mostrou Preis et al. (2015). Cerâmicas com alto padrão de rugosidade levam ao desgaste do esmalte natural, embora a zircônia não se torne tão agressiva ao antagonista como a porcelana feldspática convencional quando rugosa (Armer et al., 2015; Mundhe et al., 2015).

As micrografias dos grupos cuja superfície foi finalizada com aplicação de *glaze* (G, PdG e PdBdG) apresentaram “ilhas” de acúmulo de *glaze*, o que também foi verificado nas imagens de perfilometria de G e PdBdG, o que corrobora com os resultados de rugosidade média mais elevados. A perfilometria de PdG (Figura 11C) não evidencia tais “ilhas” de acúmulo, provavelmente devido a área de avaliação limitada que permite o equipamento. Tanto a imagem de perfilometria quanto a micrografia do GPdBd apresentam superfícies bastante regulares, uma observação que pode ser correlacionada os resultados de rugosidade que se apresentaram inferiores em comparação com amostras que receberam a camada de *glaze* como processo final. A redução da rugosidade após polimento, observada no presente estudo, também foi verificada por Goo et al. (2016). Embora tenham existido diferenças estatísticas e visuais de rugosidade entre os protocolos de ajuste simulado das amostras, os defeitos superficiais aparentemente não tiveram relação com a origem das fraturas.

Sabe-se que coroas de zircônia monolítica apresentam maior resistência à fratura do que as de duas camadas (Ramos et al., 2015) e que a espessura de restaurações totalmente cerâmicas influencia a resistência à fratura (Sun et al., 2014). De acordo com a norma ISO 6872:2015, os espécimes para o teste de resistência à flexão biaxial devem ter diâmetro de 12 mm e espessura de 1,2 mm, mas a literatura apresenta diversos estudos que utilizaram espécimes de Y-TZP ou de outras cerâmicas em dimensões diferentes daquelas indicadas pela norma ISO para testes de flexão biaxial (Anusavice et al., 1992; Hjerpe et al., 2008, 2009; Cattell et al., 2009; Chen et al., 2010; Guess et al., 2010; Lins et al., 2012; Spyropoulou et al., 2016; Dikicier et al., 2017) . Devido a uma limitação do equipamento de fadiga em nível de carga aplicada, este trabalho utilizou amostras com 0,8 mm de espessura após testar monotonicamente amostras de espessuras variadas de 0,6 a 1,4 mm no estudo piloto. Apesar da diferença esperada entre valores de carga para fratura máxima, a resistência calculada permaneceu

relativamente constante dentre as espessuras. Também observou-se que espessuras de 1 mm e acima disso resultariam na sobrevivência de todos os espécimes, mesmo quando fadigados além de 1 milhão de ciclos com cargas excedendo 400 N. Assim, apesar da espessura de 0,8 mm ser menor do que a recomendada pela norma, trata-se de uma espessura clinicamente relevante para coroas monolíticas de zircônia em áreas posteriores. De acordo com os estudos de Nakamura et al. (2015) e de Sorrentino et al. (2015), coroas de zircônia monolítica podem ser confeccionadas em áreas de espessura oclusal mínima de 0,5 mm, possibilitando preparos menos invasivos que podem poupar uma valiosa quantidade de tecido dentário (Nordahl et al., 2015) ou em casos de reduzida altura interoclusal disponível.

A comparação entre resultados de estudos *in vitro* de simulação de ajuste clínico é dificultada pelo fato destes procedimentos não estarem sujeitos à condições padronizadas com variações de tempo, pressão e orientação de carga durante os desgastes. Pereira et al. (2015) realizaram marcações com caneta permanente na superfície das amostras, que foi desgastada até que a tinta fosse apagada. Hmaidouch et al. (2014) padronizaram parâmetros de desgaste (200.000 rpm, 15 s, 2 N de pressão, pontas de 20, 10 e 7,5 μm) e substituíram pontas e borrachas entre cada amostra. Preis et al. (2015) utilizaram outros parâmetros (160.000 rpm, 10 s, 1N, pontas de 27 a 76 μm) e não renovaram os instrumentos de desgaste entre cada amostra. Husain et al. (2016) utilizaram um dispositivo personalizado para posicionar a peça de mão paralelamente à amostra. O presente estudo utilizou lixas d'água montadas em politriz com velocidade e o tempo de desgaste controlados. A granulação da lixa 120, por exemplo, corresponde a granulação de pontas diamantadas de 151 μm (Kim et al., 2010). Estudos futuros avaliando as condições de padronização que melhor simulem ajustes clínicos são necessários.

A fratura clínica dos materiais cerâmicos não ocorre, em geral, de forma

abrupta, por sobrecarga pontual (carga monotônica). A fadiga e o crescimento lento de trincas após um número elevado de ciclos à baixas cargas são os mecanismos mais comuns que eventualmente levam à fratura (Zhang, 2013). Estas falhas ocorrem dependendo de variáveis clínicas, como o meio úmido, a direção e a distribuição da carga aplicada, o tipo de agente de cimentante e a união entre os materiais envolvidos no processo (Kelly et al., 2010). Neste estudo, o ensaio de vida acelerado *step-stress* foi realizado com amostras mantidas submersas em água e carregadas até a fratura (ou até atingirem o final do perfil de carregamento quando elas foram consideradas “sobreviventes”), com uma força máxima de 450 N, que pode ser atingida por pacientes (Paklinks et al., 2010).

Apesar do dano de contato causado pelo dente ou restauração antagonista, as fraturas clínicas podem se iniciar na superfície cimentante (sob tensões de tração) das restaurações (Scherrer et al., 2006, 2008), assim como as fraturas observadas neste estudo, que se iniciaram na superfície de tração e foram relacionadas a defeitos na superfície do material. Desta forma, este teste pode ser considerado como uma importante ferramenta para estudar e prever o comportamento mecânico de materiais cerâmicos como a zircônia com ajustes clínicos simulados e pode ser aplicado em outros tipos de espécimes, como coroas ou próteses fixas, para predição da probabilidade de sobrevivência e simulação de modos de falha clinicamente relevantes.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo e com base nos resultados, Pode-se concluir que:

- a) As simulações de ajuste clínico não alteraram significativamente a cristalografia da zircônia, mas o polimento final com borracha diamantada (GPdBd) resultou em uma superfície mais homogênea em comparação com amostras glazeadas (G, PdG e PdBdG). O *glaze* se acumulou em “ilhas” sobre todas as superfícies glazeadas analisadas;
- b) A zircônia HT não tratada (S) tem menor probabilidade de sobrevivência, após 600.000 ciclos a 200 N, em comparação com a zircônia HT desgastada com ponta diamantada e glazeada (PdG) e após o polimento final com borracha diamantada (GPdBd).

REFERÊNCIAS*

Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil.* 2010 Aug;37(8):641–52. doi: 10.1111/j.1365-2842.2010.02094.x.

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

Anusavice KJ, Shen C, Vermost B, Chow B. Strengthening of porcelain by ion exchange subsequent to thermal tempering. *Dent Mater.* 1992 May;8:149-52;

Baldassarri M, Zhang Y, Thompson VP, Rekow ED, Stappert CF. Reliability and failure modes of implant-supported zirconium oxide fixed dental prostheses related to veneering techniques. *J Dent.* 2011 Jul;39(7):489-98. doi: 10.1016/j.jdent.2011.04.006.

Bergamo E, da Silva WJ, Cesar PF, Del Bel Cury AA. Fracture load and phase transformation of monolithic zirconia crowns submitted to different aging protocols. *Oper Dent.* 2016 Feb 26 Sep-Oct;41(5):E118-E130.

Bonfante EA, Coelho PG, Guess PC, Thompson VP, Silva NR. Fatigue and damage accumulation of veneer porcelain pressed on Y-TZP. *J Dent.* 2010 Apr;38(4):318-24. doi: 10.1016/j.jdent.2009.12.004.

Bonfante EA, Coelho PG. A critical perspective on mechanical testing of implants and prostheses. *Adv Dent Res.* 2016 Mar;28(1):18-27. doi: 10.1177/0022034515624445

Bonfante EA, Suzuki M, Lorenzoni FC, Sena LA, Hirata R, Bonfante G, et al. Probability of survival of implant supported metal ceramic and CAD/CAM resin nanoceramic crowns. *Dent Mater.* 2015 Aug;31(8):168-77. doi: 10.1016/j.dental.2015.05.006.

Bottino MA, Faria R, Valandro LF. Percepção estética em próteses livres de metal em dentes naturais e implantes. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

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

Cattell MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke RL. The development and testing of glaze materials for application to the fit surface of dental ceramic restorations. *Dent Mater*. 2009;25:431-41.

Chen YM, Smales RJ, Yip KHK, Sung WJ. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dent Mater*. 2010;24:1506-11.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43.

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

Delben JA, Barão VA, Ferreira MB, da Silva NR, Thompson VP, Assunção WG. Influence of abutment to fixture design on reliability and failure mode of all ceramic crown systems. *Dent Mater*. 2014 Apr;30(4):408-16. doi: 10.1016/j.dental.2014.01.005. Epub 2014 Feb 6 PMID: 24507998

Dikicier S, Ayyildiz S, Ozen J, Sipahi C. Influence of core thickness and artificial aging on the biaxial flexural strength of different all-ceramic materials: An in-vitro study. *Dent Mater J*. 2017. doi: 10.4012/dmj.2016-157. [Epub ahead of print]

Etman MK, Woolford MJ, Dunne S. Quantitative measurement of tooth and ceramic wear: in vivo study. *Int J Prosthodont*. 2008 May-Jun;21(3):245-52.

Garvie R, Hannink CRH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975 Dec;258:703-4.

Goo CL, Yap A, Tan K, Fawzy AS. Effect of polishing systems on surface roughness and topography of monolithic zirconia. *Oper Dent*. 2016 Jul-Aug;41(4):417-23. doi: 10.2341/15-064-L.

Guess PC, Zhang Y, Kim JW, Rekow ED, Thompson VP. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. *J Dent Res*. 2010;89(6):592-6.

Guess PC, Bonfante EA, Silva NR, Coelho PG, Thompson VP. Effect of core design and veneering technique on damage and reliability of Y-TZP-supported crowns. *Dent Mater*. 2013 Mar;29(3):307-16. doi: 10.1016/j.dental.2012.11.012.

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

Heintze SD. How to qualify and validate wear simulation devices and methods. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):712-34.

Hjerppe J, Närhi T, Fröberg K, Vallittu P, Lassila LVJ. Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness. *Acta Odontol Scand*. 2008;66:262-7.

Hjerppe J, Vallittu PK, Fröberg K, Lassila LVJ. Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide. *Dent Mater*. 2009;25:166-71.

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

Huh YH, Park CJ, Cho LR. Evaluation of various polishing systems and the phase transformation of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent*. 2016 Sep;116(3):440-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.01.021.

Husain NA, Özcan M. A study on topographical properties and surface wettability of monolithic zirconia after use of diverse polishing instruments with different surface coatings. *J Prosthodont*. 2016 Jul 28. doi: 10.1111/jopr.12515. doi:10.1111/jopr.12515 [Epub ahead of print].

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

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

Kim HK, Kim SH, Lee JB, Ha SR. Effects of surface treatments on the translucency, opalescence, and surface texture of dental monolithic zirconia ceramics. *J Prosthet Dent*. 2016 Jun;115(6):773-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.11.020.

Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y- TZP ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2009 Nov;1(3):113-7. doi: 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 Jan;89(1):91-5. doi: 10.1177/0022034509354193.

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

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*. 1999 Nov;15(6):426-33.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4):304-13.

Kosmac T, Oblak C, Maier L. The effects of dental grinding and sandblasting on aging and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Eur Ceram Soc*. 2008;28:1085-90.

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

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

Lima JM, Souza AC, Anami LC, Bottino MA, Melo RM, Souza RO. Effects of thickness, processing technique, and cooling rate protocol on

the flexural strength of a bilayer ceramic system. *Dent Mater.* 2013 Oct;29(10):1063-72. doi: 10.1016/j.dental.2013.07.019. Epub 2013 Aug 17.

Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and Weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosthodont.* 2012;21(5):353-62.

Marchack BW, Sato S, Marchack CB, White SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2011 Sep;106(3):145-52. doi: 10.1016/S0022-3913(11)60112-1.

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

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

Nordhal N, Vult von Steyern P, Larsson C. Fracture strength of ceramic monolithic crown systems of different thickness. *J Oral Sci.* 2015 Sep;57(3):255-61. doi: 10.2334/josnurd.57.255.

Palinks M, Nassar MS, Cecílio FA, Siessere S, Semprini M, Machado de Sousa JP, et al. Age and gender influence on maximal bite force and masticatory muscles thickness. *Arch Oral Biol.* 2010 Oct;55(10):797-802. doi: 10.1016/j.archoralbio.2010.06.016.

Pereira G, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015 May;45:183-92. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.12.009. Epub 2014 Dec 25.

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

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

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

Ramos GF, Monteiro EB, Bottino MA, Zhang Y, Marques de Melo R. Probability of three designs of zirconia crowns. *Int J Periodontics Restor Dent.* 2015 Nov-Dec;35(6):843-9. doi: 10.11607/prd.2448.

Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc.* 1985 Jun;68(6):356-9.

Santana T, Zhang Y, Guess P, Thompson VP, Rekow ED, Silva NR. Off-axis sliding contact reliability and failure modes of veneered alumina and zirconia. *Dent Mater.* 2009 Jul;25(7):892-8. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.093.

Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR. Failure analysis of ceramic clinical cases using qualitative fractography. *Int J Prosthodont.* 2006 Mar-Apr;19(2):185-92.

Scherrer SS, Quinn GD, Quinn JB. Fractographic failure analysis of a Procera AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy. *Dent Mater.* 2008 Aug;24(8):1107-13.

Shembish FA, Tong H, Kaizer M, Janal MN, Thompson VP, Opdam NJ, et al. Fatigue resistance of CAD/CAM resin composite molar crowns. *Dent Mater.* 2016 Apr;32(4):499-509. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.005.

Silva NR, Bonfante EA, Martins LM, Valverde GB, Thompson VP, Ferencz JL, et al. Reliability of reduced thickness and thinly veneered lithium disilicate crowns. *J Dent Res.* 2012 Mar;91(3):305-10. doi: 10.1177/0022034511433504.

Sorrentino R, Triulzio C, Tricarico MG, Bonadeo G, Gherlone EF, Ferrari M. In Vitro analysis of CAD-CAM monolithic zirconia molar crowns with different occlusal thickness. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Apr 14;61:328-33. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.04.014.

Spyropoulou PE, Kamposiora P, Eliades G, Papavasiliou G, Razzoog ME, Thompson JY, et al. Composition, phase analysis, biaxial flexural strength, and fatigue of unshaded versus shaded Procera zirconia ceramic. *J Prosthet Dent.* 2016;116(2):269-76.

Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain

size, four-point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Jun;59:128-38. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.040.

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

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials.* 2007 Jun;28(17):2695-705.

Sun T, Zhou S, Lai R, Liu R, Ma S, Zhou Z, et al. Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014 Jul;35:93-101. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.03.014.

Zhang Y, Lee JJ, Srikanth R, Lawn BR. Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. *J Dent.* 2013a Dec;29(12):1201-08. doi: 10.1016/j.dental.2013.09.004.

Zhang Y, Sailer I, Lawn BR. Fatigue of dental ceramics. *J Dent.* 2013b Dec;41(12):1135-47. doi: 10.1016/j.jdent.2013.10.007.