



UNESP – Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Gabriela Scatimburgo Polli

**Efeito de métodos de desgaste com pontas
diamantadas e da ressinterização sobre o limite de
fadiga flexural de uma zircônia parcialmente
estabilizada por ítria**

Araraquara

2014



UNESP – Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Gabriela Scatimburgo Polli

**Efeito de métodos de desgaste com pontas
diamantadas e da ressinterização sobre o limite de
fadiga flexural de uma zircônia parcialmente
estabilizada por ítria**

Dissertação apresentada ao programa de
Pós-graduação em Reabilitação Oral Área
de Prótese, da Faculdade de Odontologia de
Araraquara, da Universidade Estadual
Paulista para obtenção do título de mestre
em Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

Araraquara

2014

GABRIELA SCATIMBURGO POLLI

EFEITO DE MÉTODOS DE DESGASTE COM PONTAS
DIAMANTADAS E DA RESSINTERIZAÇÃO SOBRE O LIMITE
DE FADIGA FLEXURAL DE UMA ZIRCÔNIA PARCIALMENTE
ESTABILIZADA POR ÍTRIA

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de mestre

Presidente e orientador: **Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis**

2º examinador: **Profa. Dra. Lígia Antunes Pereira Pinelli**

3º examinador: **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**

Araraquara, 24 de Fevereiro de 2014.

DADOS CURRICULARES

GABRIELA SCATIMBURGO POLLI

NASCIMENTO: 26/01/1988 - Jaú - SP

FILIAÇÃO: Edson Fernando Polli

Gislene Aparecida Augusto Scatimburgo Polli

2007- 2011: Curso de Graduação - Faculdade de Odontologia de Araraquara -
UNESP

2012- 2014: Mestrado em Reabilitação Oral - Faculdade de Odontologia de
Araraquara - UNESP

DEDICATÓRIA

Agradeço a princípio a **Deus**, que me acompanha durante toda a minha caminhada pela vida, que me ilumina nos momentos de dificuldade e me proporciona momentos de muita alegria.

Aos meus pais, **Edson Fernando Polli** e **Gislene Ap. A. Scatimburgo Polli**, pelo imenso apoio em todos os meus momentos, muito amor e gratidão a vocês.

Ao meu orientador, Prof. Dr. **José Maurício dos Santos Nunes Reis**, pela orientação e amizade, pelo conhecimento compartilhado e contribuição para meu crescimento profissional e pessoal.

À **Gabriel Rodrigues Hatanaka**, por todos os nossos dias juntos, pela sua presença, compreensão e pelos ensinamentos de uma vida melhor, toda minha admiração, gratidão e amor.

À **Isabela Scatimburgo Polli**, por estar sempre ao meu lado, à **Bruno Scatimburgo**, por fazer parte da minha vida, à **Mariley Augusto Scatimburgo**, por todo o amor e à **Walter Scatimburgo** com amor e com muita saudade, à **Maria Angela Scantimburgo** por acreditar sempre em mim e a todos os meus familiares que sempre estiveram ao meu lado.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que direta ou indiretamente contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP na pessoa de sua diretora, Profa. Dra. **Andréia Affonso Barretto Montandon** e de sua vice-diretora, Profa. Dra. **Elaine Maria Sgavioli Massucato**.

Aos funcionários e docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese na pessoa de seu chefe Prof. Dr. **Francisco de Assis Mollo Júnior** e de seu vice-chefe, Profa. Dra. **Lígia Antunes Pereira Pinelli**.

Ao Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral na pessoa de sua coordenadora, Profa. Dra. **Ana Claudia Pavarina** e de sua vice-coordenadora, Profa. Dra. **Renata Garcia Fonseca**.

À Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP pelo auxílio financeiro concedido para a realização deste trabalho (processo nº 2011/20860-9).

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES.

Ao amigo sempre presente e disposto a ajudar **Filipe de Oliveira Abi Rached**, meu muito obrigada.

E a todos os amigos que fazem parte da minha vida.

"Sua tarefa é descobrir o seu trabalho e, então, com todo o coração,
dedicar-se a ele."

Buda

Polli GS. Efeito de métodos de desgaste com pontas diamantadas e da ressinterização sobre o limite de fadiga flexural de uma zircônia parcialmente estabilizada por ítria [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do desgaste, seguido ou não por ressinterização, sobre o limite de fadiga flexural da cerâmica LavaTM Y-TZP (3M ESPE). Cento e vinte espécimes em forma de barra foram obtidos: 20×4,0×1,2mm (n=40) e 20×4,0×1,5mm (n=80). Metade dos mais finos constituiu o grupo controle (C), enquanto que os mais grossos foram desgastados com ponta diamantada (4ZR, Komet-Brasseler) sob refrigeração constante (DI) ou não (D). A outra metade das amostras mais finas, e das desgastadas foram ressinterizadas (1000°C, 30 min), resultando nos grupos CR, DIR e DR. As amostras foram avaliadas pelo método de escada, de Dixon e Mood, com o nível de estresse inicial a 60 % da resistência à flexão monotônica. Os espécimes foram montados em dispositivo de quatro pontos de flexão em saliva artificial a 37±1°C, e submetidos a 500.000 ciclos a 10 Hz. MEV (500X) a partir do lado de tração de amostras não fraturadas (n=3), e do controle não fadigado (n=3) foi utilizada para avaliar a topografia da superfície. Além disso, MEV (30X e 100X) foi realizada em amostras fraturadas de cada grupo experimental (n=3) para determinar a origem das falhas. Dados de testes de fadiga foram analisados estatisticamente por ANOVA a dois fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Desgaste, com refrigeração ou não, aumentou o limite de fadiga dos grupos não ressinterizados. Não houve diferença significativa entre os grupos ressinterizados. Ressinterização aumentou significativamente o limite de fadiga do grupo C. Ciclagem e ressinterização não alteraram a topografia da superfície da zircônia. Desgaste criou sulcos aparentes na superfície. Independentemente dos grupos experimentais, as falhas iniciaram no lado de tração. O desgaste aumentou o limite de fadiga por flexão da Y-TZP, enquanto a ressinterização não forneceu aumento significativo do limite de fadiga das amostras desgastadas.

Palavras-chave: materiais dentários; cerâmica; resistência de materiais; microscopia eletrônica de varredura.

Polli GS. Effect of grinding methods with diamond burs and re-sintering on the flexural fatigue limit of a zirconia partially stabilized by yttria [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

Abstract

The purpose of this study was evaluate the effect of grinding protocols, followed or not by resintering, on the flexural fatigue limit of the Lava™ Y-TZP (3M ESPE) ceramic. One hundred and twenty bar-shaped specimens were obtained: 20×4.0×1.2mm (n=40) and 20×4.0×1.5mm (n=80). Half of the thinner specimens constituted the as-sintered (control) group (*AS*), while the thicker ones were ground with diamond burs (4ZR, Komet-Brasseler) under constant irrigation (*WG*) or not (*G*). The other half of the thinner specimens, and half of the ground ones were resintered (1000°C for 30 min), resulting in the *ASR*, *WGR* and *GR* groups. The samples were evaluated by the staircase method, proposed by Dixon and Mood, with the initial stress level set at 60 % of the monotonic flexural strength. Specimens were mounted in a four-point flexural fixture in artificial saliva bath at 37±1°C, and subjected to 500,000 cycles at 10 Hz. SEM (×500) images from the tensile side of non-fractured specimens (n=3), and of non-fatigued as-sintered ones (n=3) were used to evaluate the surface topography. In addition, SEM analyses (×30 and ×100) were performed in fractured specimens of each experimental group (n=3) to determine the origin of the failures. Data from fatigue testing were statistically analyzed by 2-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha=0.05$). Grinding, performed with irrigation or not, increased the fatigue limit of the non-resintered groups. There was no significant difference among the resintered groups. Resintering significantly increased the fatigue limit of *AS* group. Cyclic loading and resintering did not change the surface topography of zirconia. Grinding created apparent grooves on the zirconia surface. Regardless of the experimental groups, failures initiated at the tensile side of the specimens. Grinding increased the flexural fatigue limit of Lava™ Y-TZP, while resintering did not provide a significant increase in the fatigue limit of the ground specimens.

Keywords: dental materials; ceramics; material resistance; scanning electron microscopy.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 REVISÃO DA LITERATURA	15
3 PROPOSIÇÃO	50
4 MATERIAL E MÉTODO	52
5 RESULTADO	60
6 DISCUSSÃO	69
7 CONCLUSÃO	76
REFERÊNCIAS	78

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O dióxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um óxido metálico polimórfico presente em três formas cristalinas na natureza. Essas formas são denominadas monoclinica (*m*), tetragonal (*t*) e cúbica (*c*). Na temperatura ambiente, a zircônia pura é monoclinica, sendo essa fase estável até a temperatura de $1170\text{ }^\circ\text{C}$ ⁴⁷. Acima dessa temperatura, esse material se transforma em sua fase tetragonal e entre 2370 e $2680\text{ }^\circ\text{C}$ em sua fase cúbica^{20,47}. Uma característica deste material é que ele sofre mudança de sua estrutura cristalina de tetragonal para monoclinica²⁰ durante resfriamento, resultando em aumento de volume de 3,0 a 5,0 %, o que pode induzir tensões que, quando acumuladas, podem resultar em falhas mecânicas³⁴. De acordo com Piconi, Maccauro⁴⁷, essas falhas/ tensões na zircônia pura podem, com frequência, resultar em fratura do material na temperatura ambiente, mesmo após sua sinterização entre 1500 e $1700\text{ }^\circ\text{C}$. Dessa forma, óxidos metálicos como o óxido de cério (CeO_2), magnésio (MgO) e de ítrio (Y_2O_3) têm sido utilizados para a estabilização parcial da zircônia. A adição de 2 - 3,0 mol % de ítria na zircônia pura produz matriz cristalina tetragonal metaestável, mesmo em temperatura ambiente, proporcionando aumento na resistência à flexão e tenacidade à fratura^{10,64}.

Devido às propriedades como elevada resistência mecânica flexural, dureza e tenacidade à fratura⁶⁵, na ordem de 700 a 1200 MPa, 12 a 13 GPa e 6 a 8 MPa/m^{1/2}, respectivamente, além de adequada biocompatibilidade²⁹, estética³⁸ e baixa condutividade térmica e elétrica⁴⁹, a zircônia parcialmente estabilizada com ítria (*Y-TZP*) tem sido muito utilizada na Odontologia em vários procedimentos de prótese fixa convencional e/ ou sobre implantes^{32,33,42,43,48,53,65} e na ortodontia para a confecção de bráquetes estéticos⁵⁹. Studart et al.⁶¹ (2007) demonstraram que cerâmicas à base de zircônia são apropriadas para resistir ao elevado estresse que incide sobre próteses múltiplas sem metal, podendo ser utilizada para a confecção de estruturas com até sete elementos. Além disso, estudos dinâmicos de fadiga^{60,63} permitiram verificar que a zircônia parcialmente estabilizada pode suportar condições críticas de carregamento mecânico, sendo considerada um material promissor para a confecção de restaurações unitárias e próteses fixas anteriores e posteriores. Em sua revisão sistemática, Nakamura et al.⁴³ (2010) observaram, ainda, que a zircônia tem se mostrado um material adequado para ser utilizado como pilar de próteses sobre implantes. Contudo, apesar de suas vantagens, os

autores afirmam que, com o envelhecimento mecânico e térmico, há uma transformação progressiva da fase metaestável tetragonal para monoclinica, podendo haver comprometimento significativo de suas propriedades mecânicas. Dessa forma, a estabilidade das propriedades mecânicas em longo prazo deve ser considerada para que os procedimentos terapêuticos realizados com esse material sejam efetuados de forma segura⁸.

Outro aspecto de fundamental importância é a possível influência do desgaste mecânico com pedras montadas e fresas diamantadas nas propriedades da zircônia parcialmente estabilizada após sinterização. É muito comum que as infraestruturas para coroas e próteses de zircônia sejam desenhadas, para posterior fresagem e sinterização em sistemas computadorizados (*CAD/CAM*), com mínimo sobrecontorno em sua margem cervical como margem de segurança (cerca de 0,1 a 0,2 mm). Assim, após sinterização as mesmas são submetidas a acabamento com auxílio de borrachas e pedras específicas em seus troqueis individuais. Além disso, não é incomum necessitarmos de pequenos ajustes clínicos por meio de desgaste com fresas diamantadas para se obter adequado espaço interoclusal para a cerâmica de revestimento, adequada adaptação marginal de infraestruturas, bem como correto perfil de emergência e contorno axial de pilares sobre implantes. De acordo com Swain⁶² (1985), a influência do desgaste/ acabamento na resistência flexural da zircônia é contraditória e relacionada ao volume percentual de transformação da zircônia, o qual, por sua vez, depende da metaestabilidade da transformação da fase tetragonal em monoclinica, da severidade do desgaste e da temperatura desenvolvida localmente. Estudos avaliando a resistência da zircônia utilizada para infraestruturas de próteses fixas, verificaram que os procedimentos de acabamento, polimento ou jateamento^{1,35} e tratamento térmico^{14,22} podem alterar suas propriedades mecânicas. Garvie et al.²⁰ (1975) foram os primeiros a indicar que quando comparado a um polimento mínimo (granulação fina), o desgaste pode aumentar a resistência mecânica das cerâmicas que contém zircônia na fase metaestável tetragonal. Segundo estes autores, esse fenômeno se deve à associação entre a transformação de fase $t \rightarrow m$ e a formação de forças compressivas superficiais, ou seja, pode ocorrer um processo de tenacificação do material. Além disso, no estudo de Adatia et al.² (2009), o preparo de pilares de zircônia sob refrigeração copiosa não comprometeu a resistência à fratura de conjuntos implante-pilares simulados. De acordo com outros autores⁷⁰, os pilares

cerâmicos fraturaram sob a influência de cargas acima daquelas máximas suportadas na região anterior da cavidade bucal (90 - 370 N). Apesar disso, esse tipo de pilar tem apresentado média de resistência à fratura inferior quando submetido a testes de carregamento mecânico cíclico⁴³. Tem sido observada uma diminuição na força máxima suportada por pilares de zircônia de 672 N para menos de 405 N após carregamento mecânico utilizando carga entre 100 e 450 N e máximo de 5.000.000 ciclos de carga, de acordo com as variáveis dos estudos^{21,43,70}.

Apesar dos resultados expostos anteriormente, diversos estudos^{11,34,35,50,67} abordam de maneira conflitante a questão dos efeitos dos tratamentos/ acabamentos/ polimentos na propriedades mecânicas da zircônia. Isso provavelmente possa ser explicado por dois mecanismos distintos: 1 - a zircônia sofre o processo de tenacificação de sua estrutura, o qual consiste na transformação de sua fase tetragonal metaestabilizada em fase monoclinica à temperatura ambiente²⁵. Essa transformação está associada à expansão volumétrica, conforme descrito anteriormente, que induz forças compressivas que impedem a propagação das microtrincas superficiais^{30,34}, 2 - a alteração de fase não é capaz de conter a trinca e, conseqüentemente, ocorre propagação das microtrincas em direção ao interior do material, culminando em redução significativa da resistência^{1,23,31}. Além disso, de acordo com Kosmac et al.³⁴ (1999), pode ser que com um estresse mais agressivo como, por exemplo, o torneamento ou desgaste da zircônia, ocorra aumento excessivo da temperatura e, com isto, haja transformação de fase inversa $m \rightarrow t$, que também pode ser responsável pela diminuição da resistência do material devido ao alívio dos estresses de compressão. Apesar da possibilidade de ocorrência desses mecanismos, Işeri et al.²⁸ (2010) verificaram a influência de diferentes formas de desgaste sobre a resistência flexural de uma zircônia parcialmente estabilizada, não havendo, inclusive, diferença em relação ao grupo controle não submetido a desgaste. Por outro lado, de acordo com Luthardt et al.³⁷ (2002), os procedimentos de desgaste da zircônia parcialmente estabilizada devem ser realizados com muito cuidado para que as próteses obtidas por meio do sistema *CAD/CAM* sejam consideradas mais confiáveis. Da mesma forma, Denry, Holloway¹⁴ (2006), por meio de um estudo microestrutural e de cristalografia, afirmam que o desgaste mecânico pode ter um impacto negativo na resistência longitudinal da *Y-TZP*. Apesar desses resultados negativos, segundo os autores, o procedimento de ressinterização pós-desgaste pode ser benéfico, podendo evitar o comprometimento da zircônia após

pequenos ajustes. Corroborando esses resultados, Sato et al.⁵⁴ (2008) verificaram que a quantidade de fase monoclinica na zircônia parcialmente estabilizada, após desgaste superficial por meio de jateamento, foi progressivamente diminuída com tratamentos térmicos de 500 a 1200 °C, realizados durante 5 minutos. Além disso, os autores observaram que a diminuição na quantidade de fase monoclinica gerada pelo tratamento de superfície foi maior nas temperaturas mais elevadas.

Apesar da existência de estudos^{14,28,37,50,58,67} sobre as possíveis consequências de desgastes, acabamentos, polimentos e jateamentos nas propriedades mecânicas da zircônia parcialmente estabilizada, pouco se sabe a respeito da influência desses desgastes, bem como da ressinterização pós-desgaste, sobre o limite de fadiga mecânica desse material. Uma das formas de se avaliar a resistência à fadiga de um material é por meio da utilização do método de escada. Tem sido comprovado que esse método é adequado para a mensuração da resistência mecânica cíclica de um material⁶⁹, sendo, portanto, amplamente utilizado para a avaliação do limite de fadiga de vários materiais odontológicos e sistemas de união^{6,18,36,66}, incluindo estudos recentes com zircônia^{24,41}.

Levando em consideração que a submissão da zircônia a estresse mecânico pode acarretar na alteração do mecanismo deste material em se tenacificar³⁵ e favorecer a propagação subcrítica de microtrincas que é potencializada na presença de umidade⁹, julgamos importante avaliar o efeito da ressinterização sobre o limite de fadiga da *Y-TZP*, frente a situações clínicas e laboratoriais de desgastes simulados. É importante ressaltar que não há na literatura estudo que tenha verificado a influência da ressinterização sobre o limite de fadiga por método de escada da *Y-TZP* após diferentes métodos de desgaste simulados.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

Dixon, Mood¹⁶, em 1948, relataram que a técnica padrão para lidar com a sensibilidade dos dados de dosagem de mortalidade é a desenvolvida por Bliss e Fisher. Neste artigo os autores apresentam uma técnica alternativa, na qual as observações são realizadas em indivíduos e não em grupos o que pode ser favorável em determinadas situações.

Garvie et al.²⁰, em 1975, abordam em seu artigo a questão da transformação de fase que ocorre na zircônia e a influência que essas alterações estruturais podem exercer sobre as propriedades do material, elevando sua resistência.

Swain⁶², em 1985, discorre sobre a zircônia parcialmente estabilizada por ítria e a zircônia parcialmente estabilizada por magnésia. O autor sugere que, em cerâmicas, o estresse que inicia a transformação de fase de tetragonal para a fase monoclinica pode influenciar a resistência desses materiais.

Springate et al.⁵⁹, em 1991, examinaram bráquetes cerâmicos de óxido de zircônio em relação à resistência à tração e ao cisalhamento. Foram utilizados 2 adesivos fotopolimerizáveis (Prismafil and Heliosit) e 1 adesivo quimicamente ativado (Delphic). Microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas para investigar o modo de falha. As forças de ligação obtidas com Prismafil foram significativamente ($P < 0,05$) inferiores a Heliosit e Delphic, entre os quais não foram encontradas diferenças significativas. Todas as amostras falharam na interface bracket-adesivo.

Em 1995, Braem et al.⁶ investigaram o comportamento de fadiga de vários materiais restauradores dentários, incluindo compósitos, ionômero de vidro e um ionômero de vidro reforçado por resina. O teste de fadiga foi realizado seguindo a abordagem de escada e com os espécimes imersos em água ou não. Foram analisados o módulo de Young, resistência à fratura e limite de fadiga à flexão. De forma geral todos os materiais apresentaram uma diminuição no módulo de Young seguida de sorção de água. Com exceção do ionômero de vidro reforçado por resina, a mesma tendência foi observada para o teste de resistência à fratura. O mesmo não ocorreu para o teste de limite de fadiga à flexão. Segundo os autores a diversidade estrutural dos materiais compósitos e ionômeros de vidro não permitiram que os resultados fossem extrapolados para outros materiais semelhantes.

Yamamoto et al.⁶⁹, em 1995, investigaram a resistência à fadiga e a resistência à tração de resinas compostas armazenadas em água. Foram utilizadas 2 resinas compostas fotopolimerizáveis: uma resina híbrida e uma macroparticulada. Amostras em forma de haltere foram preparadas. Após o armazenamento a 37 °C por 24 horas, 1 mês, 3 meses, 6 meses e 12 meses foram realizados os testes de fadiga e de tração. O método de escada foi utilizado para analisar a resistência à fadiga sob uma carga cíclica de 100.000. A resistência à fadiga da resina híbrida armazenada por 24 horas foi 54,7 MPa e a da macroparticulada 28,1 MPa. A força de fadiga para ambos os tipos de resina diminuíram durante o armazenamento de água. A resistência à tração da resina híbrida foi de 77,0 MPa e a da macroparticulada 53,5 MPa. Após 12 meses de armazenamento, a resistência à tração da resina híbrida permaneceu inalterada durante a armazenagem em água, enquanto que para a resina macroparticulada diminuiu.

No ano seguinte, Drummond et al.¹⁷ avaliaram o efeito do modo de teste (fadiga cíclica contra carga estática), tratamentos de superfície (ácido fosfórico 32 %, ácido fosfórico 10 %, e não condicionamento ácido), e tipo de teste de cisalhamento sobre os resultados dos testes de cisalhamento de adesivos odontológicos. Os espécimes foram armazenados em água destilada e ensaiados em modo de cisalhamento a uma taxa de carregamento de 2,0 mm/min. Os espécimes foram carregados de modo estático ou por 1000 ciclos, utilizando uma abordagem de escada. Não houve diferença estatisticamente significativa em relação ao tipo de teste de cisalhamento. A força de ligação resultantes da fadiga cíclica das amostras condicionadas foi aproximadamente 51 % do valor de carga estática. Ácido fosfórico a 10 % foi tão eficaz quanto a 32 % para condicionamento da dentina.

A International Standard Organization²⁷, em 1997, publicou a especificação n° 6872 referente aos requisitos e métodos de ensaio correspondentes para materiais cerâmicos odontológicos. De acordo com a norma, o ensaio de resistência à flexão deve ser realizado em corpos-de-prova nas seguintes dimensões, 20 ± 0,02 mm de comprimento, 4,0 ± 0,02 mm de largura e 1,20 ± 0,02 mm de espessura. Para a realização do ensaio mecânico flexural recomenda-se velocidade constante de 0,5 mm/min.

Em 1998, Dewji et al.¹⁵ realizaram um estudo com o objetivo de determinar a resistência de união de ionômero de vidro e selantes de ionômero de vidro modificados por resina em comparação com selante de Bis-GMA. Para essa

finalidade foram utilizados testes de fadiga ao cisalhamento tanto estático quanto cíclico. Quatro foram os materiais avaliados: selante de Bis-GMA com condicionamento com ácido fosfórico a 10 %; selante de ionômero de vidro modificado por resina com condicionamento com ácido poliacrílico a 20 %; selante de ionômero de vidro modificado por resina com condicionamento com ácido poliacrílico a 10 % e selante de ionômero de vidro quimicamente ativado sem condicionamento ácido. Com base nos resultados, os autores concluíram que os selantes de ionômero de vidro modificados por resina apresentaram melhores resultados em relação à resistência de união à fadiga.

Josset et al.²⁹, em 1999, avaliaram a biocompatibilidade de 2 materiais implantáveis de cerâmica, zircônia e alumina, utilizando culturas de células de osteoblastos humanos. Foi observada a ausência de qualquer efeito citostático ou citotóxico. A proliferação celular e a síntese de proteína eram semelhantes às células de controle. Também foi observado contato íntimo entre os osteoblastos e os substratos, células bem espalhadas foram observadas na superfície de ambos os materiais. Capacidade de adesão e características morfológicas foram preservadas em culturas de osteoblastos com estes substratos. Este estudo mostrou a capacidade destas células para a elaboração da matriz extracelular composta de colágeno tipo I e V, osteocalcina, osteonectina, sialoproteína óssea e fibronectina celular. Não foram detectadas quaisquer alterações na síntese de DNA e proliferação celular.

Neste mesmo ano, Kosmac et al.³⁴ avaliaram o efeito do desgaste e do jateamento na microestrutura, na resistência à flexão biaxial e na confiabilidade de 2 cerâmicas policristalinas tetragonais a base de zircônia estabilizada por ítria (*Y-TZP*), uma com microestrutura com granulação mais fina e outra com granulação mais grossa. Sessenta discos de cada material foram divididos em 6 grupos de 10 e para cada grupo um tratamento de superfície diferente foi aplicado sendo, desgaste sem água, desgaste com água, jateamento, desgaste sem água seguido de jateamento, jateamento seguido de desgaste sem água, e um grupo controle. Resistência à flexão biaxial foi determinada e os dados foram analisados por meio de ANOVA e Tukey ($P < 0,05$), e Weibull foi utilizado para analisar a variabilidade da resistência à flexão. Foram calculadas a quantidade relativa de fase monoclinica transformada, a profundidade da zona transformada e o tamanho crítico do defeito. Não houve diferença significativa entre os controles dos diferentes materiais a base de zircônia.

Diferenças significativas foram encontradas entre grupo controle e desgaste de material de granulação mais fina tanto com quanto sem água. Jateamento aumentou significativamente a força dos materiais de granulação mais fina e mais grossa. Todos os procedimentos de tratamento de superfície reduziram o módulo de Weibull. Após o jateamento maior quantidade de fase monoclínica foi encontrada e maior profundidade de zona transformada. A maior média de dimensão crítica do defeito foi observada para o procedimento de desgaste. Com base nesses achados os autores concluem que o procedimento de jateamento pode atuar como reforço para materiais a base de zircônia porém procedimentos de desgaste podem levar a degradação da resistência e confiabilidade.

Ainda em 1999, segundo Picone et al.⁴⁷, cerâmicas a base zircônia têm várias vantagens sobre outros materiais cerâmicos devido ao mecanismo de transformação de tenacidade que tende a melhorar as propriedades mecânicas do material. O uso da zircônia como um biomaterial tem sido estudado e a zircônia *Y-TZP* tem sido utilizada na área médica. Os desenvolvimentos concentram-se sobre a química de precursores, nos processos de formação e sinterização, e na superfície final dos componentes. As características microestruturais influenciam o comportamento da cerâmica *TZP*, propriedades mecânicas e sua estabilidade, o desgaste, e a biocompatibilidade.

Hannink et al.²⁵, em 2000, centraram-se no estudo da transformação de fase tetragonal para monoclínica na zircônia, na aplicação do comportamento da transformação de endurecimento e do controle microestrutural necessário para utilização dos benefícios de cerâmicas a base de zircônia fortalecidas.

Também em 2000, Kosmac et al.³⁵ avaliaram o efeito do desgaste de superfície e do jateamento na resistência à flexão biaxial e confiabilidade das cerâmicas *Y-TZP* contendo 3,0 % em mol de ítria. A susceptibilidade de materiais não tratados e tratados mecanicamente para a degradação de baixa temperatura sob as condições adaptadas para testar a solubilidade química de cerâmicas dentárias também foi investigada. Duas classes normais (*TZ-3YB* e *TZ-3YSB*), da mesma composição química, mas diferentes na sua dimensão média de grão foram utilizadas. O terceiro material (*ZT-3YS-E*) continha 0,25 % de adição de alumina para suprimir a transformação da fase tetragonal para monoclínica durante o envelhecimento. Discos das zircônias avaliadas ($15,5 \pm 0,03$ mm de diâmetro e $1,5 \pm 0,03$ mm de altura) foram divididos em 10 grupos com diferentes tratamentos de

superfície: desgaste com grão grosso (150 μm) e grão fino (50 μm) com e sem refrigeração, jateamento por 15 s com partículas de 110 nm de óxido de alumínio a 4,0 bar. Difratometria de Raios-X (*XRD*) foi realizada antes e após os tratamentos. Testes de resistência à flexão biaxial foram aplicados aos discos de zircônia. A estabilidade foi avaliada em ambiente aquoso, em meio ácido e alcalino. A significância estatística das diferenças entre os dados foram analisados com ANOVA, seguido pelo teste HSD de Tukey a um nível de significância de 0,05. A variabilidade dos valores de resistência à flexão foi analisada usando a função de distribuição de Weibull de dois parâmetros. A tenacidade à fratura foi mensurada pela técnica de indentação utilizando carga de 200 N. O material com granulação mais fina exibiu a maior resistência após sinterização, mas foi menos tolerante aos danos do que o material com granulação mais grossa. Após a extração com a solução de ácido acético e a solução de amoníaco uma quantidade significativa de fase tetragonal tinha se transformado em fase monoclinica ainda sem a ocorrência de microfissuras e degradação da resistência. Classes de cerâmicas *Y-TZP* padrão são mais resistentes em meio alcalino do que em ambiente ácido. Há forte dependência da dimensão do grão na transformação de fase controlada. *Y-TZP* contendo pequena quantidade de alumina exibiu maior tolerância aos danos e estabilidade superior em meio ácido.

Luthardt et al.³⁷, em 2002, analisaram a resistência e a confiabilidade da cerâmica à base de zircônia *Y-TZP* em relação ao desgaste interno de restaurações protéticas variando o parâmetro de desgaste. Resistência à flexão, rugosidade de superfície e tenacidade à fratura foram determinadas em amostras usinadas e desgastadas com variadas velocidades e profundidades de corte. Amostras polidas fizeram parte do grupo controle ($n = 4$). Para análise estatística foram utilizados ANOVA unidirecional e parâmetros de Weibull. O desgaste reduziu significativamente a resistência à flexão em comparação com o polimento. As análises da resistência à flexão, parâmetro de Weibull e tenacidade à fratura mostraram efeitos contrários de tensão de compressão de superfície e falhas na superfície foram introduzidas pelo desgaste. O procedimento de desgaste de uma zircônia *Y-TZP* precisa ser otimizado para obtenção de maior resistência e confiabilidade.

Frankenberger et al.¹⁸, em 2003, avaliaram a eficácia de vários adesivos dentinários por meio de resistência de união estática e dinâmica da dentina, e

determinaram a formação de fendas marginais e adaptação interna depois de carregamento em meio oral artificial. Terceiros molares humanos foram utilizados e os adesivos foram A.R.T. Bond, OptiBond FL, Scotchbond Multi-Usó Plus, Single Bond, Prime & Bond NT, e One Up James Bond F para a ligação de uma resina composta (Z 250). A formação de fenda marginal e adaptação interna após o carregamento foram analisadas em MEV (200X). Os sistemas de frasco único apresentaram maiores valores de resistência ao cisalhamento quando avaliados estática e dinamicamente. No entanto, resistência de fadiga de união cíclica resultou em valores mais elevados para os sistemas de várias etapas tradicionais. Análise de fendas marginais e adaptação interna confirmou os resultados em favor de sistemas adesivos tradicionais, descritos pelos autores como antigos.

Neste mesmo ano, Scherrer et al.⁵⁷ compararam a resistência à flexão e a resistência ao carregamento à fadiga de compósitos. Os materiais Artglass, Colombus, e Targis (restaurações definitivas) e Protemp II, Protemp Garant e Provipont DC (restaurações provisórias) foram submetidos a ensaios mecânicos. A resina acrílica Jet foi utilizada como parâmetro comparativo. Força flexural monotônica (MPa) (n = 10) foi determinada em ensaios de flexão de 3 pontos. Foram utilizadas as estatísticas de Weibull. Resistência à fadiga (MPa) (n = 30) foi analisada através do método de escada (1.000.000 de ciclos). As resistências de fadiga médias em MPa foram: Targis $62,1 \pm 7,0$, Artglass $58,5 \pm 3,7$, Colombus $54,6 \pm 6,2$, Provipont DC $29,5 \pm 3,2$, Protemp II $23,1 \pm 5,3$, Jet $22,8 \pm 8,3$, Protemp Garant $19,6 \pm 4,6$. As forças de flexão em MPa e os seus parâmetros de forma (m) foram: Colombus 145,2 (13,1), Targis 110,3 (7,8), Artglass 5,9 (5,4), Jet 150,9 (17,3), Provipont DC 97,3 (23,8), Protemp II 57,9 (6,4), Protemp Garant 54,2 (12,8). A resistência do material Targis à fadiga foi significativamente superior à do material Colombus e igual à do material Artglass. A resistência à fadiga dos materiais Jet, Protemp II e Protemp Garant foi estatisticamente igual e menor que aquela do material Provipont DC. Para os resultados dos ensaios estáticos, o material Colombus exibiu resultados superiores aos materiais Artglass e Targis. O material Jet exibiu maior resistência à flexão que todos os materiais para restaurações provisórias. As médias de resistência à fadiga variaram entre 40 a 60 % das médias de resistência à flexão dos compósitos e entre 15 e 30 % para os materiais restauradores provisórios. As correlações entre os testes estático e dinâmico avaliados foram pequenas. Segundo os autores, os dados obtidos por meio de

ensaios mecânicos estáticos de resistência à flexão não fornecem informações relevantes para uma indicação clínica desses materiais e desempenho clínico a longo prazo.

Também em 2003, Yildirim et al.⁷⁰ quantificaram a carga de fratura de 2 pilares cerâmicos diferentes para o implante dental Brånemark e identificaram o componente mais fraco em um sistema restaurador composto por pilares de cerâmica à base de Al_2O_3 ou ZrO_2 , parafuso de fixação, camada de cimentação, e coroa de cerâmica vítrea. Foram avaliados 2 pilares cerâmicos ($n = 10$): Al_2O_3 (CerAdapt) e ZrO_2 (Wohlwend Innovative). Para isso, os pilares foram conectados a implantes dentários Brånemark e preparados para restauração com coroas de cerâmica vítrea (IPS Empress). Para cimentação foi utilizado cimento resinoso dual. Foram aplicadas cargas compressivas até o limite máximo de ruptura. Um teste t não pareado foi utilizado para avaliar diferenças significativas nos valores de carga de fratura médias entre os dois grupos ($\alpha = 0,05$). Houve diferença significativa entre os grupos ($P = 0,001$), com valores de carga de fratura média de 280,1 N ($\pm 103,1$) para os pilares de Al_2O_3 e 737,6 N ($\pm 245,0$) para os pilares de ZrO_2 . Os pilares de ZrO_2 foram mais resistentes à fratura quando comparados com pilares de Al_2O_3 , proporcionando uma margem de segurança maior contra os estresses da mastigação.

No ano seguinte, Scarano et al.⁵⁵ caracterizaram a porcentagem de superfície coberta por bactérias nos materiais titânio puro comercial e óxido de zircônio. Participaram deste estudo 10 pacientes. Um dispositivo acrílico removível foi adaptado na região do pré-molar, discos de titânio (controle) e zircônia (grupo experimental) foram colados em cada dispositivo. A rugosidade de superfície dos diferentes materiais era semelhante. Depois de 24 horas, todos os discos foram removidos e analisados em MEV para avaliação da porção de superfície coberta por bactérias. No grupo controle a área coberta foi de 19,3 % $\pm 2,9$ e no grupo experimental foi de 12,1 % $\pm 1,96$. Grupo experimental significativamente menor que o controle ($P = 0,0001$). Através dos resultados deste estudo os autores concluíram que o óxido de zircônio por apresentar baixo potencial para colonização de bactérias pode ser um material adequado para a confecção de pilares de implantes.

Atualmente, o maior objetivo das pesquisas com cerâmicas é a produção de materiais resistentes que sejam confiáveis para uso Odontológico. Della Bona¹², em 2005, em seu artigo, faz uma revisão sobre a relação da microestrutura, da

composição, das propriedades das cerâmicas e características resultantes da fratura de superfícies. Demonstra a importância de caracterizar a microestrutura, a composição e as propriedades básicas de cerâmicas odontológicas e da relação com a topografia da superfície e o trabalho de adesão (W_A), aponta as diferenças no cálculo da resistência à flexão dos corpos cerâmicos monolíticos e multicamadas e comenta sobre o uso do módulo de Weibull, incremento dimensional fractal (D^*), tenacidade à fratura (K_C) e teste de resistência de união de microtração para prever a confiabilidade estrutural de cerâmicas e sua interface de ligação à resina. Entre as conclusões, o autor ressalta que para o teste de resistência refletir com precisão a variabilidade e tempo-dependência de um componente cerâmico em função, o ambiente de teste deve ser semelhante ao ambiente de função, e a população de controle de falha de força tem de ser a mesma que a responsável pela falha em função. Estes fatores devem ser a base para a seleção de um protocolo de pesquisa. Como a distribuição de força é uma medida da distribuição dos tamanhos de defeitos que conduzem ao fracasso, princípios fractográficos devem ser aplicados para as análises quantitativas e qualitativas de superfícies fraturadas, melhorando a compreensão do fenômeno da fratura que é a causa mais comum de falha de restaurações cerâmicas.

O sucesso clínico de procedimentos adesivos para restaurações cerâmicas e procedimentos para seu reparo depende da qualidade e durabilidade da adesão entre a cerâmica e a resina. A qualidade desta adesão depende dos mecanismos adesivos que são controlados em parte pelo tratamento de superfície que promove uma união micromecânica e/ou química com o substrato. Della Bona¹³, em 2005, nesta revisão, correlaciona a tenacidade de fratura aparente da interface adesiva (K_A) com os parâmetros morfológicos da superfície de fratura de sistemas cerâmica-resina em função do tratamento da superfície cerâmica. Identificou os mecanismos que promovem adesão destes sistemas de cerâmica-resina e um adequado método de teste de adesão para produzir dados de desempenho de adesão relevantes. De acordo com o autor, a qualidade de união não deve apenas ser avaliada com base em dados de resistência de união. O modo de falha e análise fractográfica devem fornecer informações importantes levando a previsões de limites de desempenho clínico, que é o teste final de qualquer sistema adesivo. Estudos futuros também devem se concentrar em condições ótimas de tratamento de superfície por causa da fraca adesão associada com cerâmica resistente ao ácido.

Guazzato et al.²², em 2005, avaliaram a influência do jateamento, do desgaste, do polimento e do tratamento térmico sobre a resistência à flexão de uma zircônia *Y-TZP*, DCZirkon, totalmente sinterizada (n = 20). Foi realizado teste de flexão em 3 pontos, *XRD* para quantificar a fase monoclinica e avaliação da confiabilidade. Para análise estatística foi utilizado Análise de regressão múltipla, ANOVA a um critério, Tukey e Weibull. MEV foi realizada para observar as superfícies tratadas e fraturadas. Os autores concluíram que o jateamento e o desgaste refrigerado podem ser utilizados para aumentar a resistência do material, desde que não sejam seguidos de tratamento térmico que, em geral, tende a diminuir a resistência à flexão. Segundo esses pesquisadores, os tratamentos de superfície e térmicos possuem efeito contrário sobre a resistência à flexão de uma *Y-TZP*. O polimento de baixa granulação pode remover a camada de tensões compressivas e reduzir a resistência à flexão. Alguns dos procedimentos laboratoriais/ clínicos, como o jateamento, poderiam ser utilizados para aumentar a resistência à flexão da zircônia, promovendo sua transformação de fase. Por outro lado, microfissuras e degradação da resistência podem resultar em uma quantidade excessiva de fase monoclinica transformada e lento crescimento de trincas. Segundo os autores, um material inicialmente mais fraco, mas mais estável, pode ser mais desejável. Estudos adicionais são necessários para investigar a metaestabilidade da transformação de fase e do comportamento sob fadiga da cerâmica *Y-TZP* antes de conclusões sobre o tratamento de superfície mais favorável.

Chevalier⁸, em 2006, revisou o uso da zircônia como biomaterial e o desenvolvimento de compósitos de alumina-zircônia como alternativa à alumina e zircônia monolítica. Também discutiu a respeito do processo de envelhecimento da zircônia e seus efeitos no desenvolvimento a longo prazo de implantes, e apresentou as principais mudanças necessárias para as normas ISO no futuro. Devido à metaestabilidade a zircônia fica sujeita ao envelhecimento pela água. Quando estabilizada com ítria pode conservar a sua alta temperatura e sua estrutura tetragonal, que é metaestável em temperatura ambiente. O envelhecimento ocorre devido à uma transformação lenta da superfície para a fase monoclinica (pouca ítria na região, tensões residuais ou fase cúbica). Pequeno defeito que se propaga formando uma trinca que facilita a penetração da água (processo de nucleação e crescimento - porosidade, tensões residuais, granulometria). Diferenças no processo

de sinterização (temperatura, tempo, etc) podem ter uma forte influência sobre o envelhecimento, esta pode ser a principal origem da forte diferença no conteúdo de fase monoclinica.

Curtis et al.¹¹, em 2006, examinaram a influência das técnicas de modificação de superfície pré-cimentação, jateamento com alumina e desgaste, sobre o desempenho da cerâmica *Y-TZP*. Foi analisada a realização do procedimento em meio seco e meio úmido, e também com diferentes granulações ($n = 30$). Foi realizado o teste de flexão biaxial e avaliado o módulo de Weibull (m) ou confiabilidade do material. A rugosidade, a dureza e a composição de fase foram também avaliadas utilizando perfilometria, dureza Vicker's e *XRD*. Para análise estatística foram utilizados os testes ANOVA, Tukey e de Weibull, $P > 0,05$. MEV foi realizada para análise da superfície e *XRD* para análise da modificação da superfície sobre a transformação de fase e para quantificar a transformação de fase. Houve diferença significativa entre as menores e as maiores granulações. O procedimento realizado em meio úmido não prejudicou o desempenho do material. *XRD* identificou fase tetragonal e cúbica. As técnicas de modificação da superfície pré-cimentação causam aumento da dureza e defeitos de superfície. Em contraste com os regimes de jateamento com alumina mais suaves e desgaste com uma fresa com grão fino de diamante, o emprego de desgaste de superfície com uma fresa grossa resultou em uma redução significativa nos valores de resistência à flexão biaxiais e confiabilidade dos espécimes *Y-TZP*. O aumento da resistência e a redução da confiabilidade era devido à geração de um mecanismo de endurecimento devido ao mecanismo de transformação de fase que gerou uma tensão de compressão de transformação que se opõe a aplicada externamente, tensão de propagação de trinca de tração e ao aumento da rugosidade superficial, como destacado por perfilometria.

Denry, Holloway¹⁴, em 2006, avaliaram as alterações de fase microestruturais e cristalográficas após o desgaste de cerâmicas odontológicas *3Y-TZP*. Foram formados 4 grupos: (A) controle sinterizado, (B) desgaste manual com diamante com refrigeração, (C) desgaste e polimento, e (D) desgaste e resinterização a 1000 °C por 1 h. *XRD* foi realizada para análise das fases cristalinas ($n = 3$). A microestrutura das amostras foi investigada por MEV. Teste de flexão biaxial foi realizado ($n = 10$). Para análise dos dados foram utilizados os testes ANOVA, Tukey e teste t ($\alpha = 0,05$). A principal fase cristalina encontrada nas

amostras desgastadas e desgastadas e polidas foi a fase tetragonal, fase romboédrica e tetragonal sob tensão. Fase tetragonal foi encontrada no grupo controle sinterizado e fase tetragonal sob tensão foi observada após tratamento térmico. A fase romboédrica desapareceu após ressinterização. Não foi detectada fase monoclinica. A microestrutura das amostras desgastadas e polidas foi caracterizada por danos na superfície residual significativos, associados com grãos soltos. A média de resistência à flexão biaxial do grupo controle sinterizado (944 ± 156 MPa) foi significativamente diferente ($P = 0,02$) do grupo desgastado (1189 ± 250 MPa). Módulo de Weibull foi 5,548 para o grupo controle e 4,403 para o grupo desgaste. Os desgastes induziram a formação de fase romboédrica e fase tetragonal sob tensão. Isso conduziu ao aumento significativo na resistência à flexão e à propagação de trincas, mas foi associado a danos de superfície, com formação de microcrateras e soltura de grãos. Apenas a fase tetragonal permaneceu após a ressinterização, o que também eliminou a camada de compressão na superfície, como evidenciado pelo desenvolvimento de rachaduras da indentação Vickers. O impacto de danos do desgaste sobre o desempenho a longo prazo e de fadiga de cerâmica *3Y-TZP* precisa ser avaliado. Embora a ressinterização tenha revertido a transformação de fase, a superfície e os danos subsuperficiais criados pelos desgastes poderiam levar ao fracasso por propagação de trincas.

Gehrke et al.²¹, também em 2006, realizaram este estudo com o objetivo de determinar a resistência à fratura de pilares de implantes de zircônia (Cercon) e o torque necessário para soltar o parafuso de fixação, antes e após a aplicação de cargas cíclicas (cargas entre 100 e 450 N, para até 5 milhões de ciclos de carga, a 15 Hz) ao conjunto implante-pilar ($n = 7$). Avaliaram também o padrão de comportamento e distribuição de tensão dinâmica de pilares de zircônia. Para análise estatística foram utilizados os testes de modelagem de elementos finitos e software *Pro/Mechanica*, comparando *van-der-Mises* e os teores máximos de estresse. Pilares de zircônia exibiram força máxima de fratura de 672 N durante o carregamento estático e 269 N durante carregamento a 800 mil - 5 milhões de ciclos e 403 N a 10.000 ciclos durante carregamento cíclico. O valor de torque médio necessário para desapertar os parafusos de fixação do pilar após o aperto (inicial) foi de $21 \text{ N.cm} \pm 1$ e $20 \text{ N.cm} \pm 1$ (precisão da medição $\pm 2 \text{ N.cm}$) após o carregamento de até 5 milhões de ciclos, respectivamente. Os valores de torque diminuíram minimamente e não ocorreu afrouxamento do parafuso. Análise dinâmica transitória

de modelagem de elementos finitos (*FEM*) exibiu picos de maior estresse na região cervical do pilar e no terço apical de seu parafuso de fixação. Os pilares de implantes de zircônia ultrapassaram os valores estabelecidos para as forças máximas de mordida incisal relatados na literatura e apresentaram encaixe perfeito no implante de titânio após vários milhões de ciclos de carga.

Papanagiotou et al.⁴⁶, ainda em 2006, investigaram a degradação em baixa temperatura (*LTD*), jateamento e polimento na resistência à flexão e estabilidade estrutural de uma cerâmica *Y-TZP*. Blocos de zircônia (Vita In-Ceram YZ) foram seccionados em barras (25 x 4 x 2 mm), 310 amostras foram obtidas e divididas em 9 grupos: grupo C - controle, grupo B24h - tratamento de calor em água por 24 horas, grupo B7d - tratamento de calor em água por 7 dias, grupo H6h - armazenado em ar umidificado a 250 °C por 6 horas, grupo H24h - armazenado em ar umidificado a 250 °C por 24 horas, grupo H7D - armazenado em ar umidificado a 250 °C por 7 dias, grupo P - polido, grupo A - jateamento e grupo AB - jateamento e tratamento de calor por 7 dias. As resistências à flexão (MPa) de todas as amostras foram determinadas usando um teste de flexão de 3 pontos. A variabilidade foi analisada por meio da estatística de Weibull. Diferenças pareadas entre os grupos foram avaliadas por meio de intervalos de confiança (95 %) para os parâmetros de escala e de forma. As superfícies das amostras foram avaliadas por meio de MEV, análise de *XRD* foi realizada para identificar possíveis transformações de fase tetragonal para monoclínica e espectroscopia de energia dispersiva (*EDS*) foi utilizada para obter informações sobre a composição química. Envelhecimento e tratamentos não tiveram efeitos negativos significativos sobre forças de flexão. Valores médios de resistência à flexão variaram entre 796,7 e 950,2 MPa. Valores de módulo de Weibull variaram entre 5,6 e 9,3. Transformação de fase tetragonal para monoclínica foi identificada em amostras com tratamento de calor durante 24 horas e em amostras com tratamento de calor por 7 dias e armazenadas em ar umidificado a 250 °C por 7 dias. MEV das superfícies fraturadas revelou defeitos e análises de *EDS* mostraram uma menor concentração de ítrio em espécimes *Y-TZP* que foram submetidas ao tratamento de calor por 7 dias. Os autores sugerem que os procedimentos de *LTD* e o polimento utilizado não reduzem as forças de flexão e o jateamento aumenta a resistência à flexão de barras de zircônia.

Conrad et al.¹⁰, em 2007 realizou uma revisão da literatura abordando materiais e sistemas de cerâmica pura, no que diz respeito à sobrevivência, as

propriedades dos materiais, adaptação marginal e interna, cimentação e união, cor e estética, e fornecendo recomendações para uso clínico. Os autores apontam a importância de uma visão geral da literatura científica sobre o uso das restaurações de cerâmica pura devido ao aumento do uso das mesmas após a evolução de materiais para confecção de infraestruturas em próteses. O sucesso desse tipo de reabilitação oral depende da combinação de materiais, técnicas de fabricação, procedimentos de cimentação ou de união e da diversidade de condições clínicas.

Al-Darwish et al.³, em 2007, tiveram como objetivo deste estudo *in vitro* determinar se o reforço de fibras melhoraria a resistência à flexão de um compósito indireto envelhecido em ar ou água durante 3 meses e, em seguida, submetido a cargas estática ou cíclica. Foram obtidos espécimes em forma de barra dos compósitos não reforçado com fibra (n = 160) (Tescera Dentin) e reforçado com fibra (n = 160) (Tescera U-beam and Rod), nas dimensões de 25 x 4,5 x 4,5 mm. Em seguida, foram polidos com lixas de cabresto de silício com granulações 120 - 320. As amostras foram submetidas a teste de flexão (MPa) em três pontos com carregamento estático (n = 15) ou cíclico (n = 25), inicialmente e após 3 meses de envelhecimento em ar ou água. O teste cíclico seguiu o método de escada (1.000 ciclos). Em relação ao teste estático não foi observada diferença significativa entre os grupos controle (não envelhecido) e grupos envelhecidos, bem como entre os meios de envelhecimento, mas uma diferença significativa ($P < 0,001$) foi observada entre espécimes reforçados e sem reforço. Para os espécimes carregados ciclicamente, resultados semelhantes foram obtidos, observando-se diferença entre espécimes reforçados e sem reforço, além de diferenças significantes entre espécimes carregados estaticamente e carregados ciclicamente. Quando o reforço de fibra se encontrava no lado de compressão o espécime se dividia em vários fragmentos, enquanto que quando o reforço se encontrava no lado de tração, a amostra permanecia intacta. Segundo os autores a adição de fibras é um método eficaz para melhorar a resistência à flexão da resina composta indireta quando comparado com o compósito indireto sem reforço. A resistência à flexão do compósito indireto avaliado aumentou significativamente, no entanto, o material reforçado com fibras é susceptível a degradação por cargas cíclicas, necessitando de avaliação clínica a longo prazo.

Lopes et al.³⁶, em 2007, compararam a resistência ao cisalhamento do esmalte no término cervical com um cimento de ionômero de vidro (Fuji IX GP FAst),

um cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Fuji II LC) e uma resina composta (Z 100 MP) sob carregamento monotônico e cíclico. Foram utilizados 80 incisivos inferiores humanos. As amostras ($n = 10$) foram armazenadas em água destilada a 37 °C durante 30 dias, e submetidas a forças de cisalhamento em máquina de ensaios universal (0,5 mm/min) até a fratura. Uma abordagem de escada ($n = 15$) foi utilizada para determinar o limite de fadiga (10.000 ciclos, 5 Hz). Análise em MEV foi realizada para observação do modo de falha. Os dados foram analisados estatisticamente por meio de ANOVA a um fator e Tukey ($\alpha = 0,05$). Z100 MP proporcionou maior ($P < 0,05$) resistência ao cisalhamento (12,25 MPa) que Fuji IX GP FAsT (7,21 MPa). Não foram encontradas diferenças entre Fuji II LC (10,29 MPa) e os outros dois materiais ($P > 0,05$). Fuji II LC (6,54 MPa) e Z100 MP (6,26 MPa) tinha um limite de resistência ao cisalhamento semelhantes. Fuji IX GP FAsT promoveu o menor ($P < 0,05$) limite de fadiga por cisalhamento (2,33 MPa). Todas as amostras apresentaram padrões de falha coesas. Testes de fadiga podem proporcionar um melhor meio de estimar o desempenho do término cervical feito com materiais restauradores odontológicos.

Manicone et al.³⁹, em 2007 forneceram uma visão geral sobre as cerâmicas a base de zircônia, discutiram sobre as propriedades básicas, como características biológicas, físicas e mecânicas, tratamentos de superfície e exposição ao meio úmido, envelhecimento, também foram abordados. Foram revisadas as aplicações clínicas do material, tanto para próteses fixas quanto para o uso de implantes. Discutiram sobre a utilização da zircônia na área médica e odontológica.

Pilathadka et al.⁴⁸, em 2007, apresentaram uma revisão sistemática abrangendo resultados de estudos científicos e diretrizes clínicas para a utilização de sistemas *Y-TZP* em próteses totalmente cerâmicas. Também ofereceram informações sobre a própria experiência clínica com o material Cercon *Y-TZP* (DeguDent, A Dentsply Internatiol Co, Rodenbacher, Hanu.) em prótese parcial fixa de 6 elementos em área estética. Segundo os autores, *Y-TZP* seria a opção mais atual para a confecção de coroas e próteses parciais fixas e os sistemas *Y-TZP CAD/CAM* estão cada vez mais sendo utilizados em regiões estéticas e até em regiões de estresse, como as regiões posteriores.

Sailer et al.⁵³, neste mesmo ano, realizaram um estudo prospectivo de coorte clínico para determinar a taxa de sucesso de estruturas de zircônia para

próteses parciais fixas posteriores de 3 a 5 elementos após 5 anos de observação clínica. Quarenta e cinco pacientes foram incluídos no estudo. Foram utilizados cimentos resinosos Variolink ou Panavia TC. A avaliação foi realizada depois de 6 meses, e de 1 a 5 anos após a cimentação, foi analisada a profundidade de sondagem, o nível de inserção de sondagem, o índice de placa, o sangramento à sondagem e a vitalidade do dente. A análise estatística foi realizada por meio de estatística descritiva, análise de sobrevivência de Kaplan-Meier e o teste de McNemar. A taxa de sucesso das infraestruturas de zircônia foi de 97,8 %, no entanto, a taxa de sobrevivência foi de 73,9 %. Após o estudo os autores concluíram que a zircônia oferece estabilidade suficiente como um material de estrutura para próteses posteriores de 3 e 4 elementos e que o ajuste de infraestruturas e de cerâmicas de revestimento devem ser melhorados.

Também neste ano, segundo Studart et al.⁶¹, os materiais cerâmicos aplicados em Odontologia podem apresentar um crescimento significativo de trincas subcríticas devido à carga cíclica em ambiente aquoso. Neste estudo foi relatado o comportamento de crescimento de trincas subcríticas de 3 sistemas de restauração dentária (Empress 2/ IPS Eris, TZP/ Cercon S e Inceram-Zirconia/ Vita VM7) sob carga cíclica em água para direcionar o uso e o *design* de próteses totalmente cerâmicas em regiões posteriores a longo prazo. Foram realizados ensaios de resistência e vida útil, e os dados foram avaliados com estatísticas de Weibull. Crescimento subcrítico de trinca ocorreu predominantemente na camada de cobertura. A cobertura à base de apatita (IPS Eris) foi mais suscetível à propagação da trinca subcrítica em comparação com as coberturas feldspáticas (Cercon S e Vita VM7). Segundo os autores o sistema de restauração Imperatriz 2/ IPS Eris não é recomendado para a utilização em próteses na região de molares e os sistemas TZP/ Cercon S e Inceram-Zirconia/ Vita VM7, com infraestruturas em zircônia e cerâmicas de cobertura feldspáticas, podem apresentar vida útil mais longa do que 20 anos se o conector da prótese for projetado corretamente.

Fadiga a longo tempo e crescimento subcrítico de trincas na presença de água e de cargas cíclicas podem diminuir a resistência dos componentes de cerâmica ao longo do tempo. Studart et al.⁶⁰, em 2007, investigaram a fadiga cíclica em água de 3 materiais dentários de infraestruturas em próteses totalmente cerâmicas: zircônia policristalina tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3Y-TZP, Cercon, Degudent GmbH), um composto $Al_2O_3-ZrO_2$ -infiltrado de vidro

(Inceram-Zirconia, Vita Zahnfabrik GmbH) e uma cerâmica vítrea $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ (Empress 2, Ivoclar Vivadent AG). Foram realizados ensaios de fadiga e fratura para determinar a distribuição de vida de Weibull e resistência mecânica inicial. Apesar da susceptibilidade à fadiga em água, *3Y-TZP* foi considerada adequada para a preparação de próteses posteriores devido à sua elevada resistência mecânica inicial.

Ainda em 2007, Teixeira et al.⁶³ avaliaram a resistência à fratura e parâmetros de fadiga de 3 materiais cerâmicos submetidos à fadiga dinâmica. Foram avaliados os materiais: cerâmica reforçada por leucita, óxido de alumínio e zircônia estabilizada por ítria (YSZ). O módulo de Weibull (m) e a característica de parâmetros de fratura (σ_0) foram determinados para cada material. Também foi realizado o teste de flexão de 3 pontos e MEV para análise da superfície, origem e padrão de fratura. A resistência de cada material foi caracterizada por meio de diagramas Força-Probabilidade-Tempo (*SPT*) por 1 dia, 1 ano e 10 anos. Barras dos diferentes materiais nas dimensões de 2,0 x 2,0 x 15 mm foram obtidas e polidas, utilizando 30 barras para o ensaio de resistência à fratura. YSZ mostrou maior resistência à fratura e alta resistência ao crescimento das fissuras subcríticas. YSZ e alumina apresentaram melhor resistência para minimizar o crescimento das trincas em comparação à porcelana, indicando menor suscetibilidade à degradação da resistência por corrosão sob tensão. Previsões sobre o tempo de vida após 10 anos indicam uma redução de 50 % na resistência para a porcelana, 36 % para alumina e 29 % para YSZ. Os valores para todos os 3 materiais testados foram na gama esperada para materiais cerâmicos.

No ano seguinte, Ashkanani et al.⁵ avaliaram a resistência de uma zircônia e de uma liga altamente nobre com suas correspondentes porcelanas. Foram analisados quarenta espécimes retangulares (12 x 10 x 3 mm) e 20 cilíndricos (5 x 5 mm), as amostras de ZrO_2 (Lava) e de ligas nobre (Olympia) foram submetidas ao ensaio de flexão de 4 pontos e de cisalhamento. Foram utilizadas as porcelanas de revestimento IPS d.SIGN e Lava Ceram com 2 mm de espessura para o teste de flexão e 3 mm para o teste de cisalhamento. Ciclagem térmica foi realizada a 5 °C e 55 °C durante 5.000 ciclos com 20 s de tempo de permanência. Análise em microscópio estereoscópico e MEV foram realizadas para caracterização das fraturas. Os dados foram analisados por ANOVA a um fator e o pós teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Foi encontrada diferença significativa entre os grupos de flexão (P

= 0,008) e entre os grupos de cisalhamento ($P < 0,001$). Ciclagem térmica não teve um efeito significativo sobre a flexão ou resistência ao cisalhamento.

Kohal et al.³³, no ano de 2008, realizaram uma revisão da literatura abrangendo o uso de materiais cerâmicos em implantodontia. Foi abordada a questão dos implantes dentários e pilares de implantes, como de alumina e zircônia. Como temas discutidos estão o desenvolvimento desses materiais, bem como atualidades e perspectivas futuras em relação a aplicação clínica dos mesmos.

Molin et al.⁴², em 2008, avaliaram o desempenho clínico de uma zircônia parcialmente estabilizada com ítria totalmente sinterizada (Denzir) em próteses parciais fixas de 3 elementos. Dezenove próteses foram instaladas em 18 pacientes, 10 destas na maxila e 9 na mandíbula. A avaliação das próteses foi realizada pelo sistema de avaliação de qualidade *California Dental Association* por 2 avaliadores calibrados nos tempos de 1 semana, 1, 3 e 5 anos. Todas as próteses estavam intactas no exame de 5 anos portanto foram classificadas como satisfatórias. Não houve alteração cor ou anatômica. Através dos resultados observados os autores afirmam que próteses de 3 elementos, com infraestrutura em zircônia parcialmente estabilizada por ítria, quando projetadas anatomicamente são alternativas promissoras mesmo em regiões posteriores.

Em 2008, Rodrigues Júnior et al.⁵¹ avaliaram a resistência á flexão e o módulo de Weibull de compósitos por meio de testes de flexão de 3 e de 4 pontos. Trinta espécimes de Filtek Z250TM (3M/ESPE) e Filtek SupremeTM (3M/ESPE) foram preparados para cada teste. Após 24 horas em água destilada a 37 °C, os espécimes foram submetidos aos testes de flexão com velocidade de 1mm/min. Para análise estatística foram utilizados os testes *t* de Student ($\alpha = 0,05$) e Weibull. Princípios fractográficos foram utilizados para análise das superfícies fraturadas. Os 2 compósitos apresentaram força equivalente em ambos os métodos de teste, no entanto os testes afetaram significativamente a resistência à flexão. Módulo de Weibull (*m*) de SupremeTM foi semelhante em ambos os testes, ao passo que para Z250TM, uma maior *m* foi observado com o teste de flexão de 3 pontos. As falhas foram caracterizadas como arranhões na superfície/ sulcos, distribuição não uniforme de fases, inclusões e vazios. Os autores concluíram que o teste de resistência à flexão de 3 pontos fornece valores mais elevados do que o teste de 4 pontos devido ao fato de envolver uma menor área da amostra durante o ensaio,

porém sendo a área sob tensão maior no teste de flexão de 4 pontos este apresenta resultados mais confiáveis.

Sato et al.⁵⁴, em 2008, examinaram os efeitos dos tratamentos com jateamento e calor em cerâmicas odontológicas à base de zircônia. Foram utilizadas as zircônias *Y-TZP* e a zircônia tetragonal estabilizada por céria e nanopartículas de óxido de alumínio (*CZA*). Os jateamentos com óxido de alumínio e com carbeto de silício (*SiC*) foram realizados com 70 e 125 microns por 10 e 90 segundos. Parte das amostras jateadas foram aquecidas a 500 - 1200 °C durante 5 minutos. A análise da rugosidade de superfície e o teste de flexão biaxial foram realizados. A análise por MEV foi realizada para investigar a geometria da superfície e o *XRD* e a espectroscopia de Raman para quantificar as transformações de fase. A resistência à flexão biaxial de ambos os tipos de zircônia aumentou com o aumento do teor de ZrO_2 monoclinica, induzida pelo jateamento, mas diminuiu com a diminuição no teor de ZrO_2 monoclinica, induzida pelo tratamento térmico. Não houve diferenças significativas na resistência à flexão biaxial dos grupos jateados com alumina ou *SiC*. Os autores concluíram que as propriedades mecânicas da zircônia foram fortemente influenciadas pelo conteúdo de fase monoclinica. *CZA* foi mais suscetível à transformação induzida pelo estresse do que a *Y-TZP* e, portanto, apresentou maior resistência à flexão biaxial.

Scherrer et al.⁵⁶, em 2008, apresentaram uma abordagem metodológica utilizando estereomicroscópio e MEV para análise de falha de um coroa de pré-molar totalmente cerâmica à base de alumina (*Procera*® *AllCeram*) que fraturou in situ após 4 anos de função intraoral. Os autores sugerem essa análise como método de rotina para análise de falhas das restaurações cerâmicas fraturadas na Odontologia. Regiões da fissura foram analisadas e, tendo como base suas características, foi possível determinar a trajetória da fenda. Essas análises foram consideradas relativamente rápidas, desde que houvesse treinamento e capacitação com os microscópios utilizados.

Wang et al.⁶⁷, ainda em 2008, avaliaram o efeito de diferentes métodos de tratamento de superfície e, em particular, o efeito do procedimento de fresagem do sistema *CAD/CAM* sobre a resistência à flexão de infraestruturas de zircônia. Barras de zircônia com dimensões de 17 × 2,0 × 1,0 mm foram obtidas para cada grupo (n = 20) em máquina de corte com disco de diamante ou em *CAD/CAM*, sinterizadas em equipamento do fabricante (*Cercon*, 6,5 h, 1350 °C), polidas com papel de

carbeto de silício até a granulação 1200. Foram realizados os seguintes tratamentos de superfície: Jateamento com óxido de alumínio utilizando 50 ou 120 μm à pressão de 0,35 MPa por 5,0 s/cm², a uma distância de 2,0 cm. Algumas das barras foram submetidas a um ciclo de queima, como seria utilizado para a cerâmica de cobertura (1 min no vácuo a 910 °C), antes ou após os procedimentos de jateamento. Foram realizadas a análise da rugosidade e o ensaio de flexão em 3 pontos, com velocidade de 0,5 mm/min. Imagens em MEV antes e após os ensaios de flexão foram utilizadas para examinar o efeito do tratamento aplicado à estrutura da superfície e para analisar a superfície fraturada. ANOVA e teste *SNK* foram utilizados para analisar os dados. A probabilidade de falha sob um ciclo de carregamento foi investigada por meio do módulo de Weibull. O teste de correlação de Pearson foi utilizado para investigar a relação entre a resistência à flexão e a rugosidade da superfície ($\alpha = 0,5$). Houve diferenças significativas nos valores de resistência à flexão entre os grupos avaliados, como resultado dos diferentes métodos de tratamento de superfície. Relação significativa foi encontrada entre a redução na resistência à flexão e a gravidade dos danos da superfície induzidos por diferentes tratamentos de superfície. O ciclo de queima (sinterização) antes ou após o jateamento não produziu influência significativa na resistência à flexão. O jateamento resultou em danos graves na superfície. A gravidade dos danos de superfície foi mais intensa para os corpos-de-prova jateados com partículas de 120 μm , comparados aqueles jateados com partículas de 50 μm . A probabilidade de sobrevivência foi diretamente relacionada com o grau de danos na superfície introduzidos por diferentes tratamentos de superfície. A MEV das barras fraturadas revelou que a trinca crítica sempre inicia a partir das falhas de superfície criadas e propagadas, dividindo as barras carregadas pela metade.

No ano seguinte, Adatia et al.² avaliaram o efeito de diferentes graus de redução clínica de pilares cerâmicos de zircônia *Y-TZP* na carga de ruptura de conjuntos clínicos. Pilares ($n = 10$) foram divididos em 3 grupos, preparados com 0,0 (controle), 0,5 e 1,0 mm de redução axial externa a partir de 1,0 mm acima da altura da margem cervical e anexados a análogos de implante com 25 N.cm de torque. Os corpos-de-prova que receberam os desgastes axiais (0,5 e 1,0 mm) também foram submetidos à redução oclusal de 2,0 mm. Todos os corpos-de-prova foram submetidos à ensaio estático em máquina de ensaios mecânicos. Os grupos foram comparados estatisticamente através de ANOVA ($P < 0,05$). Não houve diferenças

estatisticamente significantes ($P > 0,05$) entre os diferentes grupos de pilares com uma carga de fratura média de 429 N (± 140) para o grupo controle, 576 N (± 120) para as margens de 0,5 mm, e 547 (± 139) para as margens de 1,0 mm. As fraturas ocorreram na interface pilar/ análogo. A partir deste estudo os autores concluíram que o preparo de pilares de zircônia com irrigação, em alta velocidade e até 1,0 mm não prejudicou significativamente a resistência à fratura de conjuntos simulados análogo do implante/ parafuso do pilar/ pilar. O ponto mais fraco dos conjuntos parece ser a interface pilar/ análogo.

Ho et al.²⁶, em 2009, analisaram o efeito do desgaste, do polimento e da ressinterização na resistência à flexão biaxial da zircônia estabilizada por ítria. Sendo assim 100 espécimes em formato de disco (18,2 x 2,5 mm) Foram divididos em 4 grupos: controle, desgaste, desgaste e polimento, e desgaste e ressinterização. Os desgastes de 0,2 mm foram realizados com pedra de granulação 40 μm , o polimento com solução de sílica e a ressinterização à 1100 °C por um período de 2 horas. O desgaste aumento em 20% a resistência à flexão dos espécimes, de 914 para 1104 MPa. Os procedimentos de polimento e ressinterização reduziram a resistência à flexão após o desgaste para 980 MPa. Fase monoclinica foi detectada em todos os grupos exceto para o grupo ressinterizado, sendo em menor quantidade para os grupos controle e desgaste seguido de polimento e maior para o grupo somente desgastado. Segundo os autores conclui-se que o desgaste é capaz de criar forças compressivas superficiais no material levando ao aumento da resistência à flexão, e o polimento e a ressinterização são capazes de reduzir as forças compressivas criadas pelo procedimento de desgaste.

Karakoca, Yilmaz³⁰, em 2009, avaliaram a influência da superfície de desgaste e do jateamento na rugosidade superficial, as mudanças de fase e a resistência à flexão de uma zircônia *Y-TZP*. Foram utilizadas as zircônias Cercon, DentaCAD e Zirkozahn, divididas em grupos de acordo com o tratamento de superfície: controle, desgastados ou jateados ($n = 10$). Foi mensurada a rugosidade, realizado *XRD* e o teste de flexão biaxial. Os dados foram analisados por ANOVA a dois critérios e teste de Duncan. A análise de Weibull (m) foi utilizada para verificar a variabilidade e confiabilidade dos valores de resistência encontrados. Os efeitos dos tratamentos de superfície sobre os valores de rugosidade superficial foram diferentes para cada material. Em todos os materiais, a transformação de fase

ocorreu após os tratamentos e a maior quantidade de fase monoclinica foi encontrada depois do jateamento. O jateamento resultou em menor m quando comparado com desgaste para todos os materiais, embora tenha apresentado aumento da resistência. A rugosidade e a fase cristalina da *Y-TZP* foram influenciadas pelos tratamentos de superfície. A resistência à flexão dos materiais diminuiu após o desgaste e aumentou após o jateamento.

Nguyen et al.⁴⁴, também em 2009, investigaram o desempenho em fadiga de 4 sistemas de implantes e seus pilares cerâmicos de zircônia com o torque recomendado pelos fabricantes. Foram analisados 3 diâmetros diferentes (estreito, regular e largo) dos sistemas Replace Select e Brånemark, e 2 diâmetros diferentes (4,1 mm e 5,0 mm) dos sistemas Osseotite NT e Osseotite NT Certain. Os pilares de zircônia testados foram Procera, Zireal e Certain ZiReal. As amostras foram divididas em 10 grupos ($n = 5$) e submetidas ao ensaio de fadiga (carga de 21 N, ângulo de 45 graus, frequência de ensaio de 10 Hz). Nenhuma diferença significativa foi observada entre os sistemas de implantes mas foram observadas diferenças significativas entre os diâmetros de implantes. ANOVA a um fator revelou diferenças estatisticamente significativas entre os grupos. O desempenho em relação à fadiga de pilares de zircônia é dependente do diâmetro do pilar.

Pittayachawan et al.⁴⁹, em 2009, avaliaram a resistência à flexão biaxial, a resistência à fadiga, a dureza Vickers, a confiabilidade e a transformação de fase da cerâmica odontológica *Y-TZP*. Para análise estatística foram usados os testes ANOVA a um critério e Bonferroni para o teste de flexão ($P < 0,05$), Weibull para fiabilidade, ANOVA a dois critérios para o teste de dureza. O limite de fadiga foi avaliado pela plotagem das curvas de tensão em relação aos números de ciclos aplicados. O grau e tipo da transformação de fase foram analisados através da utilização de microspectroscopia Raman. Imagens em MEV foram obtidas para observação da superfície das amostras. Desgaste e polimento foram realizados para minimizar defeitos de superfície antes do teste. Além da mensuração, a dureza Vickers foi utilizada para induzir a transformação de fase nas amostras. Foram obtidas 30 amostras. As médias de resistência à flexão e módulo de Weibull (m) dos corpos-de-prova foram $\sim 823,3$ MPa e 8,3. As amostras de zircônia apresentaram limite de fadiga de 575 MPa (520 N). Quando foi utilizada força acima de 70 % da média de resistência à flexão biaxial, os corpos-de-prova falham em um número inicial de ciclos e todas as amostras sobreviveram quando foi utilizada uma força de

70 % da média de flexão biaxial ou inferior. A análise de variância não mostrou diferença significativa nos valores de dureza entre os lados polido e não polido ($P > 0,05$). O polimento das amostras não produziu nenhum efeito sobre a dureza da superfície. *XRD* detectou 3 fases, maior quantidade de fase tetragonal e em seguida cúbica. A espectroscopia Raman detectou mais fase cúbica no centro e tetragonal fora da reentrância. Além disso, fortes picos de fase monoclinica dentro da área de reentrância foram observados. Foram encontrados níveis elevados de transformação de fase da superfície após o carregamento com um penetrador Vickers. O processo de tenacificação ocorreu quando da aplicação de cargas elevadas.

Ainda em 2009, Vagkopoulou et al.⁶⁵ elaboraram esta revisão com o objetivo de abordar a evolução da zircônia como biomaterial, explorar as propriedades físicas, químicas, biológicas e ópticas, descrever os procedimentos de reforço e examinar o envelhecimento, o processamento e efeitos interfaciais entre infraestrutura e cobertura. Segundo os autores, materiais cerâmicos como zircônia têm grande potencial para aplicações biomédicas e desde o final da década de 1990, a zircônia parcialmente estabilizada tem sido utilizada na área odontológica devido a sua excelente resistência mecânica, como resultado de um mecanismo de transformação de endurecimento. Além disso, apresenta reforçada biocompatibilidade, baixa radioatividade, e propriedades ópticas interessantes. A introdução da tecnologia *CAD/CAM* tem aumentado a aceitação geral da zircônia na Odontologia porém alguns procedimentos de fabricação, o desgaste, o polimento, o jateamento, o tratamento térmico e o recobrimento podem afetar a estabilidade da zircônia a longo prazo influenciando a sua sensibilidade ao envelhecimento.

Aboushelib, Wang¹, em 2010, avaliaram a influência de 3 métodos de restauração da superfície sobre a resistência à flexão de barras de zircônia após diferentes tratamentos de superfície. Barras de zircônia foram polidas e formaram o grupo controle, outras foram polidas e jateadas com óxido de alumínio (110 μm), e outras polidas e desgastadas (3,0 mm) com fresa diamantada sob refrigeração ($n = 20$). Os danos induzidos foram restaurados com os seguintes tratamentos de superfície: polimento com óxido de alumínio e pasta de polimento de diamantes, aplicação de glaze para porcelana e aplicação de adesivo resinoso contendo MDP. As amostras foram submetidas ao teste de flexão em 4 pontos em água a 37 °C e analisadas por MEV. Para análise dos dados foi utilizado o teste ANOVA a dois critérios e o pós-teste de Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Foi observada interação significativa

entre os danos de superfície e os métodos de restauração das mesmas ($P < 0,001$). Para as amostras desgastadas, o polimento foi o procedimento mais eficaz e para as jateadas a aplicação de adesivo contendo MDP foi o único método eficaz. Os autores concluem que danos na superfície da zircônia podem ser restaurados melhorando sua resistência a flexão.

Bürgers et al.⁷, em 2010, avaliaram a formação de biofilme inicial em diferentes superfícies de implantes de titânio por meio de duas técnicas fluorescentes altamente sensíveis e correlacionaram esses achados com diferentes propriedades da superfície. A formação de biofilme in vivo foi induzida em espécimes de titânio usinados (Pt) e, jateados e condicionados com ácido (Prom). Os espécimes foram utilizados por 6 participantes do estudo por 12 horas. A adesão bacteriana in vitro foi avaliada após incubação com suspensão de *Streptococcus sanguinis* a 37 °C por 2 horas. Bactérias aderentes foram quantificadas através das seguintes técnicas de fluorescência de coloração: corante azul em combinação com um leitor de fluorescência automatizada ou rotulagem de células vivas / mortas e microscopia de fluorescência. A rugosidade superficial (Ra) foi determinada com um rugosímetro, e a superfície da energia livre (SFE) foi medida com um goniômetro. Prom mostrou uma média significativamente maior Ra (0,95 mm) do que Pt (Ra = 0,15 mm). Adesão bacteriana in vivo e in vitro foram significativamente mais elevadas em Prom do que em Pt, e a formação de biofilme inicial sobre Pt correspondeu às modificações de superfície no substrato usinado. Não foram encontradas diferenças significativas na porcentagem de células mortas, entre todas as bactérias que aderem entre Prom (23,7 %) e Pt (29,1 %). Células epiteliais solitárias ectópicas da mucosa oral - aderindo fortemente ao substrato - foram encontradas em Prom, mas não em Pt. As peças microestruturadas de um implante, que são expostas para a cavidade oral, devem ser altamente polidas para impedir a acumulação de placa. Ambas as técnicas fluorométricas testadas mostraram-se altamente sensíveis e reprodutíveis na quantificação da formação de biofilme em superfícies de implantes de titânio.

Guess et al.²⁴, em 2010, avaliaram o comportamento da fadiga e a confiabilidade de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, n = 19) e recobrimento de coroas de cerâmica pura a base de zircônia (IPS e.max ZirCAD/ Ceram, n = 21) obtidas através do processo CAD/CAM. A cimentação foi realizada com cimento resinoso. Para as coroas a base de zircônia ocorreu lascamento do verniz e não

houve falha para as coroas de dissilicato de lítio. A aplicação de dissilicato de lítio resultou em coroas resistentes à fadiga, ao passo que as coroas a base de zircônia revelaram uma alta suscetibilidade à carga cíclica.

Guess et al.²³, em 2010, discorreram sobre as próteses com zircônia que são amplamente utilizadas na Odontologia atual e sobre os danos que podem ser causados por tratamentos de superfície após sinterização. Neste trabalho foi discutida a relevância clínica de protocolos de tratamentos de superfície antes da cimentação. As superfícies de cimentação dos corpos-de-prova da zircônia *Y-TZP* foram submetidas a diferentes tratamentos de superfície antes da cimentação adesiva ($n = 24$). Investigou-se a confiabilidade (m) e os danos causados pelo desgaste com disco diamantado com granulação de 30 μm sob refrigeração e pela abrasão com alumina AL_2O_3 50 μm . Barras com 0,8 mm de espessura foram obtidas através do processo CAD/CAM, sinterizadas e cimentadas adesivamente à dentina. As amostras foram submetidas à aplicação de carga cíclica uniaxial. Análise por *XRD* foi realizada para determinar a quantidade de fase monoclinica. Os resultados mostraram que a zircônia fica vulnerável à fratura após procedimentos de desgaste e abrasão. A menor confiabilidade pode ser atribuída aos danos induzidos na superfície de cimentação. Foram observadas diferentes tipos de falhas induzidas pelos diferentes tipos de tratamentos de superfície. *XRD* revelou pequena quantidade de transformação de fase. Foi indicada a presença de tensões superficiais. A fase monoclinica transformada e a tensão superficial culminam em uma camada de tensões de compressão que poderiam inibir a extensão das microfissuras, servindo assim para reforçar o material. No entanto, qualquer efeito benéfico temporário induzido por diferentes métodos de tratamento de superfície pode ser contrariado por meio de tratamento de calor associado com a aplicação de um revestimento de porcelana e de fenômenos de crescimento relacionadas com a falha por fadiga.

Işeri et al.²⁸, em 2010, compararam a resistência à flexão da zircônia após diferentes procedimentos de desgaste. Foi realizado o desgaste de 1,0 mm em barras com dimensão de 21 x 5 x 2,0 mm com alta rotação e baixa rotação. Foram utilizados dois tempos de desgaste, contínuo e de curta duração. Também foram analisadas amostras sem nenhum procedimento, grupo controle ($n = 5$). O ensaio de flexão em 3 pontos foi aplicado e os dados foram analisados estatisticamente pelo teste Kruskal-Wallis ($\alpha = 0,05$). O grupo controle foi o mais resistente ($928,4 \pm 186,5$

MPa). O grupo desgaste de curta duração utilizando alta rotação apresentou o valor mais alto entre os grupos desgastados ($878,5 \pm 194,8$ MPa) e o grupo desgaste contínuo com baixa velocidade apresentou o valor mais baixo ($733,8 \pm 94,2$ MPa). Não houve diferenças estatisticamente significantes entre os grupos em relação à resistência a flexão ($P > 0,05$). Todos os procedimentos de desgaste tiveram um efeito contrário sobre a resistência à flexão da zircônia (5 - 26 % de diminuição) mas esta diminuição não foi estatisticamente significativa, se os ajustes são necessários para melhorar a adaptação das restaurações baseadas em zircônia, desgastes com dispositivos de alta velocidade na clínica podem ajudar a prevenir danos mecânicos, o tempo de desgaste, contínuo ou curta duração, também pode influenciar a resistência à flexão. Futuros estudos são necessários com maior tamanho da amostra, medindo a geração de calor durante o desgaste com diferentes instrumentos e tempos.

Também em 2010, Kim et al.³¹ investigaram a estabilidade hidrotérmica de uma zircônia *Y-TZP* obtida através de *CAD/CAM* com e sem modificações de superfície pós-sinterização, desgaste e jateamento com óxido de alumínio. Quinze barras pré-sinterizadas com dimensões de 10 x 10 x 0,5 mm foram usinadas em *CAD/CAM* com broca de 64 μm e submetidos à sinterização. Foram formados 5 grupos: 3 amostras controle, 3 com jateamento com óxido de alumínio 50 μm (0,5 MPa; 5 s; 10 mm), 3 discos de diamante 80 - granulação ~ 200 μm (fresa diamantada super grossa), 3 discos de diamante 120 - granulação ~ 162 μm (fresa diamantada grossa), 3 discos de diamante 600 - granulação ~ 30 μm (fresa diamantada extrafina). Envelhecimento à baixa temperatura em autoclave de vapor foi realizado a $122 (\pm 1)$ °C sob 2 bares de pressão durante períodos pré-determinados. Análise das superfícies em MEV foi realizada antes e após o envelhecimento e foi realizada análise por *XRD* para quantificar a transformação de fase. Amostras controle apresentaram superfície com muitas microfissuras e detritos de desgaste provenientes do processamento *CAD/CAM*. As amostras jateadas apresentaram marcas e sulcos. Nos grupos desgastados, arranhões que foram menos graves para a granulação 600 foram observados, sendo este o grupo que apresentou a menor rugosidade de superfície. A superfície envelhecida teve aspecto mais granuloso, principalmente nas bordas das ranhuras. Antes do envelhecimento, o grupo controle continha pouca fase monoclinica e após mais de 55 %. Já os grupos desgaste e jateamento apresentaram ~ 5 % e após envelhecimento $\sim 7,8$ % e ~ 12

%, respectivamente. Procedimentos de jateamento e desgaste podem melhorar a resistência da zircônia, mas a longo prazo o estudo mostrou que o controle foi melhor. Microfissuras podem causar degradação na resistência a longo prazo.

Kohal et al.³², em 2010, avaliaram os efeitos de cargas cíclicas e preparações sobre a resistência à fratura de um sistema de implante de zircônia. Quarenta e oito implantes foram divididos em 2 grupos de 24 implantes: grupo A - sem modificação e grupo B - preparação de chanfro 1 mm. Grupos A e B foram divididos em 3 subgrupos de 8 implantes cada sendo 1 - sem carga artificial, 2 - carga artificial de 98 N com 1,2 milhões de ciclos de carga e 3 - carga artificial de 98 N com 5 milhões de ciclos de carga. Para análise dos dados foi utilizado o teste ANOVA a dois fatores e teste de Tukey, $P < 0,05$. Os valores de resistência à fratura médios obtidos para os grupos foram: A1 (sem preparação, sem carga) 1928.73 N, A2 (sem preparação, 1,2 milhões de ciclos) 2044.84 N, A3 (sem preparação, 5 milhões de ciclos) 1364.50 N, B1 (preparação, sem carga) 1221.66 N, B2 (preparação, 1,2 milhões de ciclos) 967,11 N, e B3 (preparação, 5 milhões de ciclos) 884,89 N. Houve diferença significativa entre os subgrupos A1 vs A3 e B1 vs B3 e não houve diferença significativa entre os subgrupos A1 vs A2 e B1 vs B2. Redução da resistência à força de fratura dos implantes de zircônia pode ser causada pelo processo de preparação e por cargas cíclicas porém neste estudo os menores valores obtidos podem suportar forças oclusais médias mesmo após determinado período de tempo de aplicação de carga.

Magne et al.³⁸, em 2010, avaliaram neste estudo o efeito de um novo primer experimental para zircônia, uma mistura de organofosforados e monômeros de ácidos carboxílicos, na força de resistência ao cisalhamento zircônia-resina. Quarenta blocos *Y-TZP* (15 × 4 × 2 mm) foram polidos, jateados com Al_2O_3 e divididos em 8 grupos. Três agentes cimentantes resinosos diferentes (BisCem, Duo-Link, Panavia F) foram usados para construir cilindros (2,4 mm de diâmetro) sobre a superfície de zircônia com e sem o primer experimental (n = 15). Também foram testados com cilindros de resina composta Z 100. Teste de cisalhamento foi realizado 24 horas após armazenamento em água. Análise em MEV foi utilizada para avaliar a topografia da superfície e o modo de falha. Para análise estatística foram utilizados os testes de análise de variância e Tukey ($\alpha = 0,05$). A associação do primer experimental com a resina composta restauradora Z 100 apresentou maior resistência ao cisalhamento (29.35 MPa), seguido por Duolink (26.68 MPa). Os

grupos que não receberam o primer experimental apresentaram os menores valores de resistência ao cisalhamento (de 5,95 para 9,79 MPa). O modo de falha foi adesiva para as amostras não condicionadas e mistas nos grupos condicionados. Com base nesse achados foi concluído que o primer experimental aumentou a resistência de união de agentes cimentantes à base de resina com a zircônia.

Mirmohammadi et al.⁴¹, em 2010, avaliaram o efeito da carga cíclica na resistência de união da resina composta ao material de infraestrutura zircônia. Barras zircônia-resina composta, nas dimensões de 2 × 2 × 25 mm, foram preparadas utilizando-se 3 diferentes cimentos a base de resina e submetidas ao teste de flexão de 4 pontos (n = 10). Resistência à fadiga cíclica foi determinada em ensaio de flexão (n = 20) pelo método de escada e para análise estatística foi utilizada a análise de regressão logística. A composição do cimento de resina não teve influência significativa sobre o valor de resistência de união obtidos por ambos os testes, de flexão (F = 0,6, P ≥ 0,5) e de fadiga (F = 1,1, P ≥ 0,3) porém após o ensaio de fadiga houve redução significativa na força de ligação entre 46 e 50 % dos 3 cimentos a base de resina. Portanto os autores concluíram que a força de ligação de zircônia-resina composta é suscetível a deterioração sob a influência de cargas cíclicas.

Nakamura et al.⁴³, em 2010, realizaram uma revisão sistemática com o objetivo de avaliar os dados publicados a respeito de pilares de zircônia de implantes dentários. Avaliaram estudos sobre as propriedades mecânicas dos pilares de zircônia, sobre os tecidos moles peri-implante ao redor de pilares de zircônia, sobre o acúmulo de placa em zircônia, e estudos clínicos na sobrevivência de pilares de zircônia. A revisão dos artigos selecionados mostrou que os pilares de zircônia foram confiáveis na região anterior nos aspectos biológicos e mecânicos e podem representar uma superfície do material menos atraente para a retenção de placa em comparação com titânio. Estudos de acompanhamento clínico indicaram que os pilares de zircônia podem funcionar sem fratura e lesões peri-implantares. Dessa forma foi concluído que a zircônia pode ser utilizada como material para pilares de implantes odontológicos.

Qeblawi et al.⁵⁰, em 2010, avaliaram o efeito do tratamento de superfície mecânico na resistência à flexão de uma zircônia parcialmente estabilizada por ítria e os efeitos dos tratamentos de superfície mecânicos e químicos na resistência de união a um cimento resinoso. Barras de zircônia (4 x 5 x 40 mm) foram preparadas e

divididas em 4 grupos: 1 - controle ou sem tratamento, 2 - jateamento, 3 - silicatização, e 4 - desgaste manual com irrigação. Após armazenamento durante 24 horas a 37 °C a resistência à flexão foi determinada usando um ensaio de flexão de 3 pontos. Os resultados foram analisados utilizando o teste ANOVA ($\alpha = 0,05$). Para a avaliação de resistência ao cisalhamento, as cilindros de zircônia (2,5 x 3,0 mm) foram preparados e divididas em 16 grupos. Cada grupo foi submetido a uma combinação dos seguintes tratamentos mecânicos e químicos. Tratamentos mecânicos: 1 - controle ou sem tratamento, 2 - jateamento, 3 - silicatização, e 4 - desgaste manual com irrigação. Tratamentos químicos: 1 - controle ou sem tratamento, 2 - condicionamento ácido seguido por silanização 3 - silanização e 4 - a aplicação de primer para zircônia. Amostras de dentina foram preparadas a partir de terceiros molares. Os cilindros de zircônia foram cimentados à dentina utilizando um cimento resinoso fotopolimerizável (Multilink Automix). Após armazenamento os espécimes foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento. Para a análise de envelhecimento artificial, os grupos que alcançaram os maiores valores de resistência de união foram duplicados, armazenados a 37 °C e 100 % de umidade por 90 dias, e ciclados termicamente antes de ser carregado ao fracasso. Os resultados foram analisados por meio de análise de variância a dois fatores ($\alpha = 0,05$). Jateamento e desgaste aumentaram significativamente a resistência à flexão. Os valores de resistência ao cisalhamento mais altos foram alcançados para os seguintes grupos: silicatização + silano > desgaste + primer para zircônia > jateamento + silano > primer para zircônia > jateamento + primer para zircônia. Envelhecimento artificial reduziu significativamente a resistência ao cisalhamento para o grupo tratado com silicatização/silano e os grupos de primers de zircônia. Tratamentos mecânicos de superfície aumentaram a resistência à flexão de *Y-TZP*. A ligação da resina a *Y-TZP* foi melhorada com o tratamento de superfície. Uma combinação de tratamentos mecânico e químico de superfície da zircônia desenvolveu ligação durável entre resina e zircônia.

Vergani et al.⁶⁶, em 2010, avaliaram o efeito do armazenamento em água sobre a resistência ao cisalhamento e ao limite de fadiga ao cisalhamento entre bases de próteses e resinas para reembasamento. Possível correlação entre resistência ao cisalhamento e limite de fadiga ao cisalhamento foi investigada. Duas bases de prótese (Lucitone 550-L e Acron MC-AC) e 2 resinas reembasadores (Ufi Gel Hard-UGH e Tokuso Rebase Fast-TR) foram selecionadas. Os espécimes de

cada combinação foram submetidos a forças de cisalhamento (0,5 mm/min) até a fratura. Uma abordagem de escada foi utilizada para determinar o limite de fadiga ao cisalhamento (10.000 ciclos a 5,0 Hz). Para resistência e limite de fadiga ao cisalhamento, os espécimes foram testados após reembasamento (controle) e após 30 dias de armazenagem em água. Os dados (MPa) foram analisados pelo teste ANOVA a dois fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Análise de regressão linear foi realizada para investigar correlação. Armazenamento em água aumentou significativamente ($P < 0,05$) a resistência ao cisalhamento da AC-TR e AC-UGH e o limite de fadiga ao cisalhamento de AC-TR, AC-UGH e L-UGH. Forte correlação linear positiva ($r^2 = 0,949$) foi observada entre a resistência e o limite de fadiga ao cisalhamento.

Wenz et al.⁶⁸, neste mesmo ano, realizaram uma pesquisa sistemática da literatura para avaliar o sucesso clínico dos implantes dentários de *Y-TZP* e se a osseointegração de *Y-TZP* é comparável com a de titânio. Noventa e seis artigos foram encontrados pela estratégia de busca. Os dados clínicos foram restritos a estudos e séries de casos. A osseointegração foi avaliada após 4 semanas a 24 meses, após a colocação em diferentes sítios animais e sob diferentes condições de carga. O percentual médio de contato osso-implante foi na maioria dos grupos experimentais acima de 60 %. Quando controles os implantes de *Y-TZP* foram comparáveis ou até melhores do que os implantes de titânio. Modificações de superfície podem melhorar a cicatrização óssea inicial e a resistência ao torque de remoção. Foi concluído pelos autores que implantes *Y-TZP* podem se tornar uma alternativa para implantes de titânio mas atualmente não existem dados clínicos de longo prazo.

Chevalier et al.⁹, no ano seguinte, avaliaram a resistência à degradação ambiental de amostras de zircônia biomédica estabilizada por ítria revestidas com uma camada de zircônia porosa, processadas através de duas estratégias ligeiramente diferentes. Os autores fizeram uma previsão do seu comportamento in vivo e do impacto do envelhecimento sobre a integridade estrutural. A função das condições do processo sobre a degradação em baixas temperaturas (*LTD*) também foi investigada. Os processos de revestimento foram P1 - revestimento sobre zircônia pré-sinterizada e P2 - revestimento sobre zircônia sinterizada. Foi realizado o envelhecimento acelerado em vapor de água. Análise por *XRD* foi aplicada para acompanhar transformação de fase de tetragonal para monoclinica no revestimento

poroso e a profundidade da zona de transformação. Foram obtidas imagens em MEV. Ensaio mecânico de flexão foram realizados para verificar o efeito do envelhecimento sobre a força total e integridade estrutural das amostras. As condições de processamento para gerar a camada porosa na superfície podem conduzir a uma transformação tetragonal/ monoclinica acelerada da camada porosa na presença de água. A resistência à flexão não foi comprometida mas a coesão da camada porosa e a sua adesão com a parte densa deteriorada. A resistência à degradação dessas superfícies porosas em baixas temperaturas deve ser cuidadosamente controlada a fim de evitar problemas críticos no futuro.

Ohkuma et al.⁴⁵, também em 2011, confeccionaram e avaliaram novas pontas de diamante para desgastar zircônia parcialmente estabilizada por ítria, denominada pelos autores de *Y-PSZ*. Essas pontas foram obtidas por eletrodeposição de grãos de diamante. O diâmetro dos grãos de diamante foram maiores (200 μm) do que o das pontas tradicionais (100 μm). Os autores avaliaram a quantidade de desgaste realizado de maneira padronizada (rotação, tempo e carga aplicada) por perda de massa e a profundidade do mesmo por meio da utilização de paquímetro, comparando os resultados das novas pontas com aqueles de pontas existentes no mercado. Como resultado, a *Y-PSZ* avaliada poderia ser desgastada de forma eficiente com a nova ponta de diamante, que possui maior diâmetro e emprega grãos maiores (200 μm), facilitando, dessa maneira, o procedimento de desgaste e diminuindo o tempo de realização do procedimento.

Scherrer et al.⁵⁸, em 2011, desenharam diagramas S-N e determinaram os limites de fadiga de 4 zircônias *Y-TZP* "como recebidas" (controle) e "jateadas" com 30 μm de partículas de alumina revestidas com sílica, avaliando a sobrevivência de Kaplan-Meier sob carga cíclica. Caracterizaram o tipo e a origem da falha utilizando análise fractográfica e determinaram as proporções de fases usando *XRD*. Tamanho do grão, densidade, parâmetros de Weibull (força e módulo) foram determinados. Os materiais avaliados foram Zeno ZW (Wieland), Everest KV (KaVo), Lava LV (3M ESPE) e Lava com cor LVB (3M ESPE). Os ensaios de fadiga (S-N) foram realizados em 66 de barras de 3,0 x 5,0 x 40 mm com cantos chanfrados para cada zircônia. Metade das barras receberam jateamento com partículas de alumina revestidas por sílica com 30 μm sob 2,5 bar. O tamanho médio dos grãos, desvio-padrão e intervalo foram os seguintes: KV 383 nm (± 47) (140 - 800 nm), ZW 383 nm (± 47) (160 - 880 nm), LV 537 nm (± 47) (160 - 1200 nm); LVB 643 nm (± 61) (200 -

1600 nm). Com exceção do KV, a rugosidade aumentou ligeiramente e foi significativa após jateamento com Cojet. A resistência da cerâmica ZW foi significativamente inferior àquela das outras três. Não foram encontradas diferenças significativas nos módulos de Weibull. Os limites de fadiga das barras controle foram: LV 720 MPa, LVB 600 MPa, KV 560 MPa, ZW 470 MPa. Os limites de fadiga das barras jateadas foram: LV 840 MPa, LVB 788 MPa, KV 645 MPa, ZW 540 MPa. O aumento do limite de fadiga dos corpos-de-prova jateados foi de 15 % para ZW e KV, 17 % para LV e 31 % para LVB. O efeito benéfico do jateamento com Cojet foi claramente demonstrado para todos os materiais. Houve melhoria significativa após jateamento com Cojet (média = 908 MPa) sobre a probabilidade de sobrevivência das barras controle (média = 743 MPa). A origem e o tipo de falha foram observados em estereomicroscópio e MEV. A maioria das falhas (defeitos e trincas) para ZW foram resultantes do processo de fabricação. Nos outros três materiais, as falhas de desgaste prevaleceram. Análise de Rietveld demonstrou a presença de 2 fases dentro das cerâmicas; tetragonal e cúbica. Os autores concluem que o limite de fadiga de uma cerâmica *Y-TZP CAD/CAM* não foi comprometido pelo jateamento com partículas de alumina revestidas por sílica com 30 µm. O jateamento da zircônia estabilizada com ítria com partículas de alumina revestidas por sílica com 30 µm sob 2,5 bar melhorou os limites de fadiga e as probabilidades de sobrevivência. Portanto, esse procedimento pode ser recomendado como uma última etapa clínica antes da cimentação das restaurações indiretas.

Thompson et al.⁶⁴, ainda em 2011, revisaram várias abordagens atualmente disponíveis e novas tecnologias para resolução de problemas referentes aos métodos de cimentação utilizando adesão química e mecânica para as cerâmicas à base de zircônia. Embora a ciência e a tecnologia aplicadas a problemas de aderência/cimentação de restaurações à base de ZrO_2 tenha melhorado, ainda há muito a ser aprendido para tornar este um comportamento previsível para uso clínico. Atualmente, várias tecnologias estão sendo utilizadas clinicamente para resolver este problema, e outras abordagens estão sob investigação. Há um grande foco na modificação das superfícies inertes das cerâmicas de alta resistência. A capacidade para funcionalizar quimicamente a superfície da zircônia parece ser crítica para alcançar a união adesiva. Essa avaliação incidirá sobre as abordagens atualmente disponíveis, bem como as novas tecnologias avançadas para resolver este problema.

Rungruanganunt, Kelly⁵², em 2012, examinaram a influência da adesão em cargas de fratura de uma cerâmica de cobertura a base de alumina (In-Ceram alumina) usando tratamento químico e jateamento. Cerâmicas a base de alumina foram cimentados utilizando ZnPO₄ ou Panavia 21 à dentina, os espécimes foram projetados para permitir penetração de água na interface cimento/dentina. Sessenta espécimes foram confeccionados para o armazenamento por 2 semanas e 80 espécimes para o armazenamento por 6 meses em água a 37 °C. Metade de cada grupo foi testada após jateamento e a outra metade foi utilizada como grupo controle (não jateado). Os espécimes foram carregados ciclicamente até 500.000 ciclos (20 Hz) em água, foi seguido o protocolo de escada. Transiluminação (10X) foi utilizada para análise da fratura. Foi utilizado para análise estatística o teste ANOVA. Média de cargas de falha foram significativamente diferentes entre (1) controle com Panavia e fosfato de zinco em 2 semanas, controle e jateamento em 2 semanas, e controle em 6 meses e 2 semanas. Grupos jateados não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si em qualquer período de tempo.

Amaral et al.⁴, em 2013, avaliaram a influência do tratamento de superfície de zircônia sobre a degradação de baixa temperatura (*LTD*). Amostras em forma de disco foram submetidas a um dos quatro tratamentos de superfície (n = 15), como denotado C (controle - nenhum tratamento da superfície), Si (jateamento 30 µm de partículas de alumina modificadas por sílica), Al (jateamento 30 µm de partículas de alumina), e Gr (desgaste com discos diamantados com granulação de 120). Metade das amostras foram submetidas à autoclave durante 12 horas de tratamento (127 °C, 1,5 bar). As amostras foram caracterizadas por *XRD* e análise de perfilometria, foram submetidas ao teste de resistência à flexão biaxial. A rugosidade superficial foi analisada por meio de ANOVA a dois fatores. Dados de resistência à flexão biaxial foram analisados por ANOVA a um fator. Foi realizado o teste *t* de Student entre cada tratamento de superfície antes e depois de *LTD*. Os resultados foram considerados significativos para $P \leq 0,05$ em todas as análises. Todos os grupos exibiram um aumento da quantidade de fase monoclinica após *LTD*. A transformação de fase tetragonal para monoclinica foi notável para os espécimes do grupo C, que também apresentaram um aumento significativo na força. O grupo Gr também exibiu um aumento de força, mas rugosidade inicial mais baixa, o que, provavelmente, suprimiu *LTD* na superfície da zircônia. As amostras submetidas ao jateamento exibiram valores iniciais mais altos de fase monoclinica e

um pequeno aumento na fase monoclinica após *LTD*, a força não foi afetada nestes grupos. Os efeitos da *LTD* foram diferentes para cada tratamento de superfície aplicado.

Recentemente, segundo Garcia Fonseca¹⁹, em 2013, o jateamento é um método eficiente para melhora da união da interface zircônia-cimento. Sendo assim é necessário compreender seu efeito sobre a força de *Y-TZP*. Os autores avaliaram o efeito do tamanho da partícula utilizada no procedimento de jateamento na resistência à flexão e na transformação de fase de *Y-TZP* Lava. Foi realizado o teste de resistência à flexão com corpos-de-prova nas dimensões 20 x 4,0 x 1,2 mm (n = 14) e foi analisada a transformação de fase (14 mm diâmetro x 1,3-mm espessura) (n = 4), os espécimes de zircônia tiveram suas superfícies tratadas da seguinte maneira: sem tratamento (controle), partículas com 50 µm de óxido de alumínio (Al_2O_3); partículas com 120 µm de Al_2O_3 , partículas com 250 µm de Al_2O_3 ; partículas com 30 µm de Al_2O_3 modificadas por sílica (Cojet Sand), partículas com 120 µm de Al_2O_3 seguidas de partículas com 110 µm de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Plus), e com Rocatec Plus. XRD foi realizado para análise da transformação de fase (%). O ensaio de resistência à flexão em 3 pontos foi realizado em saliva artificial a 37 °C em máquina de ensaios mecânicos. Os dados foram analisados por ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Com exceção do grupo jateado com partículas com 30 µm de Al_2O_3 modificadas por sílica (Cojet Sand), e do grupo jateado com partículas com 250 µm de Al_2O_3 , não houve diferença significativa entre os grupos. Cojet Sand apresentou resistência à flexão semelhante ao grupo controle e jateamento com 250 µm apresentou a menor resistência. As amostras do grupo controle não apresentaram fase monoclinica. Os grupos jateados com as partículas menores (30 µm e 50 µm) e com as maiores (110 µm e/ ou 120 µm e 250 µm) apresentaram porcentagens de fase monoclinica que variaram de 4 % a 5,0 % e de 8,7 % a 10 %. Exceto para jateamento com Cojet Sand, dependendo do tamanho de partícula, a zircônia exibiu aumento ou diminuição na resistência à flexão. O jateamento promoveu transformação de fase (tetragonal para monoclinica), e a porcentagem de fase monoclinica variou de acordo com o tamanho da partícula.

Miyazaki et al.⁴⁰, também em 2013, elaboraram uma revisão abordando os seguintes aspectos: o desenvolvimento de cerâmicas odontológicas, o estado atual dos sistemas CAD/CAM para a Odontologia, CAD/CAM e restaurações de zircônia, adesão entre zircônia e revestimento de cerâmica, adesão da zircônia com

agentes de cimentação à base de resina, o acabamento da superfície da restauração de zircônia e desgaste do esmalte antagonista, e a avaliação clínica de restaurações de zircônia. Zircônia policristalina tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (*Y-TZP*) apresenta melhores propriedades mecânicas e resistência superior à fratura do que as outras cerâmicas odontológicas convencionais. O material zircônia tem sido alternativa clínica ao metal em relação à utilização em infraestruturas de próteses fixas, possuindo adaptação marginal aceitável. O problema está no lascamento da porcelana de revestimento. O mecanismo de adesão entre a zircônia e a cerâmica de revestimento necessita de maiores explicações. Atualmente, silicatização e aplicação de silano são as melhores alternativas para favorecer a ligação entre a infraestrutura de zircônia e a porcelana de revestimento. Clinicamente, a maioria dos problemas em relação às próteses totalmente cerâmicas com infraestruturas em zircônia ocorrem na porcelana de revestimento. Segundo os autores, mais estudos clínicos com amostras maiores e em períodos mais longos são necessários para investigação dos possíveis fatores que influenciam as falhas técnicas desse tipo de prótese.

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar, por meio do método de escada, a influência da ressinterização sobre o limite de fadiga flexural em quatro pontos de uma zircônia *Y-TZP* após diferentes condições de desgastes com pontas diamantadas. Além disso, analisar o padrão de alteração da superfície promovido por ressinterização, desgaste e ciclagem e realizar a análise fractográfica da *Y-TZP* por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

4 MATERIAL E MÉTODO

4 MATERIAL E MÉTODO

Obtenção dos corpos-de-prova:

Para a confecção dos corpos-de-prova, blocos de zircônia *CAD/CAM Y-TZP* pré-sinterizados (Figura 1) do sistema Lava™ (Lava Frame; 3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha) foram seccionados em cortadeira metalográfica (Figura 2) de alta precisão (Isomet 1000; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), utilizando disco diamantado (Diamond Wafering Blade; Series 15LC Diamond nº. 11-4276, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) sob constante refrigeração com água. Foram obtidas 40 barras retangulares nas dimensões de 25 x 5,0 x 1,50 mm e 80 barras nas dimensões de 25 x 5,0 x 1,90 mm. Essas barras foram submetidas a acabamento com Exa-cerapol (nº. 0361HP, Edenta, Labordental Ltda, Hauptstrasse, Suíça) em motor de bancada (Beltec LB 2000, Araraquara, São Paulo, Brasil)⁴⁶.

Figura 1 - Bloco de zircônia *CAD/CAM Y-TZP* pré-sinterizada. Araraquara, 2013.



Figura 2 - Cortadeira metalográfica de alta precisão. Araraquara, 2013.



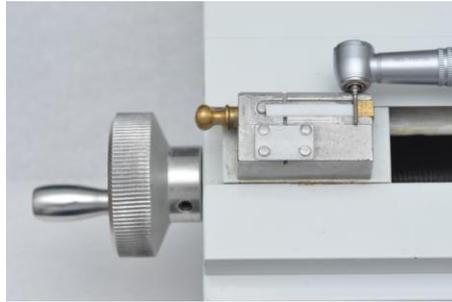
Após essa etapa, as barras de zircônia *Y-TZP* pré-sinterizadas foram sinterizadas em forno Dekema (Austromat, Alemanha), desenvolvido para o sistema Lava™ durante 8,0 horas a 1500 °C, seguindo as recomendações do fabricante. As dimensões dos corpos-de-prova após a contração volumétrica de aproximadamente

25 %, decorrente do processo de sinterização, foram de aproximadamente 20 x 4,0 x 1,20 mm e 20 x 4,0 x 1,50 mm.

As amostras com menor dimensão em altura (1,20 mm) fizeram parte do grupo controle em relação aos grupos desgastados sendo submetidas aos ensaios de limite de fadiga sem ou com a realização de ressinterização (grupos C e CR). As amostras de maior dimensão (1,50 mm) fizeram parte do grupo experimental submetido a desgastes simulados (grupos D, DR, DI e DIR). Para isso, as barras de zircônia foram posicionadas no interior de uma matriz de aço inoxidável com dimensões internas de 20,05 mm de comprimento, 4,05 mm de largura e 1,20 mm de altura. Assim, houve 0,30 mm de zircônia excedendo a dimensão de altura da matriz metálica, o que possibilitou a padronização da quantidade de desgaste realizado. Após o desgaste, todas as barras apresentaram as dimensões de 20 x 4,0 x 1,20 mm, conforme recomendado pela norma ISO 6872²⁷.

Para os procedimentos de desgastes simulados foram utilizadas fresas diamantadas específicas para desgaste e acabamento de zircônia, com granulação de 151 μm (nº. 4ZR, Komet, Brasseler, Lemgo, Alemanha). Os desgastes com as fresas diamantadas foram realizados com auxílio de motor de alta rotação (Kavo Extratorque 605, Kavo do Brasil Ind. e Com. Ltda, Joinville, SC, Brasil) a 350.000 rpm, com e sem refrigeração com água destilada. A fresa foi posicionada paralela ao plano horizontal e perpendicular à dimensão do comprimento da matriz aplicando-se carga padronizada⁴⁵, por meio de dispositivo calibrador confeccionado para tal finalidade (Figura 3). A utilização de carga constante visou padronizar o calor gerado durante os procedimentos de desgaste, uma vez que essa variável pode interferir na transformação de fase da *Y-TZP*. Durante o procedimento de desgaste dos 0,30 mm, a fresa entrava em contato com toda a superfície superior das barras de zircônia, durante 3 movimentos completos de ida e volta. As fresas eram substituídas a cada 5 corpos-de-prova desgastados, momento no qual se detectou, com base em estudo piloto, que os procedimentos padronizados não eram capazes de realizar o desgaste almejado. Dessa forma, foi possível padronizar o desgaste com a remoção de 0,30 mm de zircônia na superfície da barra sinterizada.

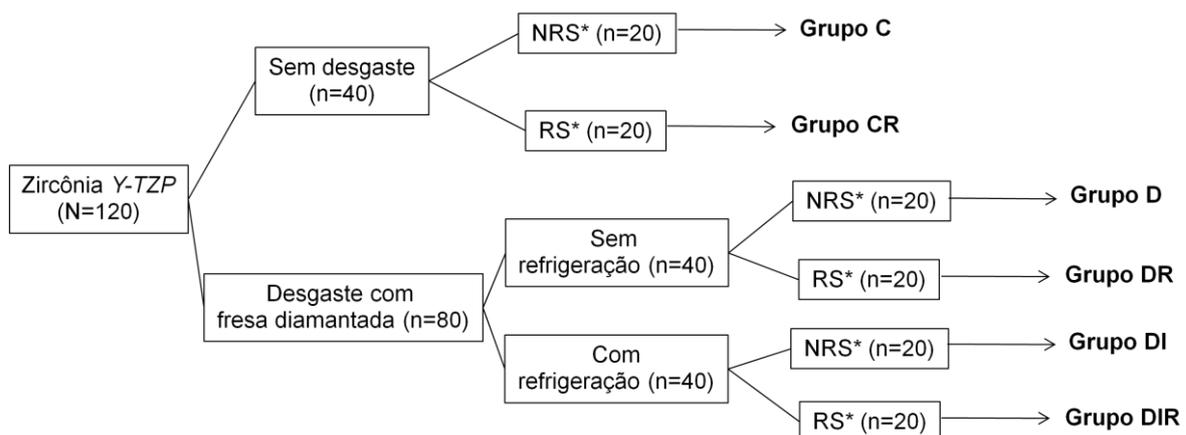
Figura 3 - Dispositivo padronizador de desgaste. Araraquara, 2013.



Metade dos corpos-de-prova não desgastados (grupo controle) e metade daqueles submetidos aos diferentes procedimentos de desgaste (fresa diamantada, com ou sem refrigeração) foram submetidos a tratamento de ressinterização (Aluminipress; EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, SP, Brasil) semelhante ao preconizado pelo fabricante do sistema Lava™ ("ciclo de regeneração"), com intuito de eliminar defeitos, possíveis microtrincas e tensões geradas a partir dos desgastes manuais realizados²⁶. Esse procedimento consistiu de tratamento térmico a 1000 °C, durante 30 minutos. Em seguida, os corpos-de-prova foram resfriados lentamente, em temperatura ambiente abrindo o forno, para posterior submissão aos ensaios de limite de fadiga, juntamente com os demais corpos-de-prova que fizeram parte dos demais grupos experimentais não ressinterizados.

A composição dos grupos experimentais submetidos aos ensaios mecânicos de limite de fadiga em quatro pontos está ilustrada no organograma apresentado a seguir (Figura 4).

Figura 4 - Organograma dos grupos experimentais submetidos aos ensaios de limite de fadiga flexural em quatro pontos. Araraquara, 2013.

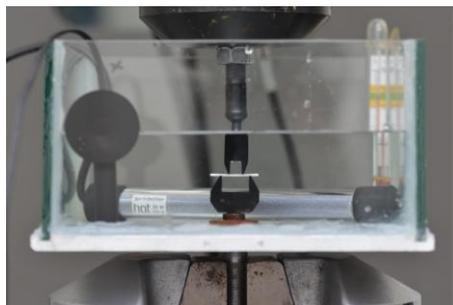


*NRS= não ressinterizado; *RS= ressinterizado

Ensaio mecânico de limite de fadiga por flexão em quatro pontos:

Para a realização dos ensaios mecânicos de limite de fadiga flexural pela técnica de quatro pontos, inicialmente, em um estudo piloto, 12 corpos-de-prova para cada condição experimental nas dimensões finais de 20 x 4,0 x 1,20 mm foram confeccionados e submetidos a ensaios monotônicos (estáticos) de resistência à flexão em quatro pontos^{1,5}. Para isso, foi utilizado um dispositivo de quatro pontos de flexão (span de 16 mm) em máquina de ensaios mecânicos servo-hidráulica MTS 810 (Material Test System, Eden Prairie, MN, EUA), com célula de carga de 10 kN e velocidade constante de 0,50 mm/min, conforme preconizado pela ISO 6872²⁷. Os ensaios mecânicos foram todos conduzidos com os corpos-de-prova imersos em saliva artificial a 37 °C¹, simulando as condições clínicas de temperatura e umidade da cavidade bucal. Para a manutenção da temperatura durante os ensaios mecânicos foi utilizado um aquecedor (30 W), conectado a um termostato (Alife 1000 W, Hai Feng Feeds CO., Nangang Industrial Park, Nantou, Taiwan) com precisão de $\pm 1,0$ °C na célula de temperatura (Figura 5). Durante os ensaios, os corpos-de-prova foram posicionados com a face desgastada voltada para baixo, de forma a serem submetidas às tensões de tração. Dessa forma, foi possível a obtenção da carga máxima de resistência à fratura em Newton das barras de zircônia nas dimensões propostas para o estudo de limite de fadiga.

Figura 5 - Corpo-de-prova posicionado em dispositivo de flexão em 4 pontos. Araraquara, 2013.



Após a obtenção da média da resistência flexural monotônica à fratura das barras de zircônia de cada grupo experimental (C = 763,59 MPa; CR = 789,14 MPa; D = 691,60 MPa; DR = 759,66 MPa; DI = 760,82 MPa; DIR = 813,82 MPa), foi realizado um cálculo para a obtenção da carga correspondente a 60 % da máxima obtida. Essa carga de 60 % em relação à carga máxima obtida nos ensaios monotônicos foi considerada como carga inicial para submissão dos corpos-de-

prova aos ensaios de limite de fadiga. De acordo com alguns autores³ e seguindo metodologia de um estudo prévio⁶⁶, um mínimo de 15 corpos-de-prova é requerido para que a interpretação dos resultados do método de escada seja precisa e confiável. Dessa forma, para cada grupo experimental 20 corpos-de-prova foram avaliados, seguindo o protocolo para a realização do método de escada. Assim, os corpos-de-prova foram montados no mesmo dispositivo utilizado para avaliação da resistência flexural monotônica e, em seguida, submetidos, individualmente, a 500.000 ciclos⁴⁹, com frequência de 10 Hz^{44,58}, na máquina de ensaios mecânicos MTS 810.

Para a realização do método de escada, o primeiro corpo-de-prova de cada grupo experimental foi submetido à ciclagem mecânica flexural em quatro pontos com a carga de 60 % da máxima obtida nos ensaios monotônicos, conforme descrito anteriormente. Subsequentemente, a carga aplicada nos corpos-de-prova foi aumentada ou diminuída por meio da utilização de um incremento fixo de 4,0 % da carga inicial aplicada^{6,15,16,66}. O acréscimo ou decréscimo na carga aplicada foi dependente do evento de fratura ou não do corpo-de-prova durante a aplicação dos 500.000 ciclos. Assim, quando houve sobrevivência (não fratura) do corpo-de-prova, o teste subsequente foi realizado com um acréscimo (incremento fixo) na carga aplicada. Por outro lado, quando o corpo-de-prova fraturou antes do término dos 500.000 ciclos, houve um decréscimo (incremento fixo) na carga a ser aplicada para o próximo corpo-de-prova. Esses procedimentos de acréscimo ou decréscimo na carga de carregamento cíclico foram realizados até que o número mínimo de 20 corpos-de-prova por grupo experimental fosse avaliado.

A análise dos dados pelo método de escada é feita com base no evento (fratura ou não) menos frequente. Assim, a média do limite de fadiga (XL) e o desvio-padrão (SD) foram calculados com base nas seguintes fórmulas, de acordo com o protocolo delineado por Dixon e Mood¹⁶:

$$XL = X_0 + d (A/N) \pm 0.5 \quad (1)$$

$$SD = 1.62 d [NB - (A^2/N^2) + 0.029] \quad (2),$$

onde,

X₀: menor tensão (MPa) de ruptura ou resistência registrada;

d: incremento fixo em MPa;

N: quantidade de corpos-de-prova fraturados ou não fraturados (o evento que ocorrer em menor número), independente da carga aplicada no carregamento;

A: somatório da quantidade de fraturas ou não, multiplicadas pelos níveis aplicados às diferentes tensões de fratura registradas. Para isso, o menor valor onde ocorreu fratura ou a resistência do material é denominado de nível zero, o segundo valor denominado de nível 1, o terceiro de nível 2 e assim por diante, de acordo com a quantidade de corpos-de-prova que apresentaram ruptura;

B: soma total de fraturas ou não, multiplicadas pelo quadrado dos níveis atribuídos para cada tensão registrada.

Na primeira fórmula, o sinal negativo é utilizado quando a análise é baseada nas fraturas, ou seja, quando essas ocorrem em menor número, dentro dos corpos-de-prova avaliados para cada grupo experimental. A Tabela 1 representa uma situação hipotética com objetivo de esclarecer o método descrito anteriormente.

Tabela 1 - Exemplo de tabela para cálculo do limite de fadiga pelo método de escada.

Tensão (MPa)	i	n _i	i n _i	i ² n _i
9,45	3	1	3	9
9,10	2	2	4	8
8,83	1	3	3	3
5,15 (X ₀)	0	1	0	0
Total		N = 7	A = 10	B = 20

Nessa Tabela auxiliar hipotética, baseada em fraturas, **i = 0** significa a menor tensão onde ocorreu fratura (5,15 MPa), o valor seguinte onde, também, ocorreu fratura é **i = 1** (8,83 MPa) e assim sucessivamente. **n_i** é o número de corpos-de-prova que se fraturam com as respectivas tensões apresentadas na primeira coluna. **N**, **A** e **B** representam, respectivamente, o somatório de **n_i**, **i n_i** e **i² n_i**.

Caracterização das superfícies por microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Com o objetivo de verificar as alterações topográficas das amostras submetidas aos diferentes métodos de desgaste e à ressinterização, 3 corpos-de-prova não fraturados de cada condição experimental foram selecionados de maneira

aleatória, limpos com álcool isopropílico 90 % em ultrassom por 3 minutos, secos e submetidos à deposição de ouro para análise em MEV¹. Para essa análise, foram utilizadas ampliações de 500X, em equipamento JEOL (JSM-6510LV, JEOL, Peabody, MA, USA). Além disso, 3 corpos-de-prova fraturados de cada condição experimental foram selecionados de forma aleatória e preparados da mesma forma. Nesta etapa foram utilizadas ampliações de 30 e 100X, com intuito de analisar o padrão e a origem da fratura ocorrida^{12,13,56}. Foram também analisados por MEV, com ampliação de 500X, 3 corpos-de-prova, nas mesmas condições dos grupos C e CR, não submetidos aos procedimentos de ciclagem mecânica.

Delineamento estatístico:

Os resultados foram submetidos aos testes Levene e Shapiro-Wilk para análise da homogeneidade de variância e normalidade (IBM SPSS Statistics version 20; Statistical Package for Statistical Science Inc, Chicago, Ill, USA). Os dados do teste de fadiga flexural obtidos pelo método de escada foram estatisticamente analisados por análise de variância a dois fatores (ANOVA), em nível de significância de 5,0 % (Microsoft[®] Excel[®] for Mac 2011, version 14.0.0, Microsoft Corporation, Redmond, WA), para avaliar se houve influência ou não dos fatores de variação (desgastes/ ressinterização). Quando houve diferença significativa entre os meios, foi aplicado o pós teste de Tukey HSD ($\alpha = 0,05$).

5 RESULTADO

5 RESULTADO

As Figuras de 6 a 11 ilustram a distribuição dos valores de tensão (MPa) da zircônia Lava™ obtidos pelo método de escada, correspondentes aos grupos C, CR, D, DR, DI e DIR, respectivamente.

Figura 6 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo C. Araraquara, 2013.

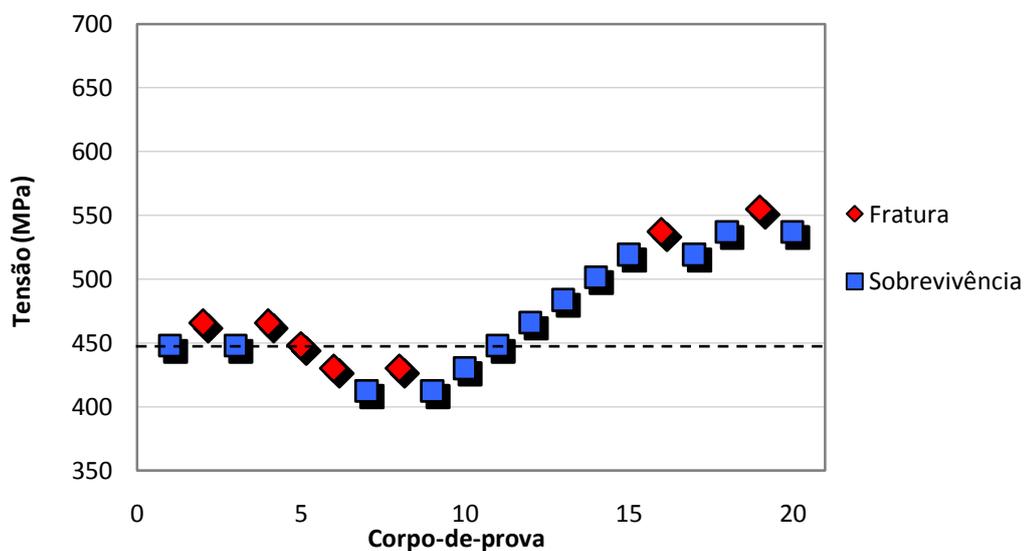


Figura 7 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo CR. Araraquara, 2013.

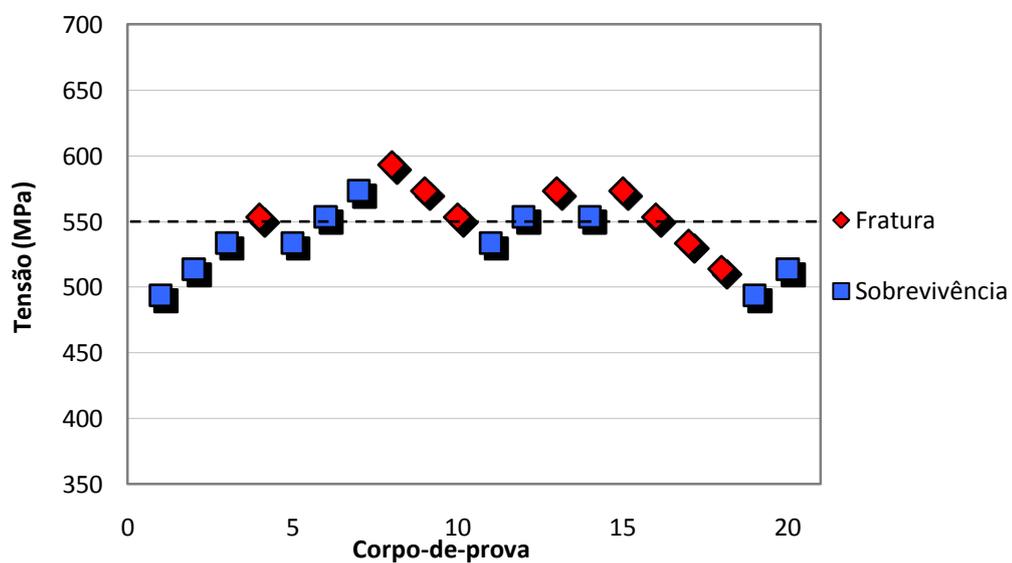


Figura 8 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo D. Araraquara, 2013.

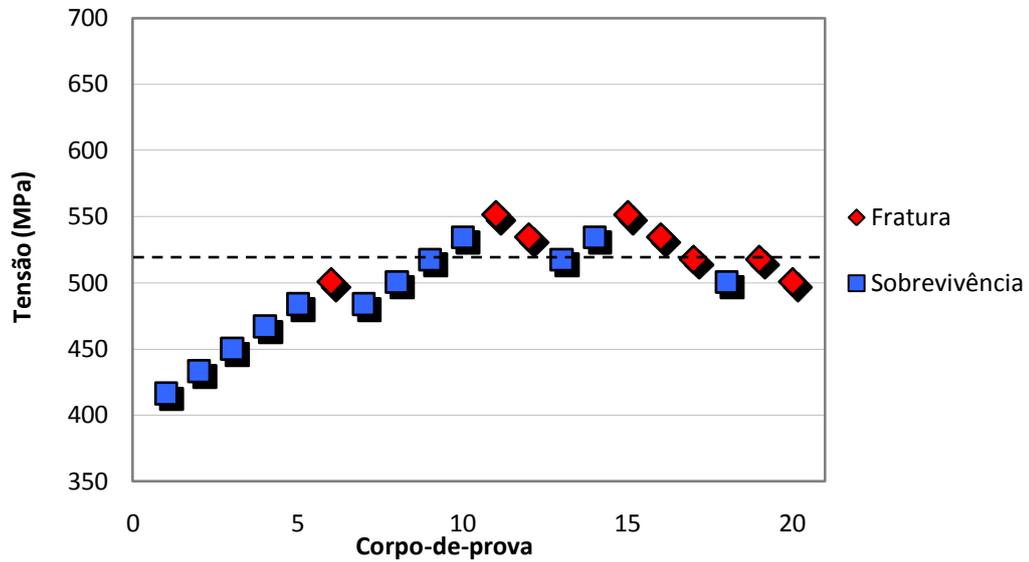


Figura 9 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo DR. Araraquara, 2013.

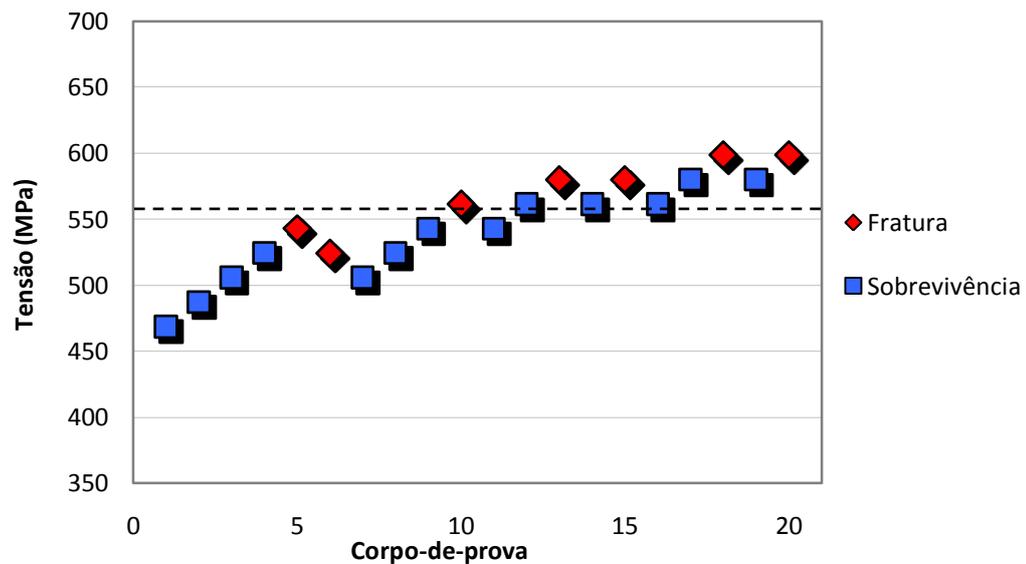


Figura 10 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo DI. Araraquara, 2013.

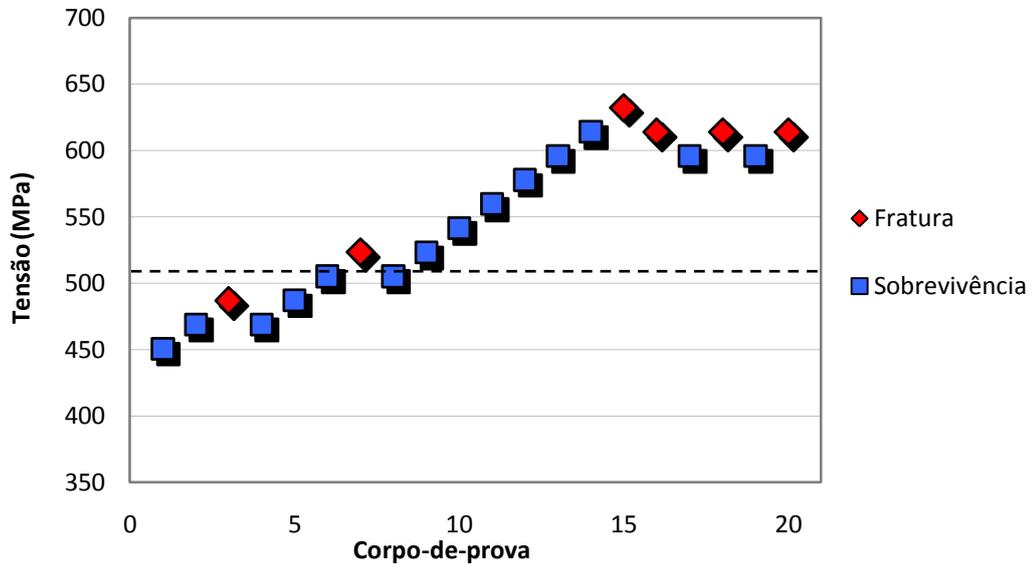
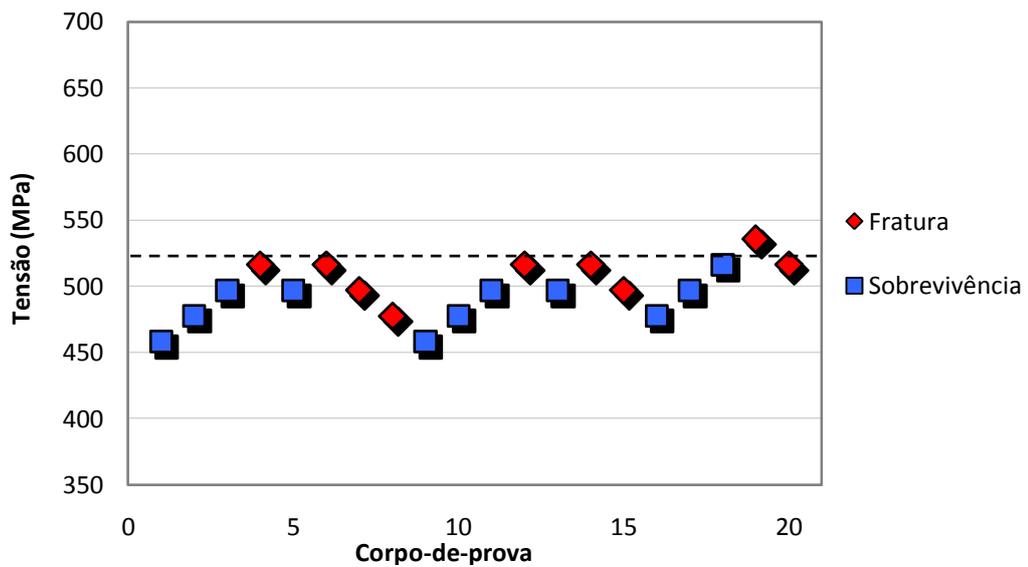


Figura 11 - Valores de tensão (MPa) aplicados durante a análise do limite de fadiga flexural e valor médio (linha tracejada) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™ correspondente ao grupo DIR. Araraquara, 2013.



A análise de variância a dois fatores produziu diferenças significativas ($P < 0,001$) no limite de fadiga flexural para as variáveis desgaste, tratamento térmico (ressinterização) e suas interações. Os valores médios, desvios-padrão e coeficiente de variação para o limite de fadiga flexural em quatro pontos e resultados do pós teste de Tukey HSD ($\alpha = 0,05$) são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Valores médios (MPa), desvios-padrão (\pm) e coeficientes de variação (%) do limite de fadiga flexural da zircônia Lava™. Araraquara, 2013.

	Não ressinterizado	Ressinterização (R)
Controle (C)	448,55 ($\pm 56,22$) / 12,53% B^b	550,49 ($\pm 42,33$) / 7,69% A^a
Desgaste sem refrigeração (D)	520,92 ($\pm 34,95$) / 6,71% A^a	557,65 ($\pm 59,78$) / 10,72% A^a
Desgaste com refrigeração (DI)	510,44 ($\pm 27,00$) / 5,29% A^a	525,79 ($\pm 21,81$) / 4,15% A^a

Desvio-padrão entre parênteses. Letras maiúsculas iguais no sentido vertical e letras sobrescritas iguais no sentido horizontal indicam igualdade estatística ($P \geq 0,05$).

A partir da Tabela 2, pode ser visto que para os grupos não ressinterizados, o limite de fadiga flexural médio do grupo C foi significativamente menor do que os dos grupos D e DI ($P < 0,05$), sem diferença significativa entre si. Dentro dos grupos ressinterizados, não foi observada diferença significativa ($P \geq 0,05$) entre eles. A ressinterização aumentou significativamente o limite de fadiga flexural médio dos espécimes do grupo C ($P < 0,05$), não tendo nenhuma influência sobre os grupos desgastados.

As amostras desgastadas produziram mudanças significativas na característica de superfície, compatíveis com os riscos criados pela broca de diamante (Figuras 12 e 13). Dentro dessas amostras, não foram observadas alterações significativas na superfície entre os espécimes do DI e D. As Figuras 14 e 15 mostram que o tratamento térmico (espécimes C vs CR) também não produziu mudanças na topografia da superfície da zircônia Lava™. De modo semelhante, comparando os espécimes ciclados com os não ciclados, pode ver-se que a carga cíclica não alterou a sua topografia da superfície (Figuras 16 e 17). Defeitos mínimos, com a ausência de microfissuras podem ser notados. Independentemente

dos grupos experimentais, o exame dos locais de fratura revelou que todas as falhas iniciaram no lado de tração dos espécimes (Figuras 18 e 19).

Figura 12 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova submetido a desgaste sem refrigeração. Araraquara, 2013.

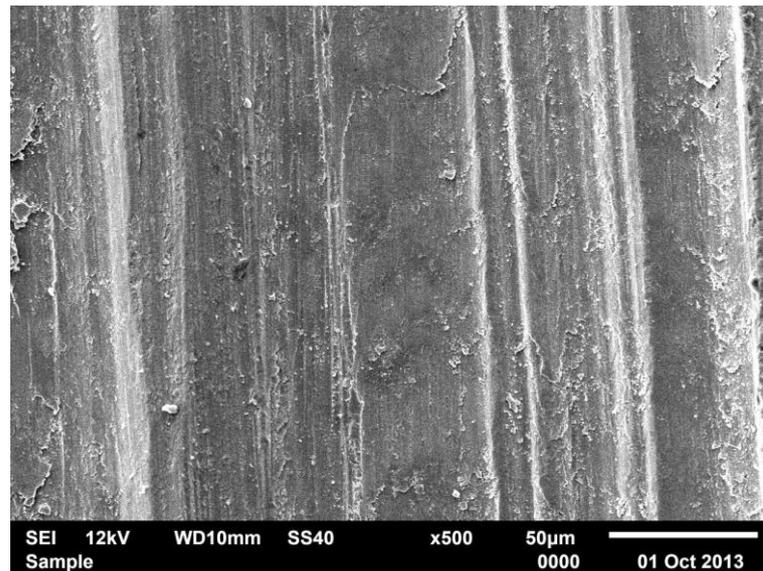


Figura 13 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova submetido a desgaste com refrigeração. Araraquara, 2013.

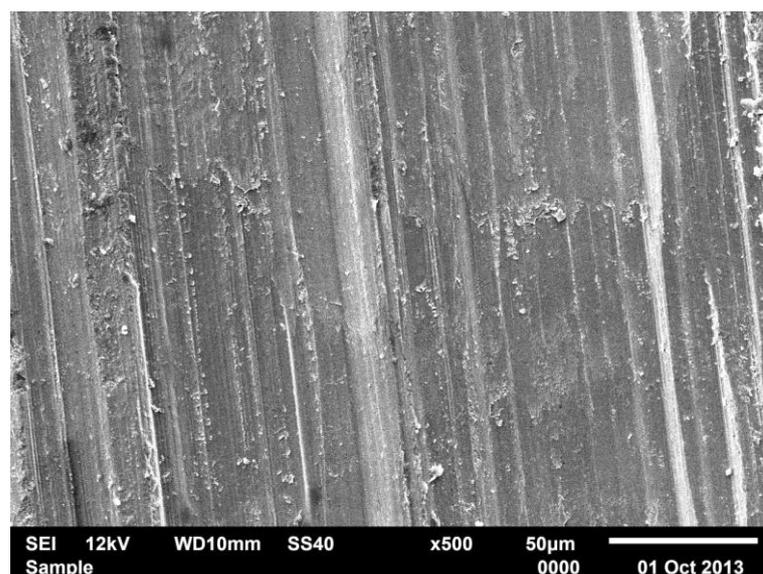


Figura 14 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova do grupo controle não ressinterizado. Araraquara, 2013.

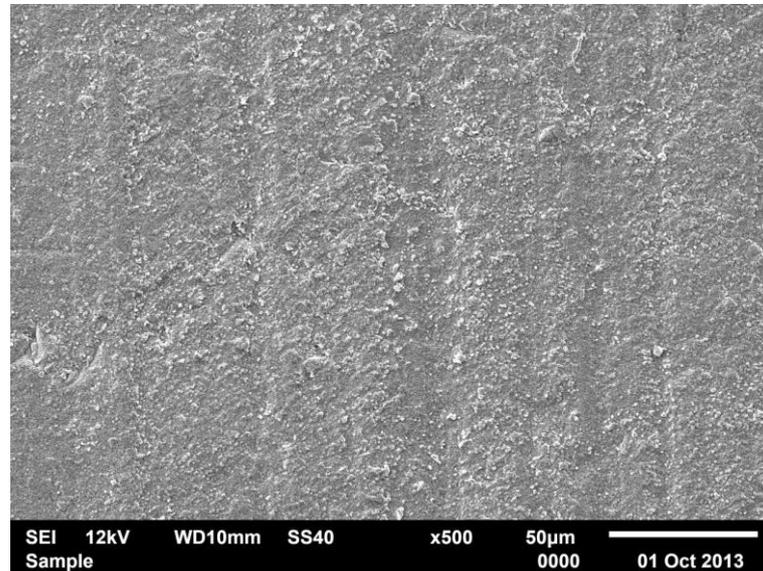


Figura 15 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova do grupo controle após ressinterização. Araraquara, 2013.

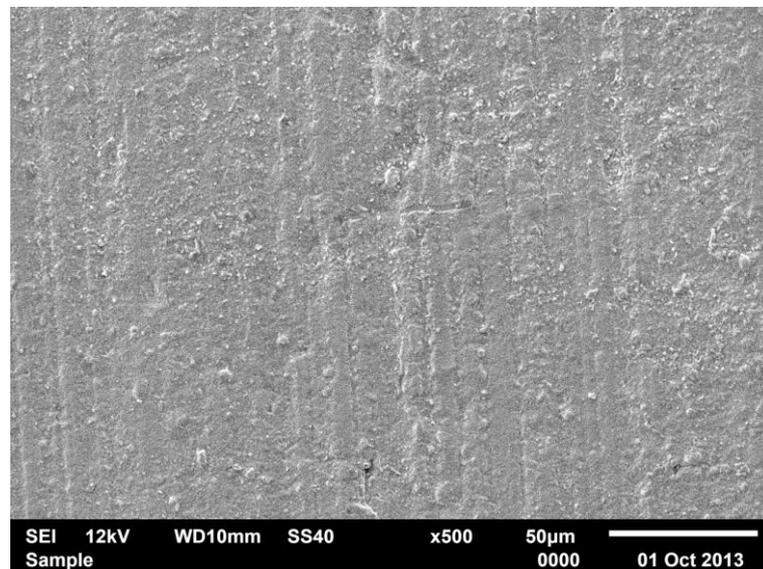


Figura 16 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova do grupo controle não ressinterizado previamente à ciclagem mecânica. Araraquara, 2013.

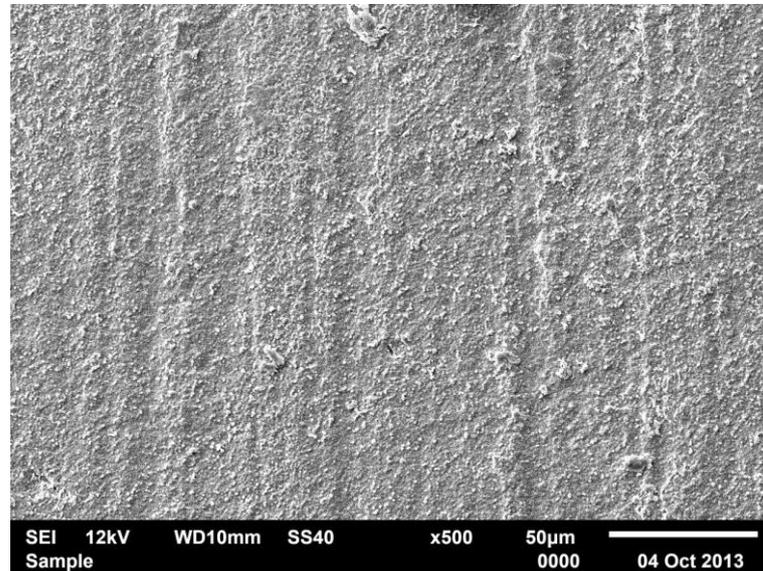


Figura 17 - Fotomicroscopia (500X) de um corpo-de-prova do grupo controle não ressinterizado após ciclagem mecânica. Araraquara, 2013.

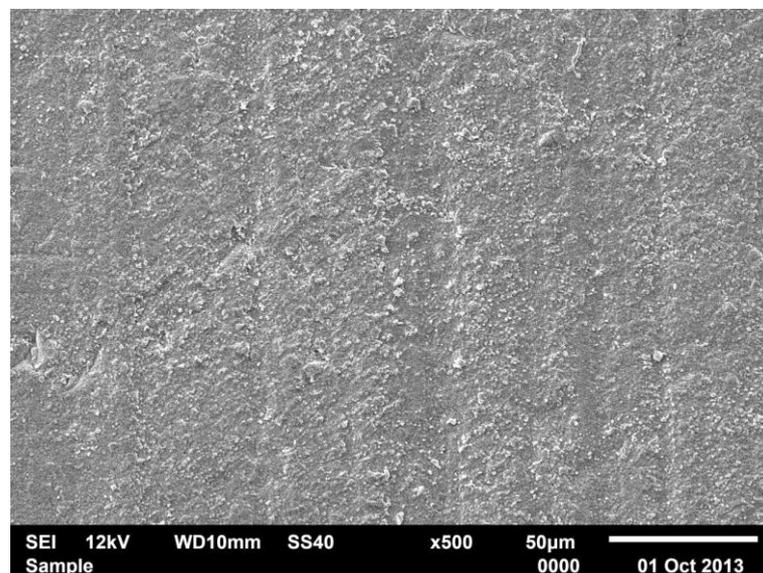


Figura 18 - Fotomicroscopia (30X) de um corpo-de-prova do grupo controle não ressinterizado, evidenciando o início da fratura no lado de tração (vide seta), oposto à superfície de compressão onde ocorreu lascamento. Araraquara, 2013.

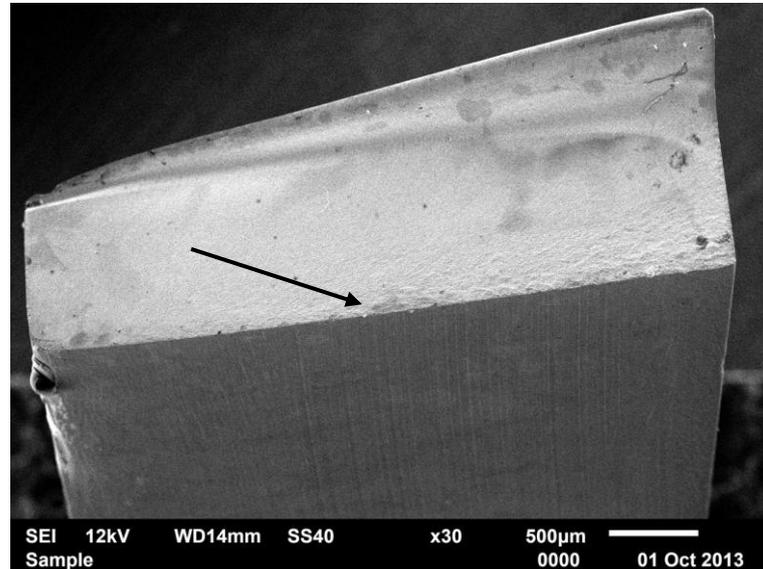
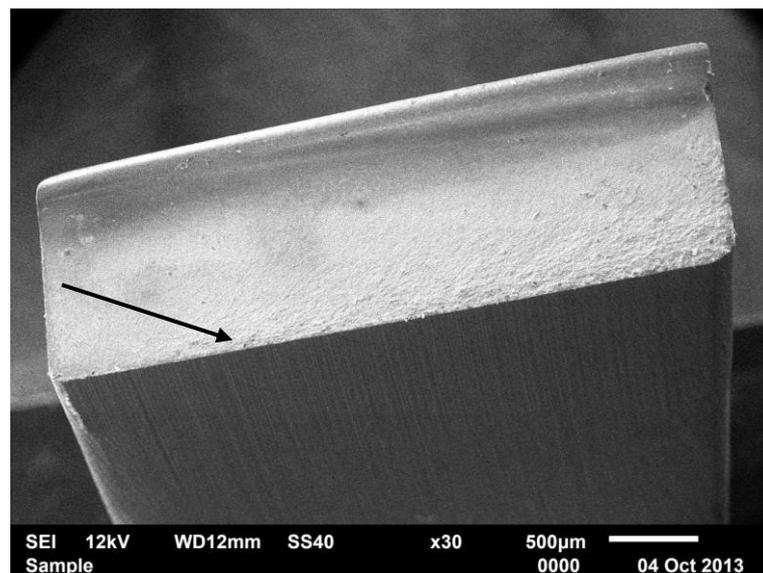


Figura 19 - Fotomicroscopia (30X) de um corpo-de-prova do grupo controle ressinterizado, evidenciando o início da fratura no lado de tração (vide seta), oposto à superfície de compressão onde ocorreu lascamento. Araraquara, 2013.



6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

Embora a tecnologia *CAD/CAM* permita a obtenção de próteses totalmente cerâmicas precisas e resistentes, ajustes em infraestruturas de zircônia são procedimentos realizados rotineiramente na prática clínica e laboratorial^{2,31,36,54,67}. Diversos autores^{39,54,58} observaram que alterações significativas podem ocorrer nas propriedades físicas, químicas e mecânicas da zircônia após ajustes, desgastes ou tratamentos de superfície. Assim, a resistência da zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (*Y-TZP*) pode ser influenciada por meio de tratamentos de superfície, que podem exercer diferentes graus de danos^{19,24,45,48,50,52}. Estudos recentes^{14,22,28,35,54,58} mostraram que os tratamentos de superfície geram danos significativos na superfície, perda de grãos e/ou microfissuras, contribuindo com diminuição na resistência do material. Wang et al.⁶⁷ (2008) avaliaram o efeito do tratamento de superfície sobre a resistência à flexão de infraestruturas de zircônia e observaram que esta propriedade depende da gravidade dos danos de superfície.

O ensaio mecânico cíclico de flexão em quatro pontos foi realizado com o objetivo de se determinar, por meio do método de escada (*staircase* ou *up and down method*), o limite de fadiga flexural de uma zircônia *Y-TZP*. Ensaio mecânico em quatro pontos frequentemente geram valores de resistência à flexão inferiores em relação aos ensaios em três pontos, mas apresentam resultados mais confiáveis, uma vez que a área sob tensão é maior⁵¹. O método de escada é um método frequentemente utilizado para a avaliação do limite de fadiga de materiais odontológicos^{6,17,36,41,57,66,69}. Esse método permite avaliar a resistência dos materiais sob condições cíclicas que mais se aproximam dos estresses induzidos aos materiais sob função mastigatória, com a utilização de um número reduzido de amostras, a partir de um mínimo de 15 corpos-de-prova por grupo experimental³⁶. Outro detalhe metodológico importante, é que todos os ensaios mecânicos foram realizados com os corpos-de-prova imersos em saliva artificial a 37 °C, para que as condições de umidade e temperatura se assemelhassem com as condições intraorais. Esse aspecto assume fundamental relevância levando em consideração que a zircônia sofre degradação sob baixa temperatura, principalmente em ambientes úmidos, devido à alterações em sua estrutura cristalina^{4,58}. Estudos de fadiga relacionados à zircônia *Y-TZP* verificaram que há aumento na

susceptibilidade à propagação de trincas quando as amostras são analisadas em ambiente úmido⁵⁸. No presente estudo, as amostras que resistiam aos 500.000 ciclos ficavam em contato com a saliva artificial aproximadamente 14 horas, tempo que pode ter influenciado os resultados obtidos.

O presente estudo revelou que, qualquer que seja o protocolo utilizado, o desgaste aumentou o limite de fadiga flexural da cerâmica *Y-TZP Lava*TM. Provavelmente, esses resultados estão relacionados com as tensões de compressão induzidas pela transformação de fase $t \rightarrow m$ ^{11,30,49}. A transformação de fase é acompanhada por uma expansão volumétrica de aproximadamente 5,0 %^{14,31}, o que resulta em tensões de compressão nas camadas micrométricas superficiais, as quais, além de conter as falhas de superfície, aumentam, em um primeiro momento, a resistência à fratura do material. Este processo de tenacificação permite que a zircônia, de elevada rigidez, sofra pequenas deformações, de forma semelhante à deformação plástica³⁷; inferida por vários autores como um aspecto que é benéfico às suas propriedades mecânicas^{11,30,49,63}. Segundo Teixeira et al.⁶³ (2007), há, devido a esse processo, redução na energia nas extremidades das trincas, limitando a propagação das mesmas. Outra informação relevante é que as análises em MEV não apresentaram alterações significativas na topografia da superfície quando as amostras desgastadas, com ou sem irrigação foram comparadas. Uma hipótese que pode ajudar a explicar esta observação é que as alterações mecânicas introduzidas pelo atrito durante o processo de desgaste produziram mais efeito do que o calor gerado pelo o uso ou não da irrigação. Assim, o efeito da transformação de fase $t \rightarrow m$ induzida por desgaste pode ter sobreposto a transformação $m \rightarrow t$ induzida pelo aquecimento produzido durante os processos de desgaste²². Apesar dos resultados positivos observados para a propriedade mecânica avaliada, o aumento na fase monoclinica pode tornar a zircônia mais susceptível à degradação no ambiente aquoso ou ácido^{35,58}. A umidade pode agravar fortemente a propagação de trincas por fadiga, com crescimento lento a partir de seus pontos de nucleação^{24,31,35,67}. Manicone et al.³⁹ (2007) corroboram essa inferência, afirmando que a exposição à umidade por longos períodos pode comprometer as propriedades mecânicas da zircônia devido ao processo de envelhecimento do material.

Geralmente, as cargas cíclicas conduzem à tensões que iniciam a propagação de fissuras/ microtrincas subcríticas ao longo da superfície do material,

que podem contribuir para a sua falha²³. Os sítios de nucleação dessas fissuras geralmente aparecem próximo ao local de aplicação das cargas, na região de tensões de tração das amostras¹. Com cargas cíclicas repetitivas durante a mastigação, pequenos defeitos tendem a aumentar até um tamanho crítico, em que falhas catastróficas ocorrem com frequência⁶⁷. As cargas cíclicas aplicadas neste estudo não alteraram a topografia de superfície das amostras. No entanto, o desgaste produziu alterações aparentes nas características da superfície, como o esperado¹¹. Procedimentos de desgaste geralmente produzem ranhuras, microfissuras ou fissuras, dependendo do grão da fresa, da carga e da velocidade utilizada^{1,8,11,22,24,28,30,31,49}. Estudos^{11,22} permitem verificar que o desgaste com pontas diamantadas de elevada granulação (125-150 μm) conduz a um aumento da rugosidade da superfície, resultando na redução da resistência à flexão, enquanto o desgaste com menor granulação (20 a 40 μm) tende a aumentar a resistência à flexão da *Y-TZP*. Neste estudo, fresas de diamante específicas para zircônia, com granulação de 151 μm , foram utilizadas em alta rotação (350.000 rpm). O limite de fadiga flexural médio dos grupos desgastados foi significativamente mais elevado em relação ao controle. Com base nestes resultados, pode-se inferir que as fendas não apresentaram tamanho significativamente crítico a ponto de comprometer a resistência à fadiga da zircônia. Por outro lado, essas microfissuras podem promover a degradação do material no ambiente oral e podem provocar a deterioração da sua resistência a longo prazo³¹. Investigações adicionais são necessárias para verificar esses efeitos, seguindo a metodologia neste estudo.

O desenvolvimento e propagação de fissuras/ trincas estão relacionados com o lado do material em que tensões de tração estão presentes^{1,24,31}. Defeitos superficiais profundos podem atuar como zonas de concentração de tensão, tornando-se fator limitante se o comprimento da falha se estender para além da camada em que estão presentes tensões de compressão, que apresentam profundidades que não excedem 15 a 20 μm ^{14,24,28,30,37}. O mecanismo pelo qual os danos de superfície podem ocorrer após a transformação de fase, pode ser explicado pela perda de grãos, associada ao aumento do volume do material cristalino¹⁴.

A ressinterização é geralmente acompanhada por transformação de fase reversa, de monoclinica para tetragonal ($m \rightarrow t$)²². Esse fenômeno é geralmente acompanhado por relaxamento das tensões de compressão na superfície do

material e diminuição de suas propriedades mecânicas²². Considerando que o tratamento térmico da zircônia após a sinterização pode inverter a transformação de fase induzida por desgaste, danos criados na superfície podem culminar com a fratura do material, devido à propagação de trincas, ou defeitos maiores persistentes, uma vez que as falhas/ microtrincas/ trincas podem não ser eliminadas após o aquecimento¹⁴. Dessa forma, o efeito benéfico temporário induzido por diferentes métodos de tratamento de superfície pode ser contrariado pela adição de um tratamento térmico, como o processo de ressinterização²⁴. Por outro lado, apesar da ressinterização somente proporcionar aumento no limite de fadiga flexural para as amostras não desgastadas, ela pode melhorar a resistência ao envelhecimento do material em meio úmido, favorecendo a sua longevidade.

Os tratamentos de superfície e térmicos podem apresentar efeitos opostos sobre a resistência à flexão de uma *Y-TZP*^{22,24,28,67}. Embora estudos^{22,54,64} tenham verificado que o tratamento térmico pode reduzir a resistência mecânica do material; no presente estudo, não foram observadas diferenças significativas no limite de fadiga entre amostras *CR*, *DR* e *DIR*. Esse fato pode ser atribuído ao aumento do limite de fadiga das amostras controle após ressinterização (grupo *CR*), considerando-se a ausência de efeitos sobre a resistência das amostras desgastadas, independentemente da condição experimental. Com base na literatura⁴, uma hipótese possível para esses resultados pode se basear no aspecto de que o grupo controle pode apresentar, inicialmente, pequena quantidade de fase monoclinica. Assim, quando a *Y-TZP* foi submetida à ressinterização, pode ter ocorrido a transformação da fase monoclinica residual para tetragonal, contribuindo para o aumento nas propriedades mecânicas, uma vez que não havia tenacificação induzida por desgaste no grupo controle. Segundo Chevalier⁸ (2006), diferentes métodos são utilizados para verificação das fases presentes em uma *Y-TZP*. O autor ressalta que, apesar da difração de Raios-X ser um método comumente utilizado, resultados não tão precisos podem ser obtidos quando uma pequena concentração de fase monoclinica, de até 5,0 %, está presente na amostra. Outra hipótese razoável pode ser relacionada com um rearranjo molecular induzido pelo aquecimento, o que pode ter alterado a estrutura físico-química do material. Esta possível alteração pode ter contribuído para o selamento de defeitos e microtrincas da superfície do material, processo citado na literatura como *healing*²⁶. Levando em consideração que este foi um efeito isolado, e com base na ausência de alterações

de superfície detectáveis pela MEV nas amostras submetidas ou não à ressinterização, estudos futuros são necessários para esclarecer essas hipóteses. Em outras palavras, se este efeito está relacionado com a transformação $m \rightarrow t$, ou associado ao rearranjo molecular da fase tetragonal, com possível selamento de pequenas trincas/ defeitos, investigações adicionais são necessárias para tal comprovação.

Inversamente, a ressinterização não produziu efeito sobre o limite de fadiga flexural da zircônia submetida aos diferentes protocolos de desgaste. Provavelmente, nessas amostras, o efeito térmico identificado no grupo controle foi sobreposto pelo efeito significativo da tenacificação induzida pelos desgastes. Outros autores⁶⁷ observaram alterações nas propriedades da zircônia após tratamentos térmicos. Segundo esses autores, o aquecimento térmico resulta em aumento no módulo de Weibull da zircônia. Com base nesta observação e nos resultados do presente estudo, parece que a ressinterização pode influenciar os resultados a longo prazo da zircônia não submetida a procedimentos de ajuste ou desgaste.

O desenvolvimento deste estudo favoreceu a compreensão do comportamento da zircônia sob a influência de cargas cíclicas em ambiente úmido, após desgastes e/ ou ressinterização. Isso certamente contribuirá para o estabelecimento de um futuro protocolo para a realização de acabamento/ ajustes nas infraestruturas de próteses e/ ou pilares de *Y-TZP* para próteses sobre implantes. Além disso, foi possível quantificar o limite de fadiga flexural do material, simulando adversidades clínicas a que a zircônia é exposta. Esses aspectos são de suma relevância ao seu comportamento em longo prazo, considerando sua ampla utilização na Odontologia contemporânea. Se ajustes forem necessários para melhorar o espaço para a aplicação da cerâmica de cobertura, ou para a adaptação de infraestruturas, desgastes padronizados, com alta velocidade, como o utilizado neste estudo, podem prevenir danos mecânicos substanciais^{28,30}. Considerando os resultados obtidos e a constante utilização de desgastes durante a utilização da zircônia, clinicamente ou em laboratório, o real efeito da ressinterização em longo prazo sobre a resistência à fadiga da zircônia deve ser continuamente avaliado.

Entre as limitações deste estudo estão a utilização de amostras com geometria simples, sem a estratificação da cerâmica de cobertura, ao invés da utilização de amostras anatômicas, com desenho complexo. Apesar disso, foi

possível evidenciar que o desgaste e a ressinterização podem alterar o limite de fadiga flexural da zircônia. Estudos adicionais como análise de confiabilidade por Weibull e análise da degradação em baixas temperaturas são necessários para avaliar o comportamento do material em longo prazo. Além disso, estudos que realizam o processo de estratificação da cerâmica de cobertura em próteses unitárias e múltiplas são necessários para uma abordagem mais direta, que simule melhor as condições clínicas em que zircônia é submetida.

7 CONCLUSÃO

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo as seguintes conclusões podem ser obtidas:

1 - Os protocolos de desgaste aumentaram o limite de fadiga flexural da zircônia LavaTM não ressinterizada e produziram alterações evidentes na superfície da zircônia;

2 - A ressinterização não alterou o limite de fadiga flexural da zircônia LavaTM submetida ao desgaste independentemente do protocolo utilizado.

3 - A ressinterização aumentou significativamente o limite de fadiga da zircônia LavaTM não desgastada, resultando em valores estatisticamente semelhantes entre os grupos ressinterizados.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS*

1. Aboushelib MN, Wang H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. *J Prosthet Dent.* 2010; 104(2): 98-104.
2. Adatia ND, Bayne SC, Cooper LF, Thompson JY. Fracture resistance of yttria-stabilized zirconia dental implant abutments. *J Prosthodont.* 2009; 18(1): 17-22.
3. Al-Darwish M, Hurley RK, Drummond JL. Flexure strength evaluation of a laboratory-processed fiber-reinforced composite resin. *J Prosthet Dent.* 2007; 97(5): 266-70.
4. Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza RO. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2013 Sep 16. [Epub ahead of print] doi: 10.1002/jbm.b.32957.
5. Ashkanani HM, Raigrodski AJ, Flinn BD, Heindl H, Mancl LA. Flexural and shear strengths of ZrO₂ and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. *J Prosthet Dent.* 2008; 100(4): 274-84.
6. Braem MJ, Lambrechts P, Gladys S, Vanherle G. In vitro fatigue behavior of restorative composites and glass ionomers. *Dent Mater.* 1995; 11(2): 137-41.
7. Bürgers R, Gerlach T, Hahnel S, Schwarz F, Handel G, Gosau M. In vivo and in vitro biofilm formation on two different titanium implant surfaces. *Clin Oral Implants Res.* 2010; 21(2): 156-64. doi: 10.1111/j.1600-0501.2009.01815.x.

*De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver. Disponível no site: <http://www.foar.unesp.br/#!/biblioteca/manual>

8. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006; 27(4): 535-43.
9. Chevalier J, Loh J, Gremillard L, Meille S, Adolfson E. Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomater*. 2011; 7(7): 2986-93. doi: 10.1016/j.actbio.2011.03.006.
10. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. [Review] *J Prosthet Dent*. 2007; 98(5): 389-404.
11. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34(3): 195-206.
12. Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: I - the relationship of microstructure, composition, properties and fractography. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13(1): 1-9.
13. Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13(2): 101-9.
14. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006; 76(2): 440-8.
15. Dewji HR, Drummond JL, Fadavi S, Punwani I. Bond strength of Bis-GMA and glass ionomer pit and fissure sealants using cyclic fatigue. *Eur J Oral Sci*. 1998; 106(1): 594-9.
16. Dixon WJ, Mood AM. A method for obtaining and analyzing sensitivity data. *J Am Stat Assoc*. 1948; 43(241): 109-26.

17. Drummond JL, Sakaguchi RL, Racean DC, Wozny J, Steinberg AD. Testing mode and surface treatment effects on dentin bonding. *J Biomed Mater Res.* 1996; 32(4): 533-41.
18. Frankenberger R, Strobel WO, Kramer N, Lohbauer U, Winterscheidt J, Winterscheidt B, et al. Evaluation of the fatigue behavior of the resin- dentin bond with the use of different methods. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003; 67(2): 712-21.
19. Garcia Fonseca R, de Oliveira Abi-Rached F, Dos Santos Nunes Reis JM, Rambaldi E, Baldissara P. Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent.* 2013; 110(6): 510-4. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.07.007.
20. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature.* 1975; 258: 703-4.
21. Gehrke P, Dhom G, Brunner J, Wolf D, Degidi M, Piattelli A. Zirconium implant abutments: fracture strength and influence of cyclic loading on retaining-screw loosening. *Quintessence Int.* 2006; 37(1): 19-26.
22. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33(1): 9-18.
23. 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.

24. Guess PC, Zavanelli RA, Silva NR, Bonfante EA, Coelho PG, Thompson VP. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. *Int J Prosthodont*. 2010; 23(5): 434-42.
25. Hannink R, Kelly P, Muddle B. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, *J Am Ceram Soc*. 2000; 83(3): 461-87.
26. Ho CJ, Liu HC, Tuan HW. Effect of abrasive grinding on the strength of Y-TZP. *J Eur Ceram Soc*. 2009; 29(12): 2665-9.
27. International Standard Organization. ISO TR 6872: Dentistry – ceramic materials. Geneva: ISO; 1997.
28. İşeri U, Ozkurt Z, Kazazoğlu E, Küçükoğlu D. Influence of grinding procedures on the flexural strength of zirconia ceramics. *Braz Dent J*. 2010; 21(6): 528-32.
29. Josset Y, Oum'Hamed Z, Zarrinpour A, Lorenzato M, Adnet JJ, Laurent-Maquin D. In vitro reactions of human osteoblasts in culture with zirconia and alumina ceramics. *J Biomed Mater Res*. 1999; 47(4): 481-93.
30. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2009; 91(2): 930-7.
31. Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res*. 2010; 89(1): 91-5.

32. Kohal RJ, Wolkewitz M, Tsakona A. The effects of cyclic loading and preparation on the fracture strength of zirconium-dioxide implants: an in vitro investigation. *Clin Oral Implants Res.* 2011 Feb 15. [Epub ahead of print] doi: 10.1111/j.1600-0501.2010.02067.x.
33. Kohal RJ, Att W, Bächle M, Butz F. Ceramic abutments and ceramic oral implants. An update. *Periodontol 2000.* 2008; 47: 224-43.
34. 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; 15(6): 426-33.
35. 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.
36. Lopes JFS, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Machado AL. Shear bond fatigue limit of rest seats made with dental restoratives. *J Adhes Dent.* 2007; 9(2): 203-8.
37. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Sahnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002; 81(7): 487-91.
38. Magne P, Paranhos MPG, Burnett LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater.* 2010; 26(4): 345-52.
39. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007; 35(11): 819-26.

40. 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.
41. Mirmohammadi H, Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, de Jager N, Feilzer AJ. The influence of rotating fatigue on the bond strength of zirconia-composite interfaces. *Dent Mater.* 2010; 26(7): 627-33.
42. Molin MK, Karlsson SL. Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont.* 2008; 21(3): 223-7.
43. Nakamura K, Kanno T, Milleding P, Ortengren U. Zirconia as a dental implant-abutment material: a systematic review. *Int J Prosthodont.* 2010; 23(4): 299-309.
44. Nguyen HQ, Tan KB, Nicholls JI. Load fatigue performance of implant-ceramic abutment combinations. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2009; 24(4): 636-46.
45. Ohkuma K, Kazama M, Ogura H. The grinding efficiency by diamond points developed for yttria partially stabilized zirconia. *Dent Mater J.* 2011; 30(4): 511-6.
46. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2006; 96(3): 154-64.
47. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999; 20(1): 1-25.
48. Pilathadka S, Vahalová D, Vosáhlo T. The zirconia: a new dental ceramic material. An overview. *Prague Med Rep.* 2007; 108(1): 5-12.

49. Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2009; 88(2): 366-77.
50. Qeblawi DM, Munoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010; 103(4): 210-20.
51. Rodrigues Junior SA, Ferracane JL, Della Bona A. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. *Dent Mater*. 2008; 24(3): 426-31.
52. Rungruanganunt P, Kelly JR. Insights into “bonding” of all-ceramics influenced by cement, sandblasting and water storage time. *Dent Mater*. 2012; 28(9): 939-44. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.009.
53. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007; 20(4): 383-8.
54. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J*. 2008; 27(3): 408-14.
55. Scarano A, Piattelli M, Caputi S, Favero GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an in vivo human study. *J Periodontol*. 2004; 75(2): 292-6.
56. Scherrer SS, Quinn GD, Quinn JB. Fractographic failure analysis of a Procera® AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy. *Dent Mater*. 2008; 24(8): 1107-13.

57. Scherrer SS, Wiskott AHW, Coto-Hunziker V, Belser UC. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(6): 579-88.
58. Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HW. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μ m silica-coated alumina particles. *J Prosthet Dent.* 2011; 105(4): 217-26.
59. Springate SD, Winchester LJ. An evaluation of zirconium oxide brackets: a preliminary laboratory and clinical report. *Br J Orthod.* 1991; 18(3): 203-9.
60. Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials.* 2007; 28(17): 2695-705.
61. Studart AR, Filser F, Kocher P, Lüthy H, Gauckler LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater.* 2007; 23(2): 177-85.
62. Swain MV. Limitation of maximum strength of zirconia-toughened ceramics by transformation toughening increment. *J Am Ceramic Soc.* 1985; 68(4): C97-9.
63. Teixeira EC, Piascik JR, Stoner BR, Thompson JY. Dynamic fatigue and strength characterization of three ceramic materials. *J Mater Sci Mater Med.* 2007; 18(6): 1219-24.
64. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater.* 2011; 27(1): 71-82.

65. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. [Review] *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(2): 130-51.
66. Vergani CE, Seó RS, Reis JM, Giampaolo ET, Pavarina AC, Machado AL. Effect of water storage on the shear strength and fatigue limit of the relined resin bond to denture base resins. *J Adhes Dent*. 2010; 12(4): 319-27. doi: 10.3290/j.jad.a17652.
67. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater*. 2008; 24(5): 633-8.
68. Wenz HJ, Bartsch J, Wolfart S, Kern M. Osseointegration and clinical success of zirconia dental implants: a systematic review. *Int J Prosthodont*. 2008; 21(1): 27-36.
69. Yamamoto M, Takahashi H. Tensile fatigue strength of light cure composite resins for posterior teeth. *Dent Mater*. 1995; 14(2): 175-84.
70. Yildirim M, Fischer H, Marx R, Edelhoff D. In vivo fracture resistance of implant-supported all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 2003; 90(4): 325-31.

Autorizo a reprodução deste trabalho
(Direitos de publicação reservados ao autor)
Araraquara, 24 de Fevereiro de 2014.

GABRIELA SCATIMBURGO POLLI