



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

JONAS VINÍCIUS MEIRELES RODRIGUES

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E ESTRUTURAL DA ZIRCÔNIA
ULTRA TRANSLÚCIDA INFILTRADA POR VIDRO E SOBREVIVÊNCIA
APÓS CIMENTAÇÃO ADESIVA**

2022

JONAS VINÍCIUS MEIRELES RODRIGUES

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E ESTRUTURAL DA ZIRCÔNIA ULTRA
TRANSLÚCIDA INFILTRADA POR VIDRO E SOBREVIVÊNCIA APÓS
CIMENTAÇÃO ADESIVA**

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

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

Orientadora: Profa. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

Coorientador: Prof. Dr. Tiago Moreira Bastos Campos

São José dos Campos

2022

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2023]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Rodrigues, Jonas Vinícius Meireles

Caracterização mecânica e estrutural da zircônia ultra translúcida infiltrada por vidro e sobrevivência após cimentação adesiva / Jonas Vinícius Meireles Rodrigues. - São José dos Campos : [s.n.], 2022.
66 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2022.

Orientadora: Renata Marques de Melo Marinho

Coorientador: Tiago Moreira Bastos Campos

1. Zircônia parcialmente estabilizada. 2. 5Y-PSZ. 3. Sol-gel. 4. Análise Weibull. 5. Fadiga. I. Marinho, Renata Marques de Melo, orient. II. Campos, Tiago Moreira Bastos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Pesquisadora III Doutora Renata Marques de Melo Marinho (Orientadora)

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Professor Doutor Gabriel Kalil Rocha Pereira

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM)

Faculdade de Odontologia

Campus Camobi

Professor Eduardo Bresciani

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 16 de maio de 2022.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a Santíssima Trindade, bem comum de todos, a causa de todas as coisas, de quem, por quem e para quem existem todas as coisas.

Dedico este trabalho aos meu pais, Roberto Carlos Rodrigues e Marlúcia Francisca Meireles Rodrigues de onde proveio o todo o necessário, o amor.

Dedico este trabalho a minha esposa Luana Maria Moreira Meireles Rodrigues que esteve e está ao meu lado todos esses anos, me suportando em todas as necessidades com seu amor sem igual.

Dedico este trabalho aos frutos de nosso amor conjugal, Madalena Maria Moreira Meireles Rodrigues e nosso bebê que está a vir, vocês deram novo sentido a vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida, por prover todas as graças necessárias para que pudesse cumprir esta árdua e magnífica fase de minha vida, onde estaria eu se não fosse Seu amor?

Agradeço a minha orientadora Professora Renata Marques de Melo Marinho por acreditar e depositar sua fé em mim para cumprir essa jornada do saber. Por me orientar indicando os caminhos corretos a seguir, sua paciência, dedicação, amor e carinho pela pesquisa são inspiradores para mim, muito obrigado.

Ao Professor Ivan Balducci grande amigo que sempre está disposto a ajudar em todas as situações com belas palavras de imenso saber, obrigado pelas longas conversas e ideias trocadas.

Ao meu coorientador Tiago Moreira Bastos Campos que sempre acreditou em mim e me apoiou, passando seu conhecimento e confiando muito a mim, me ajudou nos momentos cruciais e mais desafiadores desta caminhada, muito obrigado.

Ao Vandeberg Diniz um dos primeiros a me acompanhar de perto e me ensinar os caminhos da pesquisa, muito obrigado.

Á todos integrantes do grupo de pesquisa e orientados da Professora Renata Marques de Melo Marinho, somos um grupo extremamente forte como uma família que se reúne na necessidade do próximo, vocês são demais.

Aos meus amigos de caminhada que sempre estão prontos para ajudar e desenvolver grandes trabalhos, Manassés Tércio, Jefferson Matos, Cristiane Inagati, meu muito obrigado por suas amizades, vocês são muito importantes e irão muito longe na Odontologia.

À Maria Gomes Marques, excelente pessoa e profissional muito dedicada e excelente naquilo que faz, você tem grande futuro.

Aos mais que técnicos do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese – ICT UNESP: Márcio Eduardo Marques, Thaís Cachuté Paradella, Fernando, Lilian, Juliane por sempre estarem à postos para me socorrer, muito obrigado.

Ao Carlos Alberto Guedes por toda a simplicidade e dedicação a ajudar quando precisei.

À todo corpo docente do ICT-Unesp e em especial aos professores da prótese e pós-graduação, obrigado pela paixão por ensinar. A todos da seção técnica de pós-graduação que sempre me socorreu nas dúvidas em relação ao programa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de demanda social recebida durante o curso e pelo Auxílio Regular à Pesquisa do nosso grupo concedido pela FAPESP (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) (2020/04435-5)

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - Instituto de Ciência e Tecnologia (ICT-UNESP – Campus São José dos Campos), ao programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora e a todos os seus professores e colaboradores que foram fundamentais nesse trabalho.

“Não estou eu aqui, que sou sua mãe?”

Santíssima Virgem Maria em Guadalupe

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	10
RESUMO.....	12
ABSTRACT.....	13
1 INTRODUÇÃO	14
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	18
3 PROPOSIÇÃO	21
3.1 As hipóteses testadas serão:	21
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	23
4.1 Delineamento do estudo	23
4.1.1 Obtenção dos discos de análogos de dentina e de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ)	26
4.1.2 Preparação e aplicação do vidro.....	28
4.2 Parte A Caracterização microestrutural da infiltração de vidro.....	29
4.2.1 Tratamento térmico e infiltração.....	29
4.2.2 Ensaio de resistência a flexão biaxial.....	19
4.2.3 Análise microestrutural e fractográfica.....	32
4.3 Análise estatística.....	32
4.4 Parte B Comportamento da zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ) quando infiltrada por vidro em modelos simplificados de restauração sob fadiga.....	33
4.4.1 Preparação dos modelos simplificados de restauração.....	33
4.4.2 Cimentação.....	35
4.4.3 Ensaio de resistência a fadiga step-stress.....	36
4.4.4 Análise fractográfica.....	38
4.5 Análise estatística.....	38
5 RESULTADOS.....	40

5.1 Caracterização microestrutural (DRX, Weibull, MEV e fractografia).....	40
5.2 Ensaio sob fadiga <i>step-stress</i>	47
5.3 Análise fractográfica.....	49
6 DISCUSSÃO.....	54
6.1 Caracterização microestrutural.....	54
6.1.1 Ensaio de resistência a flexão biaxial e análise de Weibull.....	55
6.1.2 Análise fractográfica.....	56
6.2 Tratamento Térmico.....	57
6.3 Ensaio sob fadiga <i>step-stress</i>	58
7 CONCLUSÃO.....	61
REFERÊNCIAS.....	62

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Desenho experimental e número de espécimes das partes A e B do estudo.....	24
Figura 2 - Fluxograma das etapas do estudo	25
Figura 3 - Discos de análogo de dentina NEMA-G10.....	27
Figura 4 - Processo de obtenção de discos de 5Y-PSZ.....	28
Figura 5 - Processo de polimento dos discos de 5Y-PSZ	28
Figura 6 - Processo de aplicação do vidro desenvolvido.....	29
Figura 7 - Tratamento térmico desenvolvido para infiltração de vidro em uma 5Y-PSZ	31
Figura 8 - Espécime posicionado para ensaio mecânico de flexão biaxial.....	33
Figura 9 - Tratamento de superfície	36
Figura 10 - Condicionamento de superfície das amostras	37
Figura 11 - Processo de cimentação	37
Figura 12 - Espécime posicionado para ensaio mecânico de fadiga.....	39
Figura 14 - Função de Densidade de Probabilidade, descrição da distribuição de Weibull.....	42
Figura 15 - Gráfico obtido após Difração de Raios X	43
Figura 16 - MEV da superfície dos espécimes da Parte A	44
Figura 17 - MEV do grupo Zpr	45
Figura 18 - MEV do grupo Zinfoc.....	46
Figura 19 - MEV do grupo Zinfcim.....	47
Figura 20 - Gráfico de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para carga de falha por fadiga em Newton	48
Figura 21 - Gráficos de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para o número de ciclos para falha.....	49
Figura 22 - MEV do grupo <i>Kcrtl</i>	51

Figura 23 - MEV do grupo <i>Kglz</i>	51
Figura 24 - MEV do grupo <i>Kinfoc</i>	52
Figura 25 - MEV do grupo <i>Kinfcim</i>	52

Rodrigues JVM. Caracterização mecânica e estrutural da zircônia ultra translúcida infiltrada por vidro e sobrevivência após cimentação adesiva. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi desenvolver um vidro que fosse termicamente compatível ao ser infiltrado em uma zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ), caracterizá-los e testá-los sob fadiga. Foram confeccionados discos de zircônia (5Y-PSZ) (N=140) dimensões 1,2x12mm e NEMA G-10 (N= 60) dimensões de 2,5x12mm que foram polidos com lixas de carvão de silício numa politriz. Os discos de zircônia foram aleatoriamente distribuídos a fim de compor as duas partes do trabalho. A “Parte A” tratou da caracterização feita através dos grupos: Zpr (n=30) zircônia apenas sinterizada, Zinfoc (n=30) vidro aplicado na superfície oclusal e Zinfcim (n=30) vidro aplicado na superfície de cimentação. Foram testados através do ensaio de flexão biaxial (ISO 6872:2015) e as fraturas avaliadas via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difractometria de Raios X (DRX) e Análise de Weibull. A parte B testou, via step-stress, modelos simplificados de restauração, grupos: Kctrl (controle -, n=15), Kglz (controle +, n=15), Kinfoc (infiltração na superfície “oclusal” n=15) e Kinfcim (infiltração na superfície de “cimentação”, n=15). O tratamento de superfície da zircônia foi realizado com jateamento com partículas de óxido de alumínio com exceção do grupo Kinfcim que foi condicionado com ácido fluorídrico 40%, os discos de NEMA G10 foram condicionados com ácido fluorídrico 10%. Os grupos da parte B foram cimentados com cimento resinoso de cura dual e fotopolimerizados com diodo emissor de luz. Os espécimes foram avaliados via Transiluminação Obliqua, Estereomicroscópio e MEV. O grupo Zinfcim apresentou resistência característica de 824 MPa e $m=9,9$; Zinfoc 613 MPa e $m=10,2$; Zpr 534 MPa e $m=8$; todos os grupos diferiram estatisticamente em suas resistências características (σ_{θ}), entretanto foram semelhantes na homogeneidade estrutural (m). A DRX apresentou de 20-50 microns de infiltração, houve dissolução de parte do ítrio e redução de tamanho dos grãos cúbicos, além do grupo Zinfcim apresentar origem de falha no interior do material. O grupo Kctrl apresentou carga para falha em fadiga de 933 N, seguido do Kglz com 1080 N, Kinfoc com 1053 N e Kinfcim 1380 N, este diferiu estatisticamente dos demais grupos e apresentou origem da fratura no interior do material. O vidro desenvolvido foi capaz de ser infiltrado em uma zircônia de terceira geração, gerou maior confiabilidade estrutural e aumentou a resistência característica pela alteração do modo de falha e foi responsável pelo aumento de carga e ciclos para falha dos grupos infiltrados, sendo seu uso recomendado de forma gradada.

Palavras-chave: zircônia parcialmente estabilizada. 5Y-PSZ. sol-gel. análise de Weibull. fadiga.

Rodrigues JVM. Mechanical and structural characterization of ultra-translucent glass-infiltrated zirconia and survival after adhesive cementation. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2020.

ABSTRACT

The aim of this study was to develop a glass that was thermally compatible when infiltrated into a zirconia partially stabilized by yttrium oxide (5Y-PSZ), to characterize it and to test it under fatigue. Zirconia discs (5Y-PSZ) (N=140) dimensions 1.2x12mm and NEMA G-10 (N=60) dimensions of 2.5x12mm were made, which were polished with silicon carbide sandpaper in a polisher. The zirconia discs were randomly distributed in order to compose the two parts of the work. "Part A" dealt with the characterization made through the groups: Zpr (n=30) zirconia only sintered, Zinfoc (n=30) glass applied to the occlusal surface and Zinfcim (n=30) glass applied to the cementation surface. They were tested using the biaxial bending test (ISO 6872:2015) and the fractures evaluated using Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Diffractometry (XRD) and Weibull Analysis. Part B tested, via step-stress, simplified restoration models, groups: Kctrl (control -, n=15), Kglz (control +, n=15), Kinloc (infiltration in the "occlusal" surface n=15) and Kinfcim (infiltration on the "cementing" surface, n=15). The surface treatment of the zirconia was carried out by sandblasting with aluminum oxide particles, with the exception of the Kinfcim group which was conditioned with 40% hydrofluoric acid, the NEMA G10 discs were conditioned with 10% hydrofluoric acid. The groups in part B were cemented with dual-curing resin cement and light-cured with light-emitting diode. Specimens were evaluated via Oblique Transillumination, Stereomicroscope and SEM. The Zinfcim group showed a characteristic strength of 824 MPa and $m=9.9$; Zinfoc 613 MPa and $m=10.2$; Zpr 534 MPa and $m=8$; all groups differed statistically in their characteristic strengths ($\sigma\Theta$), however they were similar in structural homogeneity (m). The XRD showed 20-50 microns of infiltration, there was dissolution of part of the yttrium and reduction in the size of the cubic grains, in addition to the Zinfcim group presenting an origin of failure within the material. The Kctrl group presented a fatigue failure load of 933 N, followed by Kglz with 1080 N, Kinloc with 1053 N and Kinfcim 1380 N, this one differed statistically from the other groups and presented the origin of the fracture inside the material. The developed glass was able to be infiltrated in a third generation zirconia, generated greater structural reliability and increased the characteristic resistance by changing the failure mode and was responsible for the increase in load and cycles to failure of the infiltrated groups, being its recommended use of graduated form.

Keywords: fully stabilized zircônia. 5Y-PSZ. sol-gel. weibull analysis. fatigue.

1 INTRODUÇÃO

Embora as cerâmicas odontológicas possuam resistência a flexão de moderada à excelente, possuem baixa tenacidade à fratura e podem fraturar quando flexionadas e/ou expostas ao calor e ao frio (Anusavice, 2013). Para suprir essa deficiência, surgiram as zircônias odontológicas que possuem propriedades mecânicas superiores, boa estabilidade química e dimensional, além do mecanismo de aumento da tenacidade a fratura devido à transformação de fase tetragonal em monoclinica (t-m) (Piconi, Maccauro, 1999).

Dessa forma, a zircônia é um polimorfo que ocorre na natureza sob três formas cristalinas, cada qual relacionada primariamente à temperatura em que se encontram. São elas (com os valores mencionados de temperatura referentes à zircônia pura): monoclinica, desde a temperatura ambiente até 1170°C; tetragonal, para temperaturas acima de 1170°C; e cúbica, quando a temperatura se eleva acima de 2370°C (Piconi, Maccauro, 1999). Óxidos estabilizadores da fase tetragonal em temperatura ambiente podem ser adicionados ao material, tais como: CaO, MgO, CeO₂, sendo que em odontologia, o mais comum é o óxido de ítrio (Y₂O₃) (Alghazzawi et al., 2012). A transformação de fase t-m pode ser induzida por fatores termomecânicos, resultando em aumento de volume de cerca de 3-4%. Esse aumento de volume gera tensões compressivas superficiais ou na ponta de uma eventual trinca (Guazzato et al., 2004; Mochales et al., 2011).

Entretanto há um fenômeno que é responsável por diminuir a durabilidade da zircônia, que é a degradação em baixa temperatura (DBT) onde pode ser observado na faixa de temperatura de 150° - 400° (Kim et al., 2009; Chevalier et al., 1999; Yoshimura., 1950)

Stawarczyk et al. (2017) classificam as zircônias como convencionais, que são as de primeira geração, e apresentam em torno de 0,25% de alumina (AL₂SO₃), exibem resistência flexural superior a 1000 MPa e estão indicadas para a confecção de infraestruturas de prótese dental fixa na região posterior (Zhang, Law, 2018). Já as zircônias de segunda geração são parcialmente estabilizadas com 3% mol de ítrio (3Y-TZP), e apresentam em sua composição grãos de alumina de menor tamanho o que possibilita melhor característica óptica e de estabilidade cristalográfica

(Stawarczyk et al., 2017). São indicadas para a confecção de restaurações monolíticas posteriores, porém, para o uso na região anterior, as características ópticas não são favoráveis para reproduzir as características dos dentes naturais (Zhang, Law, 2018).

Surgiram então as zircônias de terceira geração que não apresentam transformação de fase (Pereira et al., 2018). Com isso possuem menor resistência à fratura em relação as outras gerações (Sulaiman et al., 2017; Pereira et al., 2018). Elas possuem 5% mol de ítrio (5Y-PSZ) que a estabiliza na fase cúbica, cujos grãos são maiores, fazendo que a luz se espalhe mesmo e possa ser melhor transmitida Stawarczyk et al. (2017). Por não haver transformação de fase, defeitos introduzidos durante a fabricação e pelos tratamentos de superfície ficam livres para se propagarem (Sulaiman et al., 2017). Dessa forma, estes materiais estão indicados principalmente na confecção de coroas anteriores (Zhang, Law, 2018).

Essa evolução das zircônias demonstra a tentativa de se obter um material que concilie propriedades como alta resistência e estética agradável para suprir as exigências mercadológicas de beleza e longevidade. Entretanto, é pouco provável que um único material cerâmico reúna essas características e o que se percebe nos últimos anos é a tentativa de se modificar os materiais já existentes com a incorporação de novas fases. Neste sentido, o processo de infiltração de vidro em zircônia odontológica proposto por Zhang e Ma (2009), que consiste em colocar na superfície da zircônia monolítica não densificada uma quantidade de vidro composto de SiO_2 (65,5 %), Al_2O_3 (11,7%), K_2O (10,0 %), Na_2O (7,3%), CaO (3,0 %) e Tb_4O_7 (1,9 %), melhorou a capacidade de adesão e resistência mecânica do material (Zhang, Ma, 2009; Zhang et al., 2012). O sistema (zircônia + vidro) é aquecido a 1450 °C por duas horas até a fusão da fase vítrea, que se difunde pelos poros da zircônia e atinge densificação máxima nesta temperatura.

Além da via apresentada por Zhang e Ma (2009), cuja aplicação do vidro é em forma de pasta, as infiltrações de vidro do presente grupo de pesquisa foram feitas de pelo método sol-gel com o propósito de melhorar propriedades mecânicas e de adesão às zircônias (Fapesp #16/07920-6). Inicialmente, a infiltração ocorria a partir da imersão da zircônia não-sinterizada em uma solução de ácido silícico que gelificava após algum tempo (5 dias) e, após seca, tornava-se vidro (Campos et al, 2016) (Trabalho premiado no 32º Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa

Odontológica, SBPqO 2015). Após a sinterização da zircônia, o material reagia com a mesma, formando um silicato de zircônia no exterior da amostra, enquanto o interior permanecia zircônia tetragonal. Neste cenário, aumentou-se a confiabilidade do material (módulo de Weibull ~ 15) sem diminuir a resistência mecânica (~ 900 MPa). Outro trabalho sobre a capacidade de pontes fixas infiltradas de sobreviverem à fadiga demonstrou que foram significativamente melhores que as não-infiltradas (Villefort et al, 2017). Os trabalhos mais recentes reduziram o tempo de infiltração de 5 dias para 40 min e exploraram a energia interfacial para fratura que, para os grupos infiltrados, foi melhor que no grupo controle (sem infiltração), mas ainda inferior aos grupos com infiltração de vidro pela técnica com pasta (Ramos et al, 2019). Dessa forma, os últimos estudos (submetidos à publicação) tem focado em produzir o vidro com o método sol-gel, mas aplicando-o na forma de pasta, tanto na zircônia pré-sinterizada como na zircônia já sinterizada. No presente projeto usaremos esse método para aplicar a prata sobre a 5Y-PSZ. O benefício deve ser principalmente mecânico (aumento da resistência e da homogeneidade estrutural).

Assim, é possível modificar qualquer zircônia com infiltração de vidro, desde que as propriedades térmicas entre vidro infiltrante e zircônia sejam compatíveis. No início, estabeleceram-se os componentes e suas porcentagens para se produzir o vidro termicamente compatível com a zircônia 3Y-TZP. Até onde se sabe, não há relatos de um vidro compatível com as zircônias de terceira geração, isto é, as 5Y-PSZ.

A dificuldade de se combinar os coeficientes de expansão térmico linear da zircônia e do vidro infiltrante torna, no momento, a infiltração de somente uma face da restauração (oclusal ou superfície de cimentação, dependendo do objetivo da infiltração) melhor, pois evita distorções na zircônia (Toyama, 2018) devido ao resfriamento mais rápido do vidro e às discrepâncias no coeficiente de expansão/contração térmica.

Em se tratando de adesão aos cimentos resinosos, o tratamento de superfície que mais tem sido utilizado é o jateamento com partículas de alumínio e silicatização/silanização para aumentar a rugosidade superficial juntamente com a adesão química aos cimentos resinosos (Bottino et al., 2005; Passos et al., 2010; 2002; Valandro et al., 2007). Oyague et al. (2009) destacam, inclusive, a importância da utilização de um cimento com MDP. Entretanto, as partículas jateadas podem

causar efeitos deletérios nas zircônias a longo prazo, diminuindo suas propriedades mecânicas, induzindo trincas e a transformação de fase (t-m) que leva à degradação em longo prazo (Garcia Fonseca et al., 2013; Turp et al., 2013).

Dessa forma, a importância de se infiltrar a zircônia mais translúcida não reside tanto na possibilidade de torna-la mais estética ou protegê-la da degradação, pois em zircônias parcialmente estabilizadas são mais estéticas e não possuem o mecanismo de transformação de fase tetragonal em monoclinica que pode, com o tempo, levar à degradação em baixa temperatura. Contudo, está em aumentar a resistência da 5Y-PSZ, que não apresenta mecanismo de tenacificação. Outro benefício seria aumentar a união desse material ao substrato dentário ao se realizar a infiltração do lado de cimentação. Portanto, este estudo objetiva infiltrar um vidro que seja termicamente compatível com uma zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ), assim aprimorando suas características como resistência e estética. Visa-se testar modelos simplificados de restaurações sob fadiga *step-stress* e caracterizar a o vidro de infiltração

2 REVISÃO DE LITERATURA

A zircônia tem sido muito utilizada para confecções de próteses dentárias, principalmente para infraestrutura de coroas e próteses parciais fixas, devido à sua alta tenacidade à fratura (Denry, Kelly, 2008). Embora as cerâmicas odontológicas possuam resistência a flexão e tenacidade à fratura de moderada a excelente, elas são frágeis e podem fraturar quando flexionadas ou expostas ao calor e ao frio (Anusavice, 2013). Cerâmicas como o dissilicato de lítio e cerâmicas infiltradas com polímeros tem ganhado muito espaço por permitir o uso de forma monolítica, entretanto por possuírem uma matriz vítrea ainda são frágeis e sofrem com trincas (Campos et al. 2016). Uma maneira para tentar aproveitar a melhor propriedade de cada material é usar a zircônia como infraestrutura e cerâmicas vítreas como cobertura, mas esses materiais possuem propriedades diferentes fazendo com que ocorram lascamentos da cerâmica de cobertura (Benetti et al., 2010; Sailer et al., 2007; Swain, 2009)

Para suprir essas deficiências, surgiram as zircônias odontológicas que possuem propriedades mecânicas excelentes, boa estabilidade química e dimensional, além do mecanismo de aumento de tenacidade a fratura (Piconi, Maccauro, 1999). Dentre os materiais mais pesquisados está a zircônia (ZrO_2) que, apesar das suas limitações no que diz respeito à estética e adesão (Aboushelib, 2011; Blatz et al., 2003) possui ótima resistência mecânica, além de biocompatibilidade e estabilidade no meio bucal (Piconi, Maccauro, 1999). Dentre as zircônias disponíveis no mercado a zircônia policristalina tetragonal estabilizada por 3 mol% de ítrio (3Y-TZP) é a que tem se solidificado como excelente opção, mas ainda apresenta diversas fraquezas como degradação em baixa temperatura (Samodurova et al., 2015), difícil adesão a substratos (Thompson et al., 2011), porosidade e rugosidade após transformação de fase (Chevalier et al., 2009).

A melhoria estética da zircônia se baseou na Y-TZP ou 3Y-TZP que possui características mecânicas excepcionais, mas alta opacidade, numa outra alternativa para agregar características estéticas foi a diminuição do tamanho de grãos que fez com que a luz se transmitisse de melhor forma e agregando estética (Stawarczyk et al., 2017).

Já as zircônias ultratranslúcidas possuem 5mol% de ítrio que a estabiliza na fase cúbico onde os grãos são de maior tamanho e a luz é melhor transmitida, além de apresentar pequena ou quase nenhuma transformação de fase e não causando os problemas que a 3Y-TZP possui (Pereira et al., 2018; Stawarczyk et al. 2017)., sendo usada em regiões anteriores (Zhang, Law, 2018). Blocos de zircônia multicamadas e ultratranslúcidos tem sido desenvolvido para aprimorar as características estéticas de zircônias monolíticas para imitar o dente natural, possuindo camadas incisais e de dentina com leves transições (Nakamura et al., 2016)

A zircônia não é sensibilizada pelo ácido fluorídrico devido a sua estrutura, são necessários diferentes tipos de condicionamento de sua superfície para que haja adesão a um determinado tipo de substrato. Já as cerâmicas vítreas sofrem ação do ácido fluorídrico que permite uma melhor adesão ao substrato dental (Pape et al., 1991). Uma alternativa para alterar a superfície de zircônia assim melhorando a adesão a substratos é o jateamento de partícula de óxido de alumínio, porém este processo pode provocar microdefeitos e induzir tensões na cerâmica a base de zircônia. Um outro tipo de jateamento que mostra resultados mais promissores e coesos é o de óxido de alumínio revestido por sílica ou silicatização, este processo faz com que a superfície da cerâmica a base de zircônia se torne quimicamente mais reativa a resinas por meio de silanos que se ligam a sílica depositada formando uma forte união chamada siloxanas (Piasek et al., 2009).

Tratamentos alternativos, como a criação de um *glaze* multifásico (composto principalmente por dissilicato de lítio) chegaram a ser propostos para a superfície de cimentação das zircônias. (Ntala et al., 2010). Valentino et al. (2012) encontraram resultados de resistência adesiva promissores com essa técnica, comparável aos resultados em grupos jateados com AL_2O_3 .

Um método de infiltração de vidro proposto por Zhang e Kim (2009), no qual este é aplicado como pasta sobre a zircônia, resultou em uma cerâmica com múltiplas vantagens, como melhor distribuição de tensões, melhor resistência a flexão e, ainda, melhora da adesão devido à sensibilidade ao condicionamento ácido, assim melhorando a adesão aos cimentos resinosos.

Ren et al. (2011) utilizaram a infiltração de vidro na zircônia e mostraram que é essencial para evitar o desgaste excessivo na dentição antagonista e proteger da

degradação hidrotérmica que ocorre na Y-TZP. A infiltração de sílica em zircônias onde se criam camadas graduadas pode aumentar a homogeneidade estrutural e assim melhorar sua adesão com cimentos resinosos (Campos et al., 2016).

Campos et al. (2016) usou um método de infiltração com vidro pelo método sol-gel a base de ácido de silício que foi aplicado como um glaze e sinterizado em uma zircônia 3Y-TZP que resultou em a maior tenacidade interfacial em comparação ao tratamento com vidro a base de sílica e abrasão de óxido de alumínio. Resultado semelhante foi encontrado por Ramos et al. (2019) que usou o mesmo método de infiltração.

A presença de uma camada intermediária de vidro entre zircônia e porcelana de cobertura poderia até mesmo reduzir as tensões térmicas residuais da interface (Henriques et al. 2017), mas isso não se mostrou tão eficiente em estudos *in vitro* (Freitas Ramas, 2015; Toyama et al., 2018). Isso provavelmente se dá em função da dificuldade de se combinar os coeficientes de expansão térmico linear da zircônia, do vidro infiltrante e da porcelana. Isso foi levado em consideração desde que os primeiros vidros de infiltração foram desenvolvidos, sendo sua exata composição determinante nas propriedades e performance da zircônia graduada. Assim, no início, estabeleceram-se os componentes e suas porcentagens para se produzir o vidro termicamente compatível com a zircônia 3Y-TZP. Até onde se sabe, não há relatos de um vidro compatível com as zircônias de terceira geração, isto é, as 5Y-PSZ.

3 PROPOSIÇÃO

Desenvolveu-se um vidro termicamente compatível com a zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ) e, com isso, este estudo foi dividido em duas partes: Parte A caracterização microestrutura e Parte B análise de sobrevida.

Parte A

Caracterizar e avaliar a homogeneidade estrutural desta zircônia infiltrada via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratometria de raios X (DRX) e Análise de Weibull.

Parte B

Testar em fadiga (*step-stress*) modelos simplificados de restaurações infiltradas pelo vidro e avaliar se a face de infiltração— superfície oclusal ou de cimentação — afetam a sobrevida da zircônia.

3.1 As hipóteses testadas serão:

Parte A

H₁: Os grupos infiltrados apresentarão maiores valores de resistência característica, sendo o infiltrado na superfície de cimentação o mais resistente.

H₀: Não haverá interação zircônia/vidro, assim sem melhoras mecânicas.

Parte B

H₁: Grupos infiltrados apresentarão melhor comportamento sob fadiga em, tendo o melhor comportamento o infiltrado na superfície de cimentação.

H_0 : A interação zircônia/vidro não apresentará comportamento mecânico superior ao recomendado pelo fabricante.

4 MATERIAL E MÉTODOS

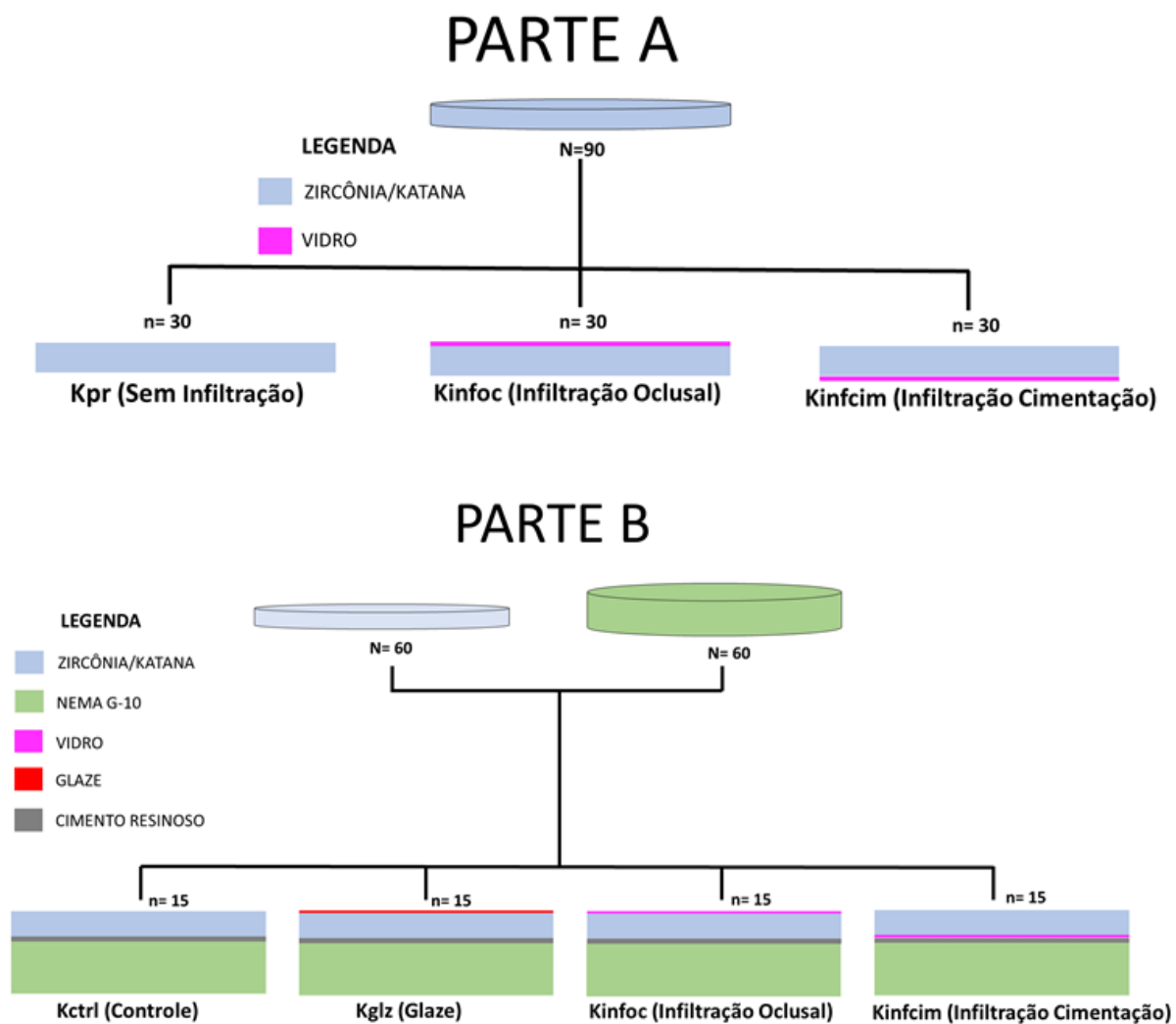
4.1 Delineamento do estudo

Este estudo foi dividido em 2 partes, em que a primeira recebeu o nome de “*Parte A*” e tratou da caracterização do material após o desenvolvimento de um vidro termicamente compatível ao ser infiltrado em uma zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ). A caracterização se deu através do ensaio de resistência a flexão biaxial, Difratorômetro de raios X (DRX), Microscopia de Eletrônica de Varredura (MEV), Análise de Weibull e Análise Fractográfica. A “*Parte A*” contemplou os grupos *Zpr* (5Y-PSZ sem nenhum tipo de tratamento), *Zinfoc* (5Y-PSZ infiltrada por vidro na superfície oclusal) e *Zinfcim* (5Y-PSZ infiltrada por vidro na superfície de cimentação).

Já a segunda, chamada “*Parte B*”, investigou a resistência sob fadiga via *step-stress* (Teste de sobrevivência acelerado) de 5Y-PSZ infiltradas e cimentadas em análogos de dentina. Os grupos testados foram: *Kctrl* (5Y-PSZ cimentada conforme recomendação do fabricante, controle), *Kglz* (5Y-PSZ com Glaze), *Kinfoc* (5Y-PSZ com infiltração de vidro na superfície oclusal) e *Kinfcim* (5Y-PSZ com infiltração de vidro na superfície de cimentação).

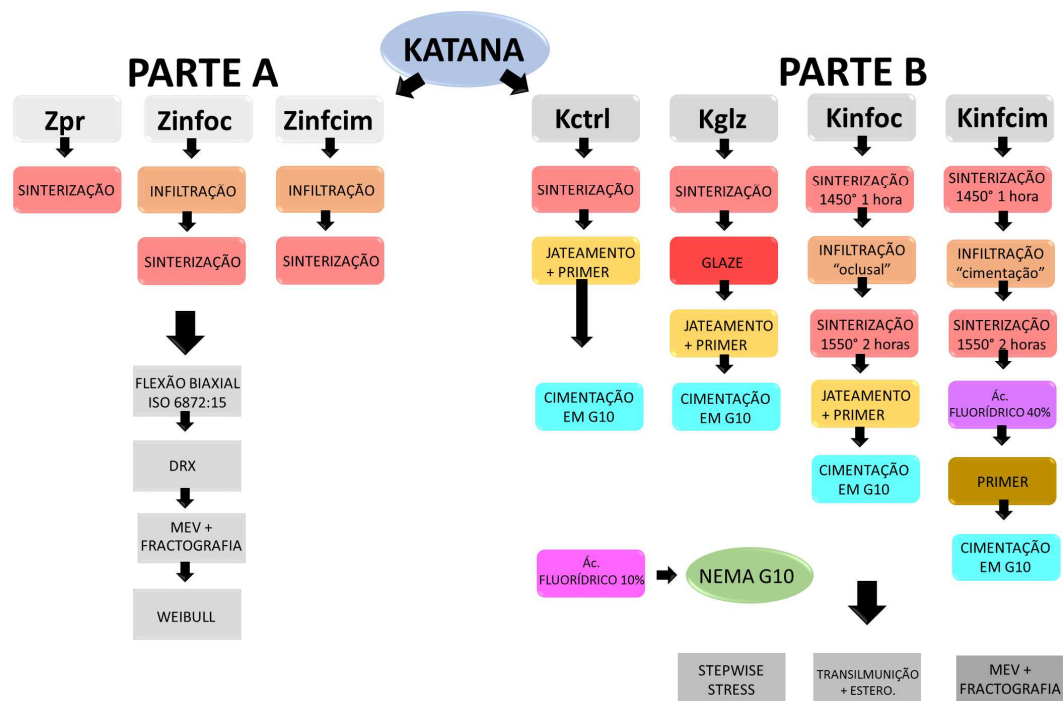
Na figura 1 encontra-se o desenho experimental do estudo e na figura 2 o fluxograma realizado e na tabela 2 os materiais utilizados para desenvolvimento do estudo.

Figura 1 - Desenho experimental e número de espécimes das partes A e B do estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 2 - Fluxograma das etapas do estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 1 - Materiais que foram utilizados neste estudo

(continua)

Nome comercial	Fabricante	Composição	Lote
Katana UTML	Kuraray Noritake		125-
	Dental Inc, Tokyo, Japão	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃	3853
Cerabien ZR FC Paste Stain	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão	Vidro de silicato de alumínio e potássio, Óxido de estanho, Óxido de cério (IV), Glicerol, 1,3-Butanodiol e pigmentos	

Tabela 1 - Materiais que foram utilizados neste estudo

Nome comercial	Fabricante	Composição	(conclusão)
			Lote
NEMA G10	Protec, São Paulo, Brasil	Fibra de vidro tecida com filamento contínuo unida com resina epóxi	
Multilink N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Dimethacrylate, HEMA, Inorganic fillers, Bbarium glass, Ytterbium trifluoride, spheroid mixed oxide	Y37993; Y16283; Y49510; Y06983
Clearfil Ceramic Primer Plus	Kuraray Noritake Dental International, Okayama, Japan	3-Metacriloxipropil trimetoxissilano, 10-Metacriloloxidecil di-hidrogenofosfato (MDP), Etanol	320014
Ácido fluorídrico a 40%	Desenvolvido pelo autor	40% Ácido hidrofúorídrico (componente principal)	
Ácido fluorídrico a 10%	CondacPorcelana, FGM, Joinville, SC, Brasil	10% Ácido hidrofúorídrico (componente principal)	060821; 280721; 060821; 282721; 060821

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.1 Obtenção dos discos de análogos de dentina e de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ)

Foram adquiridos 140 discos de resina epóxi NEMA G10 com dimensões de 2,5mm de altura por 12mm de diâmetro (Figura 3) e polidos com lixa de carbetto de silício #1200 em politriz sob refrigeração de água (Figura 5) (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA).

Figura 3 - Discos de análogo de dentina NEMA-G10

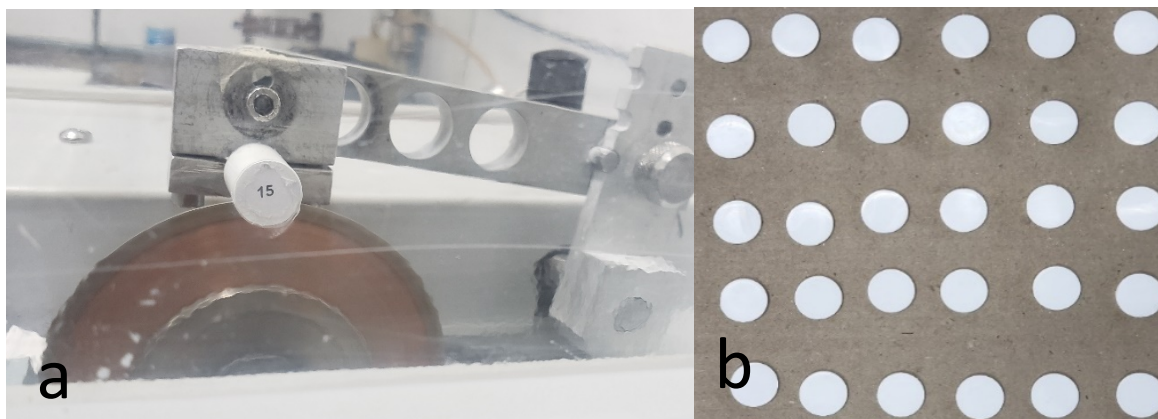


Fonte: Elaborado pelo autor.

Zircônias parcialmente estabilizadas por óxido de ítrio (5Y-PSZ) Katana UTML A1 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão) foram adquiridas e usinadas em um centro de usinagem, obtendo assim, cilindros que foram cortados em uma máquina de corte preciso com disco de diamante sob refrigeração de água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA). Discos foram obtidos após corte e submetidos ao polimento com lixas de óxido de alumínio marrom #600 e carbetto de silício #1200 Norton (Saint-Gobain Abrasivos, São Paulo, Brasil) em politriz sob refrigeração de água (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), obtendo dimensão final de 1,5x15mm (Figura 4).

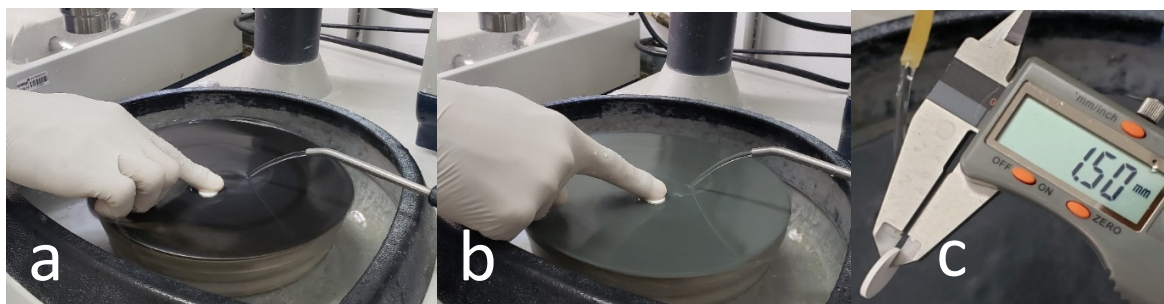
Os discos de 5Y-PSZ foram obtidos com 20% de aumento sobre as dimensões finais a fim de compensar a contração de sinterização. Após estes processos os discos foram lavados em banho ultrassônico com água destilada por 120 segundos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) e secos com gaze.

Figura 4 - Processo de obtenção de discos de 5Y-PSZ



Legenda: Cilindro na máquina de corte preciso (A) e discos obtidos após corte (B).
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5 - Processo de polimento dos discos de 5Y-PSZ



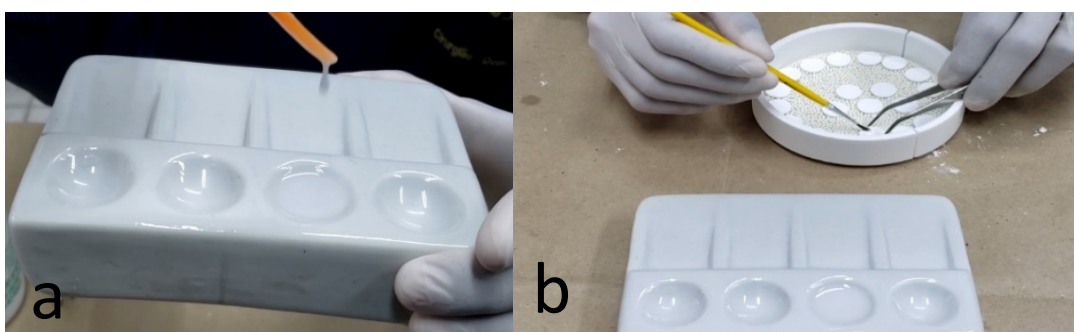
Legenda: Disco de 5Y-PSZ sendo polido com lixa de óxido de alumínio marrom #600 (A), disco de 5Y-PSZ sendo polido com lixa de carbeto de silício #1200. Dimensão final padronizada alcançada 1,5x15mm (C).
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.2 Preparação e aplicação do vidro

O vidro foi obtido pelo método sol-gel. A fonte de sílica utilizada foi o ácido silícico, através da passagem de uma solução aquosa a 10% de silicato de sódio (p a 100 °C por 24 horas, em seguida, o material foi calcinado em um forno Vita Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) por 5 horas a 650 °C. Após a calcinação o material resultante foi moído e peneirado (malha 200). O vidro fica em

consistência de pó onde é misturado com Propilenoglicol (Labsynth, São Paulo, Brasil) na proporção de 1g de vidro e 0,5ml de propileno glicol e homogeneizado com uma espátula não-metálica por 60 segundos e aplicado na amostra com pincel #1 (Tigre, Rio Claro, São Paulo, Brasil) de forma que a superfície desejada fique inteiramente preenchida (Figura 6).

Figura 6 - Processo de aplicação do vidro desenvolvido



Legenda: Vidro (pó) sendo homogeneizado ao líquido (Propilenoglicol) (A) e após homogeneização aplicação sobre a amostra (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Parte A – Caracterização microestrutural da infiltração de vidro

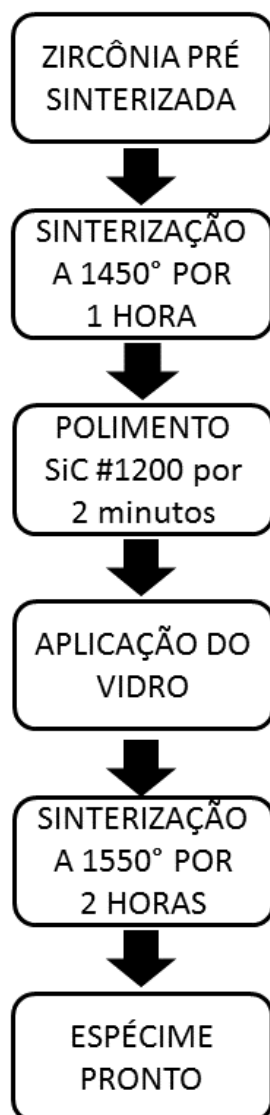
4.2.1 Tratamento térmico e infiltração

Foram selecionadas aleatoriamente 90 amostras e distribuídas aleatoriamente em 3 grupos com 30 amostras cada: O primeiro grupo *Zpr* (5Y-PSZ sem nenhum tipo de tratamento) foi sinterizado segundo as recomendações do fabricante no forno Sirona in Fire HTC (Sirona Dental System GmbH, Bensheim, Germany) a 1550 °C por 2 horas. Já os grupos *Zinfoc* (5Y-PSZ infiltrada por vidro na superfície oclusal) e *Zinfcim* (5Y-PSZ infiltrada por vidro na superfície de cimentação) foram sinterizados através de um método desenvolvido pelos autores onde as amostras foram sinterizadas a 1450° durante 60 minutos, com temperatura de subida de 10° por

minuto e descida de 10° por minuto, após a sinterização as amostras foram submetidas ao polimento com lixa de carbeto de silício #1200 Norton (Saint-Gobain Abrasivos, São Paulo, Brasil) numa politriz sob refrigeração de água (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) durante 120 segundos, lavadas em banho ultrassônico com água destilada por 480 segundos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) e secos com gaze.

O vidro foi homogeneizado e aplicado com um pincel #1 (Pincel 815, Tigre, Rio Claro, São Paulo, Brasil) até a superfície se tornar totalmente preenchida e de maneira homogênea e levados ao forno de sinterização onde foram sinterizados a 1550° durante 120 minutos com temperatura de subida de 10° por minuto e descida de 10° por minuto (Figura 7).

Figura 7 - Tratamento térmico desenvolvido para infiltração de vidro em uma 5Y-PSZ



Fonte: Elaborador pelo autor.

4.2.2 Ensaio de Resistência a flexão biaxial

Após a sinterização os discos foram lavados em banho ultrassônico com água destilada por 120 segundos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) e secos com gaze. Uma fita adesiva envolveu o espécime durante o ensaio para que os fragmentos não fossem perdidos ao ocorrer a fratura.

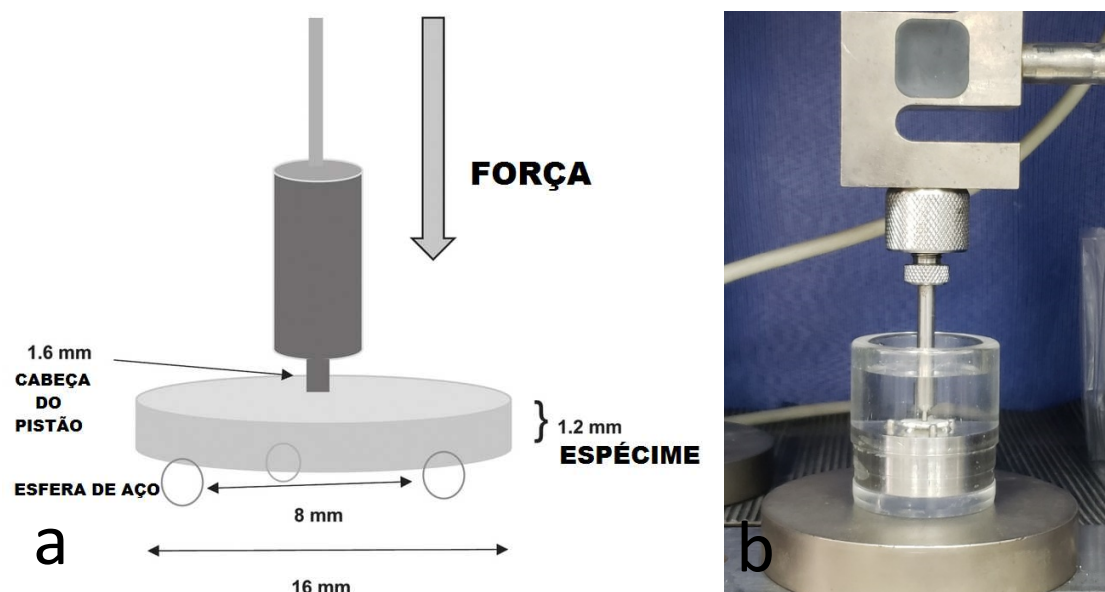
Os espécimes foram testados em uma máquina de teste universal (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com célula de carga de 1000 kgf e velocidade da cruzeta de 1 mm/min, em um dispositivo de pistão sobre três esferas imerso em água destilada (Figura 8), o cálculo de resistência à flexão biaxial (σ) (MPa) dos discos foi obtido de acordo com a descrição da norma ISO 6872:2015.

Tabela 2 – Descrição dos grupos para o ensaio mecânico

Grupo	Infiltração	Superfície	Compressão	Tração	Ensaio
Zpr	Não	-	Zircônia	Zircônia	Flexão biaxial
		Superfície			
Zinfoc	Sim	Oclusal	Vidro	Zircônia	Flexão biaxial
		Superfície de			
Zinfcim	Sim	cimentação	Zircônia	Vidro	Flexão biaxial

Fonte: Elaborador pelo autor.

Figura 8 - Espécime posicionado para ensaio mecânico de flexão biaxial



Legenda: Desenho esquemático do teste mecânico de flexão biaxial P3B (ISO 6872:2015) (A), espécime submerso em água destilada e posicionado e pronto para o teste de resistência a flexão biaxial.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.3 Análise microestrutural e fractográfica

Via DRX (Bruker AXS, D8 Advance, Karlsruhe, Alemanha) CuK α (40 kV, 40 mA) a 2 θ , intervalo angular de 27 a 76 com um degrau de 0,01 a cada 3s (Inokoshi et al., 2015; Pereira et al., 2018), foi realizada a análise da estrutura cristalina dos espécimes.

Via Estereomicroscópio (Discovery V20, CarlZeiss, Jena, Thuringia, Alemanha) foram avaliadas as marcas fractográficas de cada espécime onde os 2 melhores de cada grupos foram analisados via MEV (Inspect50S, FEI; Brno, Czech Republic) mapeando a direção da fratura e a origem, bem como as marcas fractográficas.

4.3 Análise estatística

Com os dados do ensaio mecânico - flexão biaxial (ISO 6872:2015) - foi realizada a análise de Weibull, utilizando-se a distribuição de dois parâmetros:

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

onde P é a carga em N, X e Y são parâmetros relacionados às propriedades elásticas do material (Razão de Poisson em Módulo Elástico) e b é a espessura do espécime na origem da fratura em mm. Depois que os dados de flexão biaxial foram computados, foi realizada a análise de Weibull, utilizando-se a distribuição de dois parâmetros:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_m} \right)^m \right]$$

$$\ln(1 - P_f) = - \left(\frac{\sigma}{\sigma_m} \right)^m$$

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) \right] \equiv \ln \sigma - m \ln \sigma_\theta$$

Nessa distribuição, a resistência característica σ_θ é o parâmetro de localização, no qual uma grande σ_θ desloca os dados para a direita, enquanto uma pequena σ_θ desloca a distribuição para a esquerda. Este parâmetro corresponde à resistência onde a probabilidade de falha (P_f) corresponde a 63,2%. O módulo de Weibull, m, corresponde à forma do gráfico da distribuição. Quanto mais contida (menor a inclinação da reta) a distribuição, menor a dispersão dos dados e maior o módulo, fazendo com que o material seja mais confiável.

As diferenças estatísticas significantes entre as resistências características foram determinadas pela sobreposição dos intervalos de confiança de 95%.

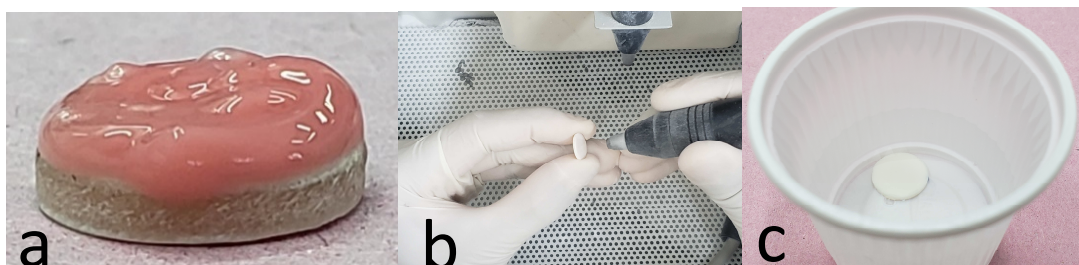
4.4 Parte B – Comportamento da zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (5Y-PSZ) quando infiltrada por vidro em modelos simplificados de restauração sob fadiga

4.4.1 Preparação dos modelos simplificados de restauração

Todas amostras de resina epóxi NEMA-G10 (Trayout Usinagem Ferramentaria, Caçapava, Brasil) foram condicionadas com ácido fluorídrico a 10% (Condac Porcelana, FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil) por 60 segundos (Figura 9) e lavados com jato de ar e água por 30 segundos e banho ultrassônico em álcool isopropílico durante 480 segundos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) e aplicado vigorosamente o adesivo/primer Multilink Primer A + B (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) por 20 segundos e deixado agir por 60 segundos (Figura 10).

As amostras de zircônia (5Y-PSZ) dos grupos “*Kctrl*”, “*Kinfoc*” e “*Kglz*” foram condicionadas com jateamento de óxido de alumínio de 50 micras (BioArt, São Paulo, Brasil) durante 10 segundos e 15mm de distância com 2 bar de pressão (Figura 9) (Essence Dental, Araraquara, São Paulo, Brasil), o grupo “*Kglz*” recebeu uma camada de glaze Cerabien (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão) em sua superfície oclusal e queima no forno Vita Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) a 500 °C por 4 minutos e a 900 °C por 1 minuto (aumento de 80 °C por minuto por 3,15 minutos). Já o grupo “*Kinfocim*” foi condicionado com ácido fluorídrico 40% durante 360 segundos (Figura 9) e lavado com jato de ar e água por 30 segundos e banho ultrassônico em álcool isopropílico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) durante 480 segundos.

Figura 9 - Tratamento de superfície



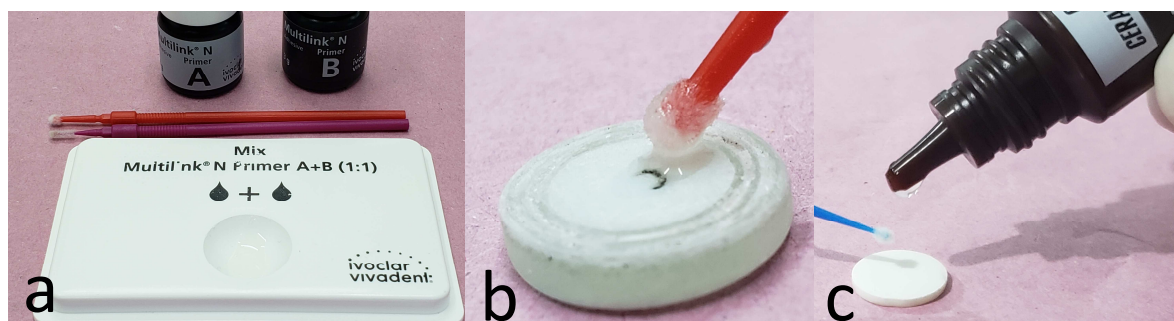
Legenda: Nema G10 sendo condicionado com ácido fluorídrico 10% (A) e 5Y-PSZ sendo condicionada com jateamento de óxido de alumínio e somente o grupo Zinfcim sendo condicionado com ácido fluorídrico 40%.

Fonte: Elaborado pela autor.

4.4.2 Cimentação

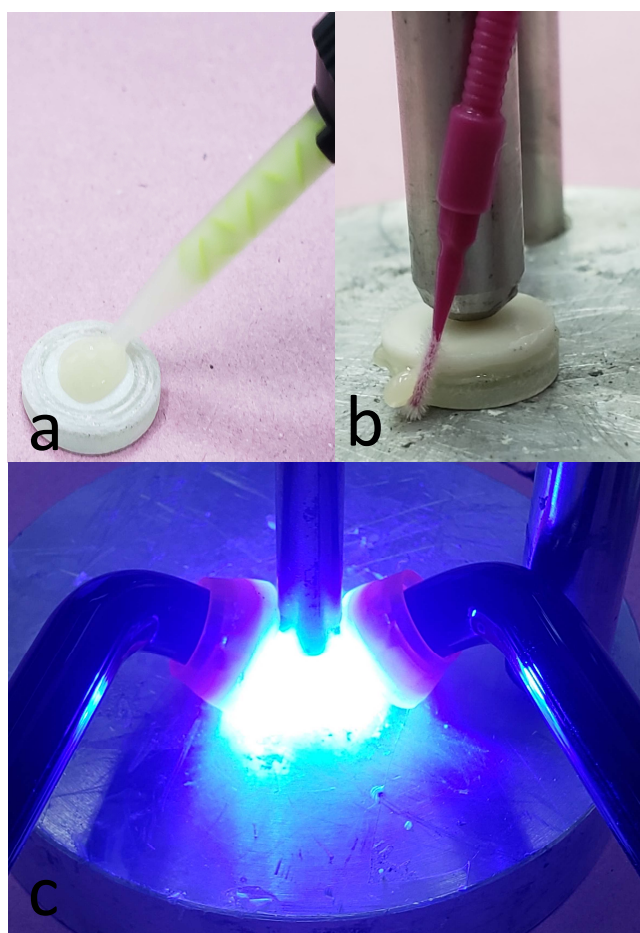
Todos os grupos receberam o primer Clearfil Ceramic Primer Plus (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japão) que foi aplicado vigorosamente com um microbrush (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 15 segundos e deixado agir por 60 segundos, foram cimentados com cimento resinoso de cura dual Multilink N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) que antes da ativação foi colocado em um delineador aplicando carga de 750g para padronização da película de cimento (figura 11), a fotoativação foi feita pelo fotopolimerizador diodo emissor de luz Bluephase intensidade de 1400 mW/cm² (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) que foi aplicado em quatro diferentes posições ao redor do espécime por 40 segundos cada. Os espécimes foram armazenados em água destilada e temperatura ambiente por 7 dias.

Figura 10 - Condicionamento de superfície das amostras



Legenda: Apresentação do primer/adesivo que foi aplicado nas amostras de NEMA G10 e aplicação (A) (B). Aplicação do primer cerâmico Clearfil sobre as amostras de 5Y-PSZ (C).
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11 - Processo de cimentação



Legenda: Aplicação do cimento resinoso de cura dual com ponta automisturadora (A) e posicionamento no delineador para padronização da película de cimento e remoção dos excessos (B), Fotoativação do cimentado resinoso de cura dual (C).
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 3 - Disposição dos grupos e seus respectivos tratamentos de superfície e posicionamento na máquina de teste

Grupo	Infiltração	Superfície	Tratamento de superfície	Cimentação	Ensaio
Kctrl	Não	-	Jateamento de óxido de alumínio	Sim	Step-stress
Kglz	Não	-	Jateamento de óxido de alumínio	Sim	Step-stress
Kinfoc	Sim	Superfície Oclusal	Jateamento de óxido de alumínio	Sim	Step-stress
Kinfcim	Sim	Superfície de Cimentação	Ácido Fluorídrico 40%	Sim	Step-stress

Fonte: Elaborado pelo autor

4.4.3 Ensaio de Resistência a Fadiga *step-stress*

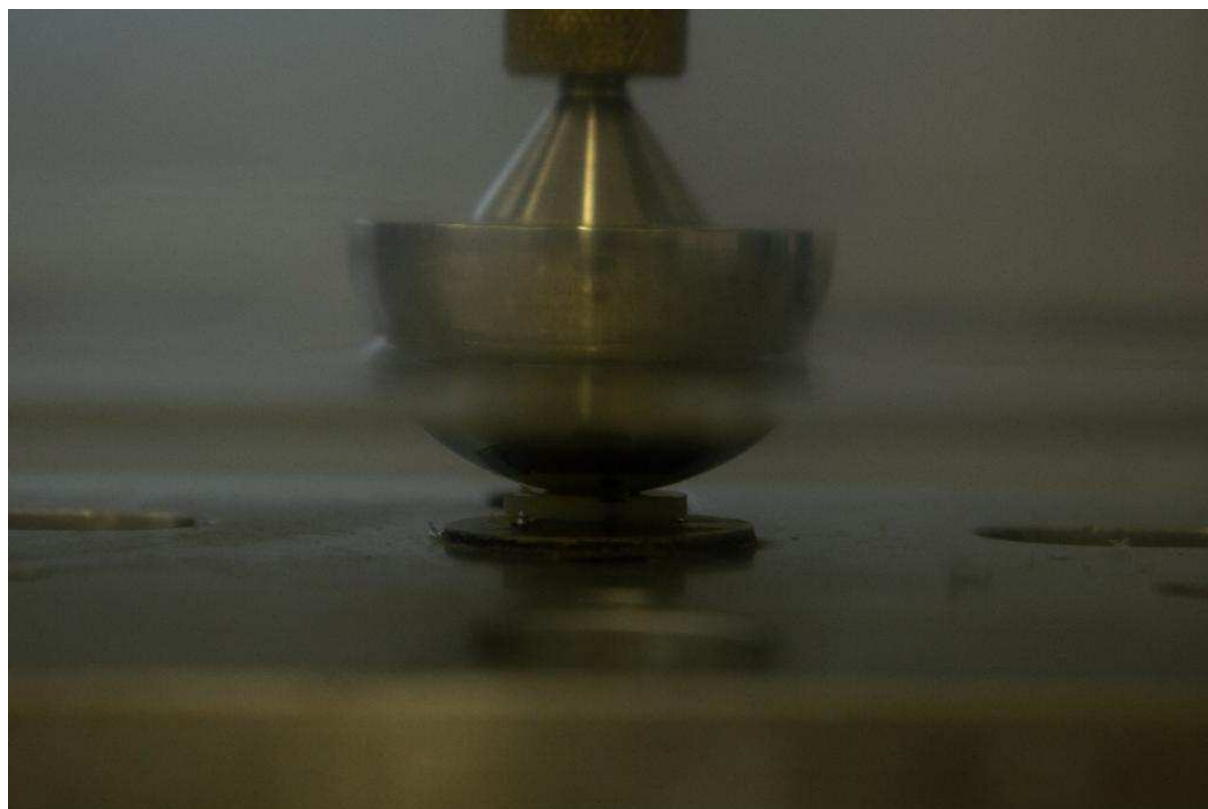
Os modelos simplificados de restauração foram submetidos ao teste de estresse acelerado - *step-stress* - (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, Estados Unidos). Que simulou uma situação clínica através de cargas cíclicas com incrementos de carga até a falha do material ou alcançar o número de ciclos estipulado (Magne et al., 2010; Anami et al., 2016; Carvalho et al., 2014; Fennis et al., 2004; Güth et al., 2016).

Foi colocada uma fita adesiva (110 µm) e uma fina folha de material não rígido (Celofane, 2,5 µm) sobre a superfície dos espécimes onde ocorreu o contato para promover uma melhor distribuição de tensão (Monteiro et al., 2018). Foi posicionado um pistão hemisférico de aço inoxidável de 40mm de diâmetro no

centro do espécime, um anel cilíndrico de metal impede variações no contato, o espécime fica mergulhado em água (Figura 12) (Prochnow et al., 2018).

O teste foi realizado por etapas onde a carga inicial foi de 200 N por 5.000 ciclos somente para que seja ajustado o contato com o espécime. Após o correto posicionamento foram realizados incrementos de 200 N a cada 10.000 ciclos, numa frequência de 20 Hz, assim sendo, 400 N, 600 N, 800 N e assim por diante até 2800 N ou fratura do espécime ou ao até atingir 135.000 ciclos (Fraga et al., 2016). Foi registrado o número de ciclos em que o modelo simplificado de restauração falhou ou suportou ao fim de cada ciclo. Os espécimes foram examinados por transluminação oblíqua para a verificação visual de trincas radiais e, se presentes, foram classificados como “falhou” e o ensaio termina para aquele espécime.

Figura 12 - Espécime posicionado para ensaio mecânico de fadiga



Legenda: Espécime submerso em água destilada posicionado na máquina de teste “Instron ElectroPlus E300” para o teste mecânico de fadiga *step-stress*.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4.4 Análise Fractográfica

Os espécimes marcados como “falhou” foram levados à uma máquina de corte preciso com disco de diamante sob refrigeração de água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) e foram cortadas perpendicularmente a fissura, via Estereomicroscópio (Stereo Discovery V20, Zeiss; Niedersachsen, Göttingen, Germany) foram verificadas as marcas fractográficas e origem da fratura. Dois espécimes de cada grupo foram selecionados e analisados sob MEV (Inspect50S, FEI; Brno, Czech Republic).

4.5 Análise estatística

Foi utilizado o programa de software estatístico (IBM SPSS Software; IBM, Armonk, EUA) com nível de significância de 0,05. Os dados de fadiga (carga de falha por fadiga e número de ciclos para falha) foram submetidos à análise de sobrevivência (testes post-hoc de Kaplan Meier e Log-Rank Mantel-cox) para acessar a média, intervalo de confiança e probabilidade de sobrevivência através das etapas de teste.

5 RESULTADOS

5.1 Caracterização microestrutural (DRX, Weibull, MEV e fractografia)

A tabela 4 apresenta os resultados obtidos após o ensaio de flexão biaxial onde foi obtido a resistência característica do material ($\sigma\Theta$) que é dada em Megapascal (MPa), esses resultados foram submetidos a Análise de Weibull (m) que consiste na verificação da confiabilidade do material. Entre parênteses consta o intervalo de confiança (IC 95%) das resistências. Houve aumento de resistência característica de todos os grupos infiltrados em relação ao grupo controle, para o grupo *Zinfoc* o aumento foi de 15%, este sofreu infiltração do vidro na região oclusal onde também sofreu compressão durante o teste mecânico; já no grupo experimental *Zinfcim*, que sofreu infiltração na região de cimentação, o aumento de resistência característica foi de 54%, este sofreu compressão sobre zircônia e tração sobre o vidro, sendo também diferente estatisticamente aos demais grupos, entretanto o módulo de Weibull todos os grupos foram semelhantes estatisticamente.

Os picos da difração de raios-X foram comparados com os dados da biblioteca, que é o padrão de difração de raios X (17-0923) em óxido de zircônio.

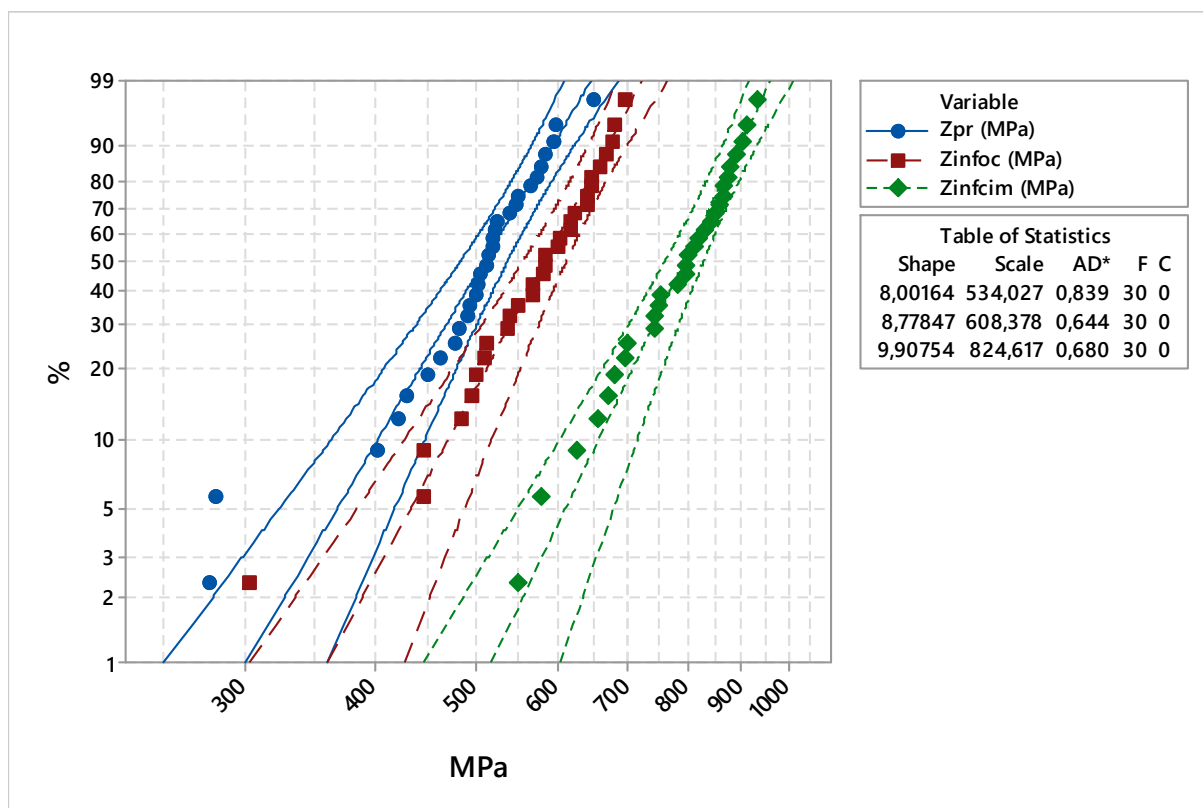
Tabela 4 - Resultado obtidos após flexão biaxial e análise de Weibull

GRUPO	$\sigma\Theta$ (IC)	m (IC)	N	%
Zpr	534 (510-560) a	8,0 (6,0-10,6) a	30	-
Zinfoc	613 (591-636) b	10,2 (7,6-13,5) a	30	15
Zinfcim	824 (794-857) c	9,9 (7,4-13,3) a	30	54

Legenda: Resistência característica ($\sigma\Theta$), Módulo de Weibull (m), com intervalo de confiança (IC), número de amostras (n) e porcentagem (%) de aumento de resistência característica em relação ao grupo controle com intervalo de confiança (IC) de 95%. Diferentes letras indicam diferenças estatísticas ($p < 0,05$).

Fonte: Elaborado pelo autor.

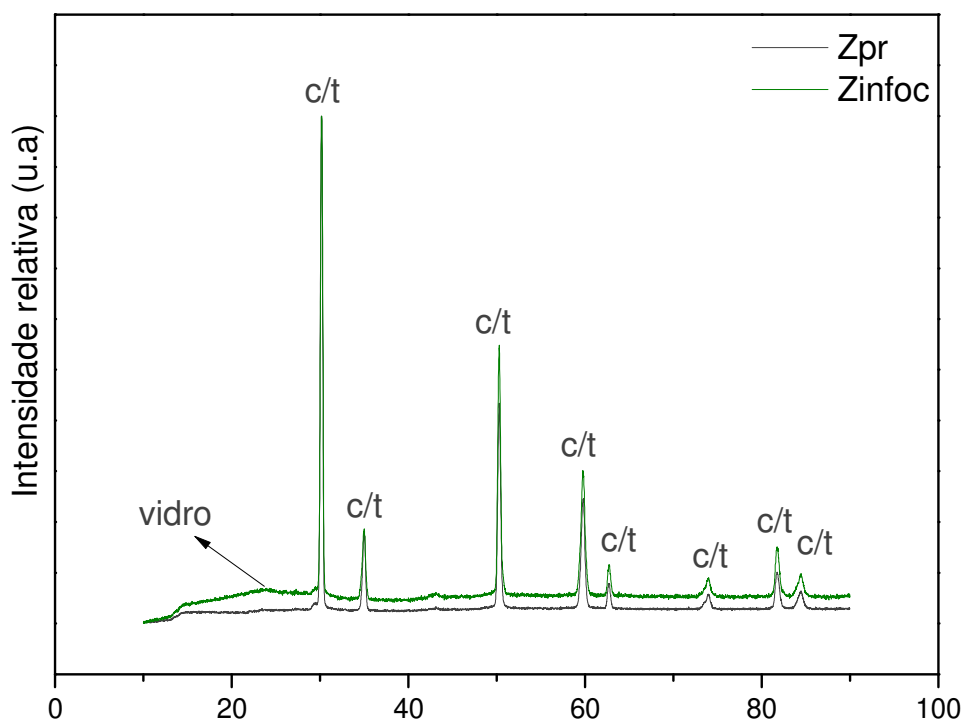
Figura 13 - Função de Densidade de Probabilidade, descrição da distribuição de Weibull



Legenda: Distribuição de Weibull. Em azul o grupo controle Zpr; em laranja o grupo experimental Zinfoc – Infiltração na região oclusal -; Em verde o grupo experimental Zinfcim – que sofreu infiltração na região de cimentação.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 14 - Gráfico obtido após Difração de Raios X

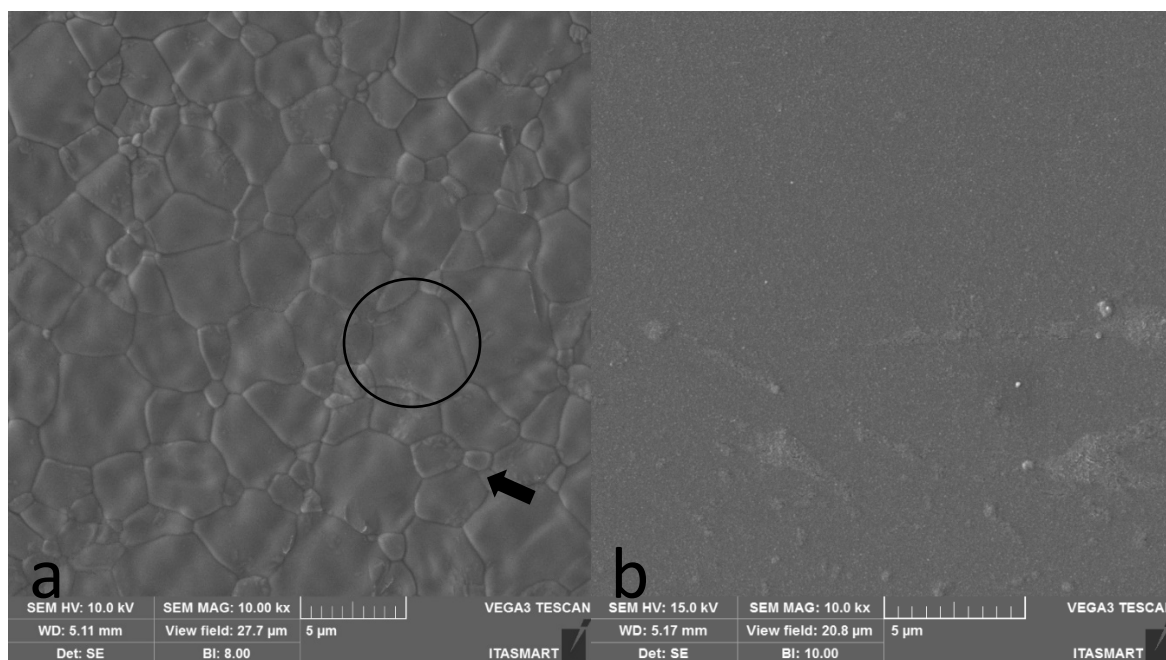


Legenda: DRX, onde picos nos intervalos angulares representam a fase da zircônia T= fase tetragonal, C= fase cúbica. Radiação CuK α (40 kV, 40 mA) a 2 θ , intervalo angular de 27 a 76 com um degrau de 0,01 a cada 3s; *Zctrl* representa o grupo controle, *Zinf* representa os grupos experimentais que sofreram infiltração pelo vidro, é possível observar picos de zircônia tetragonal e cúbica nos grupos infiltrados.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A figura 15 são micrografias da superfície dos grupos testados, esta zircônia é constituída majoritariamente de grãos cúbicos os quais são os de maior tamanho (Figura 15-a), já a figura 15-b é a micrografia do grupo *Zinfcim* onde houve a infiltração por vidro, apresenta superfície totalmente lisa, homogênea e uniforme quando comparada aos demais grupos.

Figura 15 - MEV da superfície dos espécimes da Parte A



Legenda: Zircônia conforme fabricante, superfície não-infiltrada com 10.000x de aumento, evidenciando grãos cúbicos (círculos pretos) e grãos tetragonais (seta preta) (A); Superfície infiltrada, lisa e homogênea, com 10.000x de aumento (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

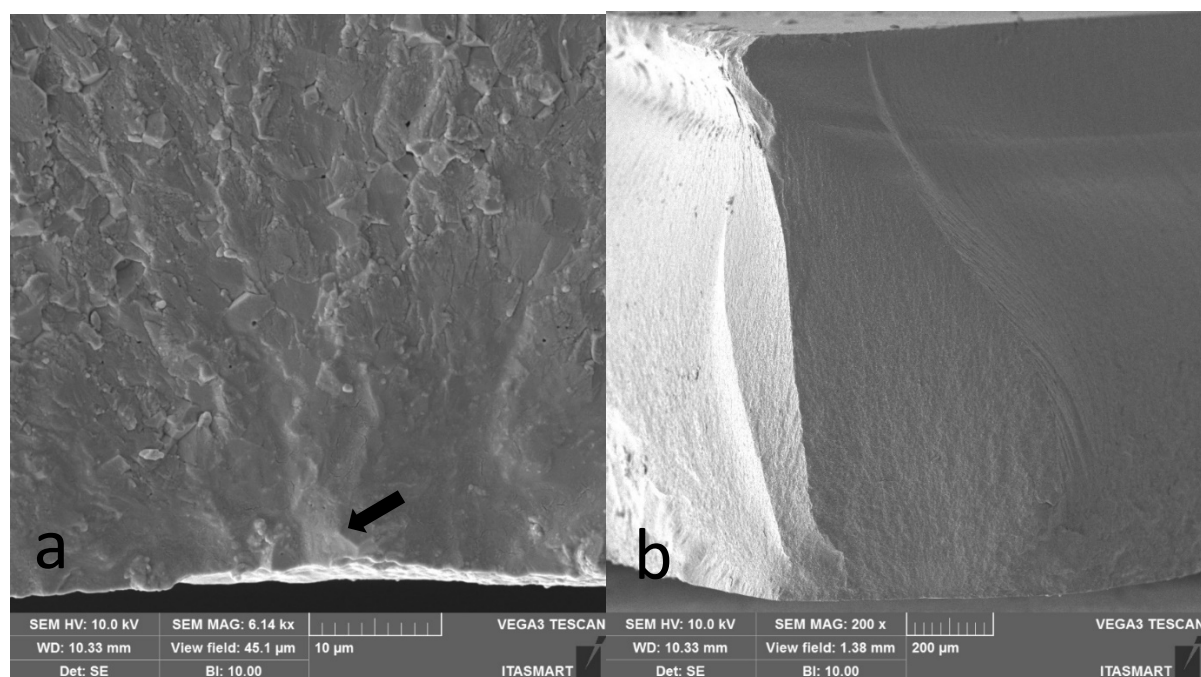
A figura 16 são micrografias do grupo *Zpr* e apresentam o modo de falha do material, a seta preta indica a origem da falha bem como a região de espelho (figura 16-a) que ocorreu na superfície de tração, percorrendo todo material até causar falha catastrófica, comum em zircônias.

Na figura 17 temos o modo de falha do grupo *Zinfoc*, também com origem na superfície de tração como *Zpr*, até que a trinca sofre uma leve mudança de direção próximo a região que sofreu infiltração por vidro nesta área há uma camada grãos cúbicos de menor tamanho que foram gerados pela infiltração do vidro sendo necessário maior energia para rompe-la (figura 17-a), a trinca desvia-se pelo caminho de menor resistência levando a falha catastrófica. Na figura 17-b é possível observar a microestrutura gradada formada pela infiltração de vidro onde temos 1- zircônia cúbica – sem ação do vidro, 2- camada formada por grãos cúbicos de menor tamanho gerados pela infiltração do vidro que causou dissolução de parte do

estabilizante e 3- camada formada pelo vidro propriamente dito. Este grupo obteve o maior módulo de Weibull ($m=10.2$), entretanto sem diferença estatística.

A figura 18 apresenta o modo de falha do grupo *Zinfcim*, na figura 18-a é possível observar a trajetória da falha, entretanto este grupo apresentou um modo de falha diferente dos demais, é possível observar na figura 18-b grãos majoritariamente cúbicos e, próximo a superfície (seta preta), uma camada de vidro e outra de grãos cúbicos de menor tamanho, idem ao grupo *Zinfoc*. Este grupo sofreu força de tração na superfície de infiltração e o defeito originador se deu no interior do material (figura 18-b, círculo preto), obtendo a maior resistência característica dentre os grupos, 824 MPa.

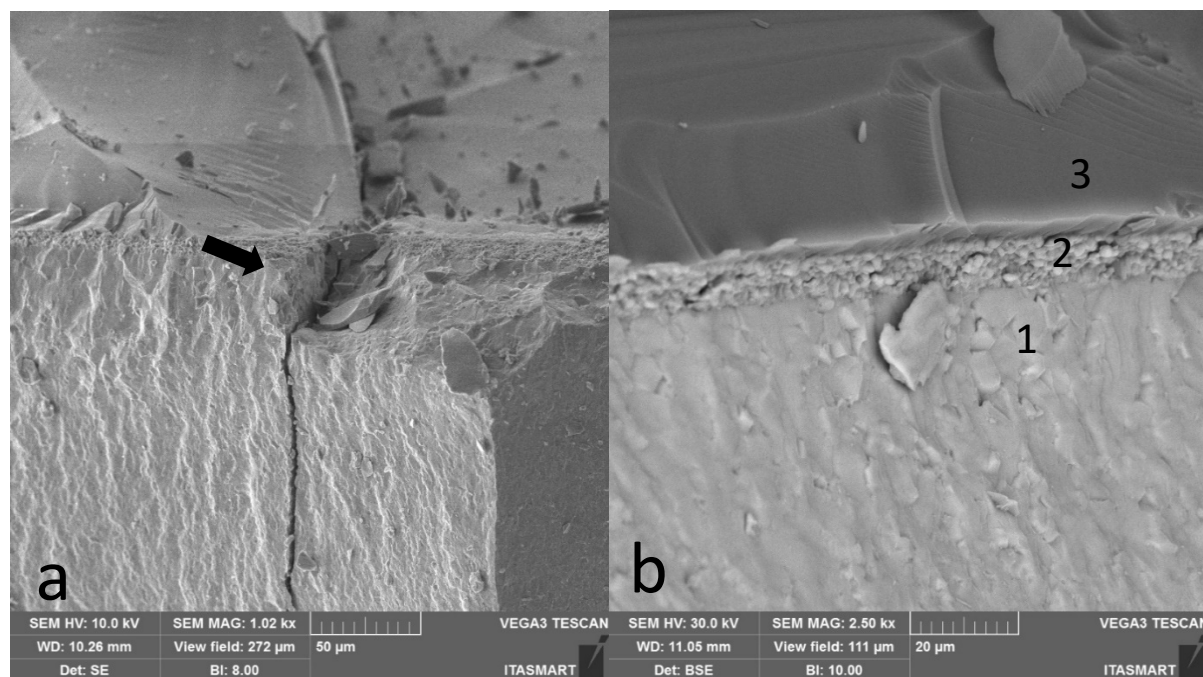
Figura 16 - MEV do grupo Zpr



Legenda: Micrografia do modo de falha, aumento de 200x (A); Micrografia da região de origem da fratura (seta preta) evidenciando a área de espelho, aumento de 6.140x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

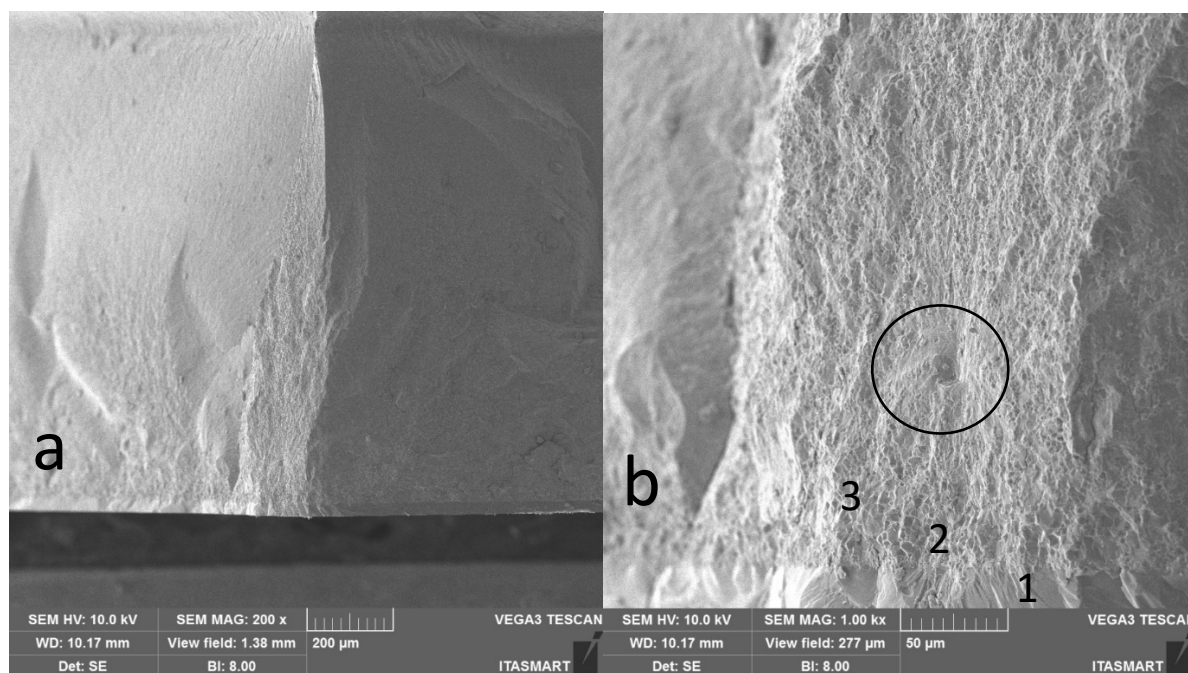
Figura 17 - MEV do grupo Zinfoc



Legenda: Micrografia do modo de falha em evidência, possível observar a mudança de direção da fissura (seta preta), aumento de 1020x (A); Micrografia do modo de falha em evidência, número representa grãos cúbicos; número 2 grãos cúbicos em menor tamanho obtidos pela infiltração de vidro; número 3 vidro infiltrado, observa-se uma camada de grãos cúbicos diminuídos entre o vidro e os grãos cúbicos padrão; esta camada é responsável por promover o desvio da trinca, aumento 2500x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 18 - MEV do grupo Zinfcim



Legenda: Micrografia da trajetória da fissura, aumento de 200x (A); Micrografia do início da fratura (círculo preto), 1- vidro infiltrado, 2- grãos cúbicos em menor tamanho obtidos pela infiltração de vidro, 3 zircônias cúbica, destaque para o modo de falha diferente em relação aos demais grupos., com a origem da trinca no interior do material, aumento 1000x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Ensaio sob fadiga *step-stress*

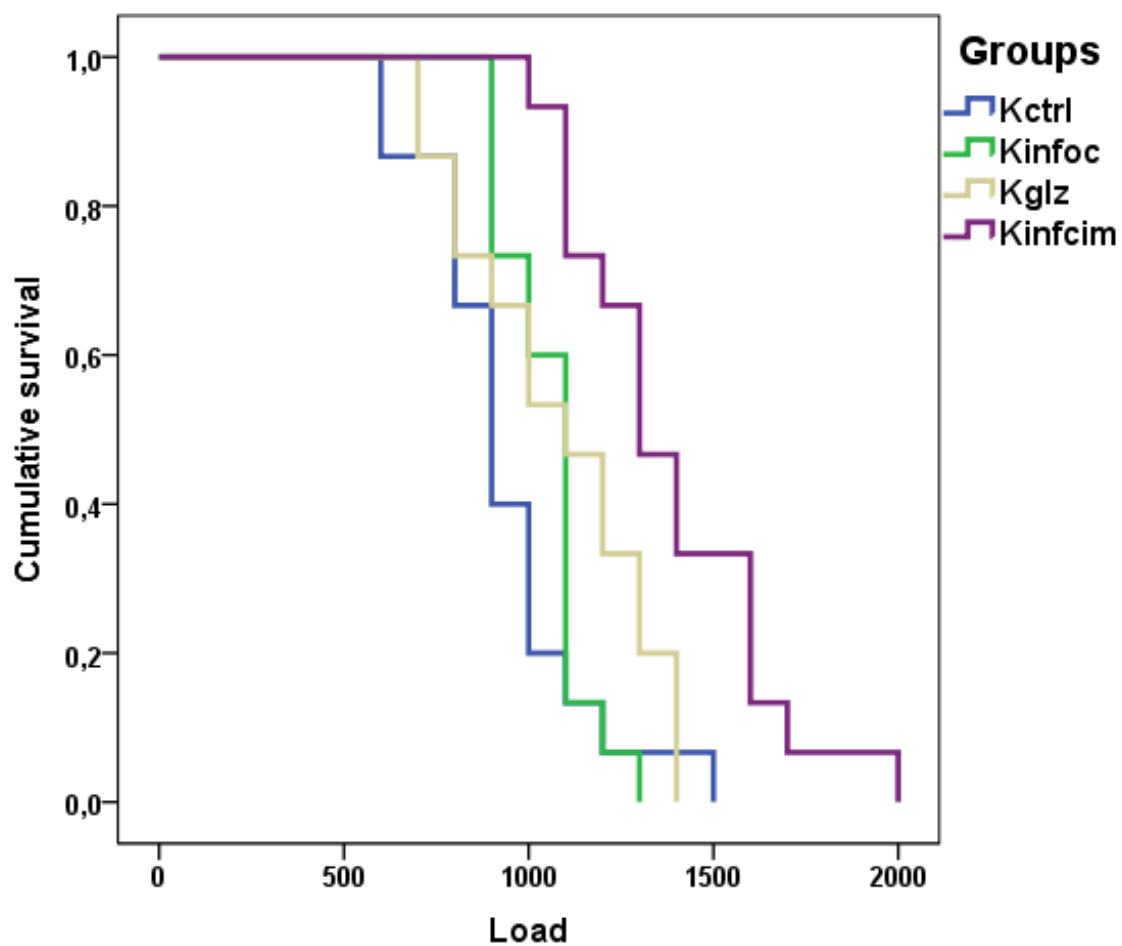
Tabela 5 - Resultados obtidos após ensaio de fadiga *step-stress* e teste estatístico

Grupo	Carga para falha em fadiga	Ciclos para falha
Kctrl	933 (819 - 1048) ^b	78,333 (66,910 – 89,757) ^b
Kinfoc	1053 (993 - 1113) ^b	90,333 (84,325 – 96,342) ^b
Kglz	1080 (950 - 1210) ^b	93,000 (79,999 – 106,001) ^b
Kinfcim	1380 (1240 - 1520) ^a	123,000 (109,049 – 136,951) ^a

Legenda: Carga média de falha por fadiga (em Newton) e número de ciclos para falha com respectivos intervalos de confiança. As mesmas letras minúsculas em cada coluna indicam similaridade estatística representada pelo teste post-hoc de Kaplan Meier e Mantel-Cox.

Fonte: Elaborado pelo autor.

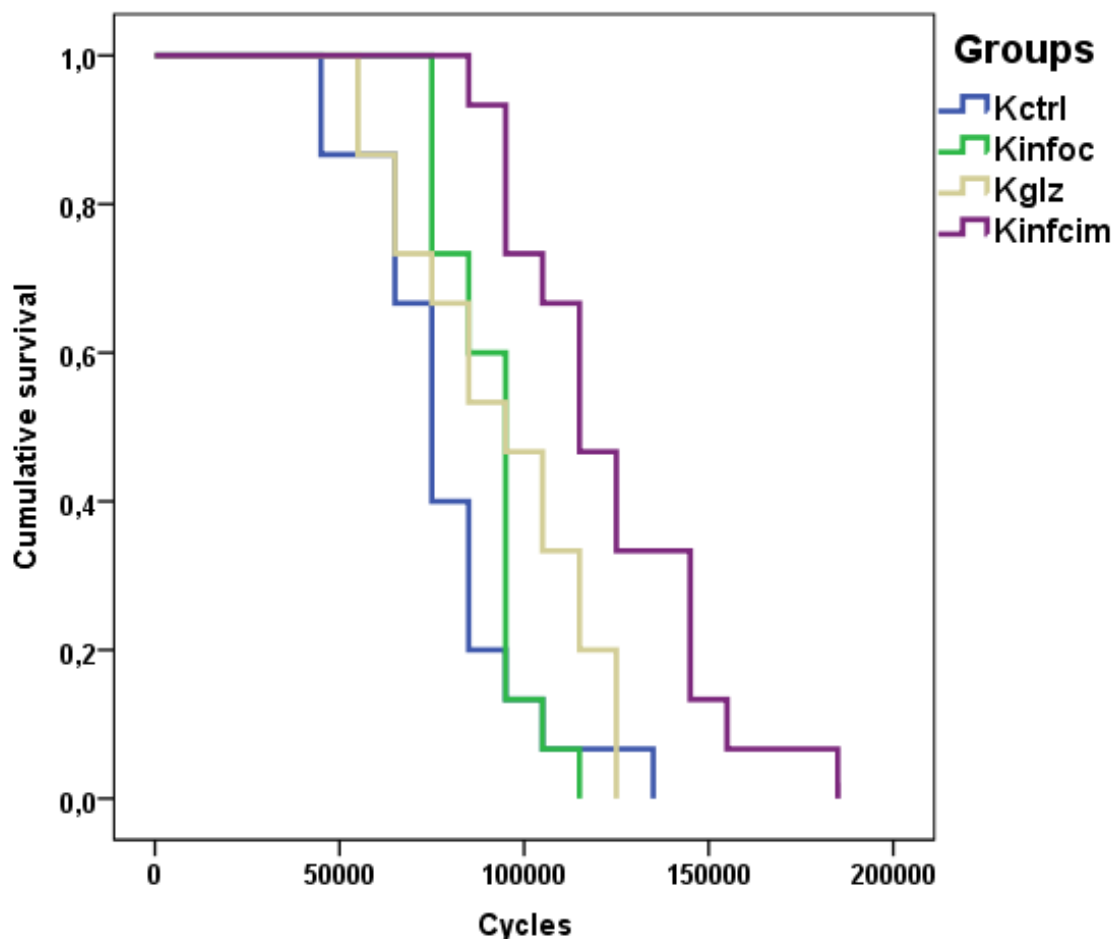
Figura 19 - Gráfico de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para carga de falha por fadiga em Newton



Legenda: Cores distintas demonstram grupos diferentes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 20 - Gráficos de sobrevivência obtido pelo teste de Kaplan-Meier e Mantel-Cox (log-rank) para o número de ciclos para falha



Legenda: Cores distintas demonstram grupos diferentes.

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Análise fractográfica

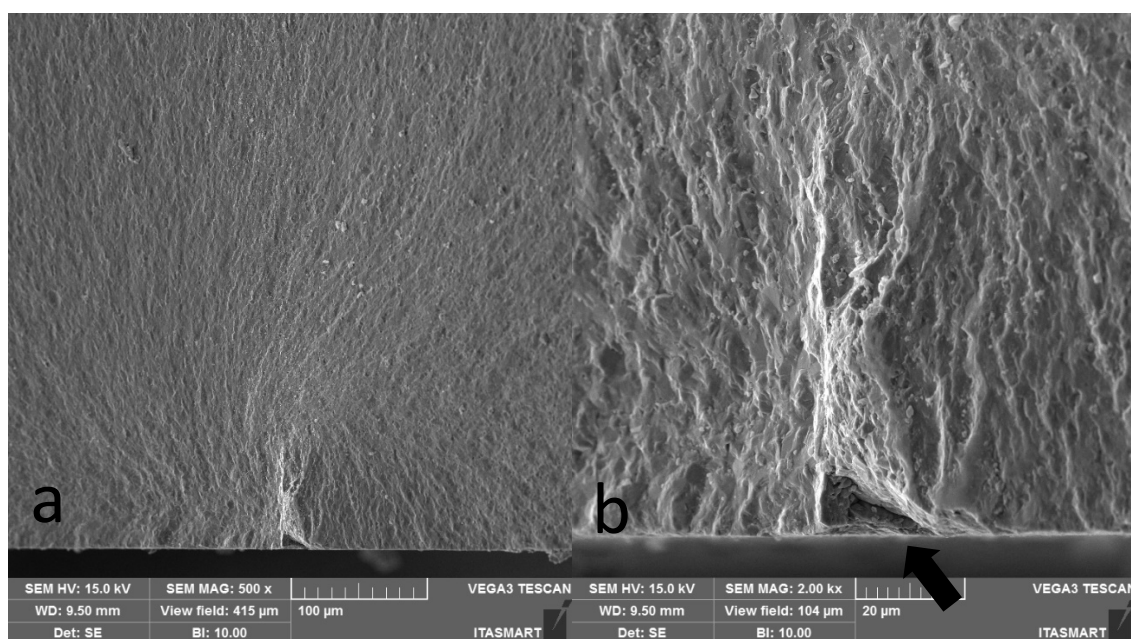
A figura 21 representa a micrografia do grupo *Kctrl* que foi confeccionado segundo as recomendações do fabricante e após ensaio apresentou carga para falha em fadiga de 933 N, na figura 21-a é possível observar de forma bem precisa a região de espelho da fratura bem como o hackle formado por ela, na figura 21-b é possível observar com precisão a origem da fratura do material que ocorreu na região de tração ao ser ensaiado.

A figura 22 representa a micrografia do grupo *Kglz* que foi confeccionado segundo as recomendações do fabricante entretanto foi aplicado um glaze externo que serve como maquiagem para dar maior naturalidade a restauração, este grupo apresentou carga para falha em fadiga de 1053 N, resultado interessante pois essa camada de glaze foi capaz de elevar a quantidade de carga necessária para falha – sem diferença estatística -, também apresenta na figura 22-a a região de espelho bem como o hackle formado pela fratura, na figura 22-b é possível observar a origem da fratura (seta preta) de forma mais discreta em comparação ao grupo *Kctrl*.

A figura 23 são do grupo *Kinfoc* que recebeu o vidro de infiltração em sua superfície externa – oclusal – e se comportou de forma muito semelhante ao grupo *Kglz* suportando 1080 N de força até a falha, as formas de fratura foram semelhantes.

O único grupo que obteve diferença estatística dos demais foi o *Kinfcim* com o maior valor de carga para falha – 1380 N – este grupo foi confeccionado de forma que o vidro fosse infiltrado na região de cimentação da restauração para que assim fosse criado gradação de módulos elásticos, de forma que fosse possível imitar o que ocorre na junção amelo-dentinária (JAD). Além disso, este grupo apresentou um modo de falha diferente dos demais grupos e diferente também de materiais cerâmicos, no presente estudo a origem da fratura não se deu na superfície de tração, mas sim no interior do material, a fissura não foi capaz de romper o vidro infiltrado e as camadas por ele formado, fazendo a fratura ocorrer a partir de defeitos internos inerentes ao material como poros e falhas que ocorrem comumente ao material ser processado. Na figura 24-a é possível observar a origem da fratura (círculo preto) bem como a camada que foi criada pelo vidro (1) a camada de grãos cúbicos de menor tamanho (2) – como ocorreu na parte A do presente estudo – e os grãos cúbicos propriamente dito (3), não é possível observar a origem da fratura na região de tração. Na figura 24-b é possível notar as mesmas estruturas já citadas bem como o hackle deixado no momento fletor e a falha/poro originador da falha.

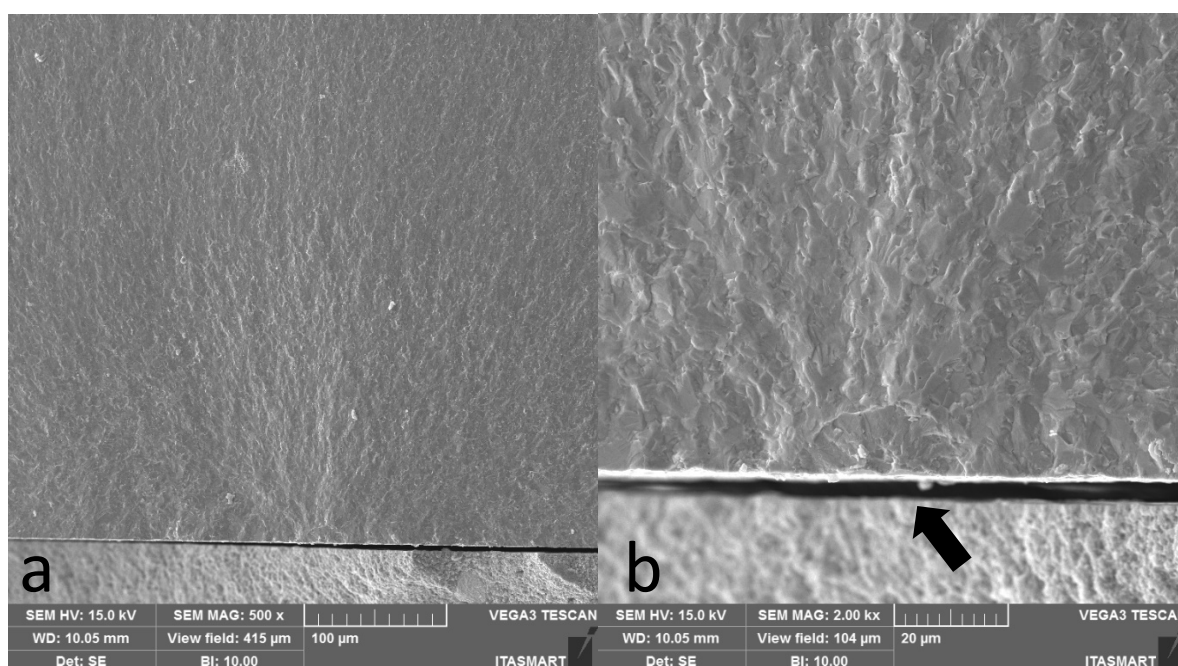
Figura 21 - MEV do grupo *KcrtI*



Legenda: Região de espelho, aumento de 500x (A), em destaque a origem da fratura (seta preta), aumento de 2000x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

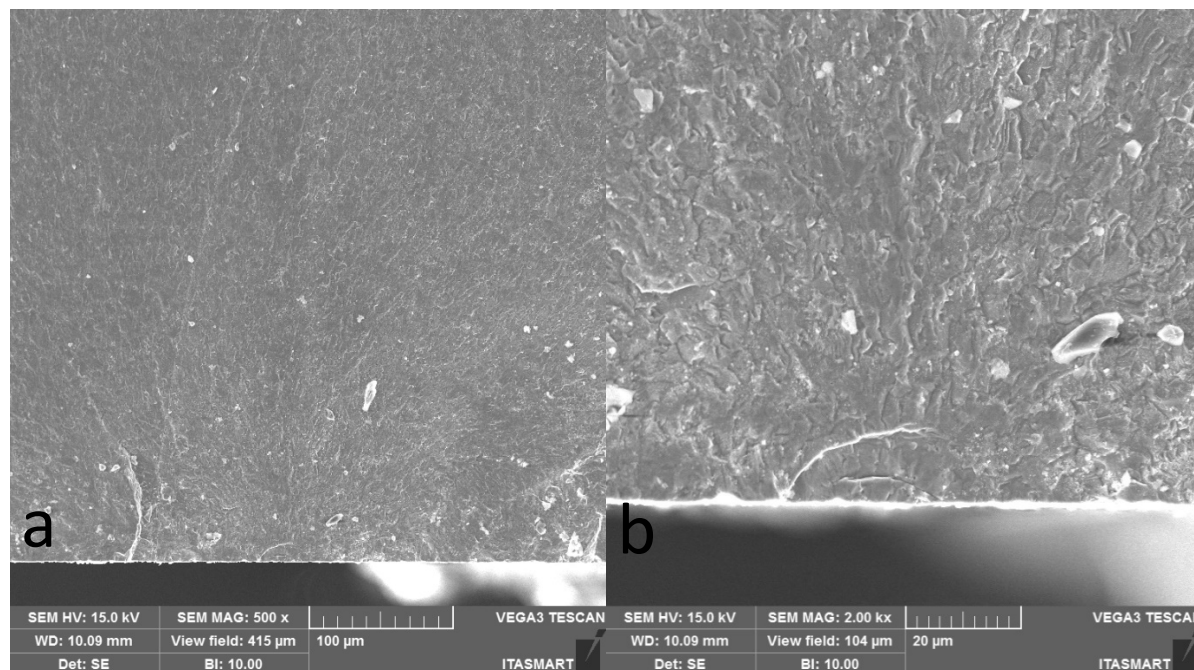
Figura 22 - MEV do grupo *Kglz*



Legenda: Região de espelho, aumento de 500x (A), em destaque a origem da fratura (seta preta), aumento de 2000x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

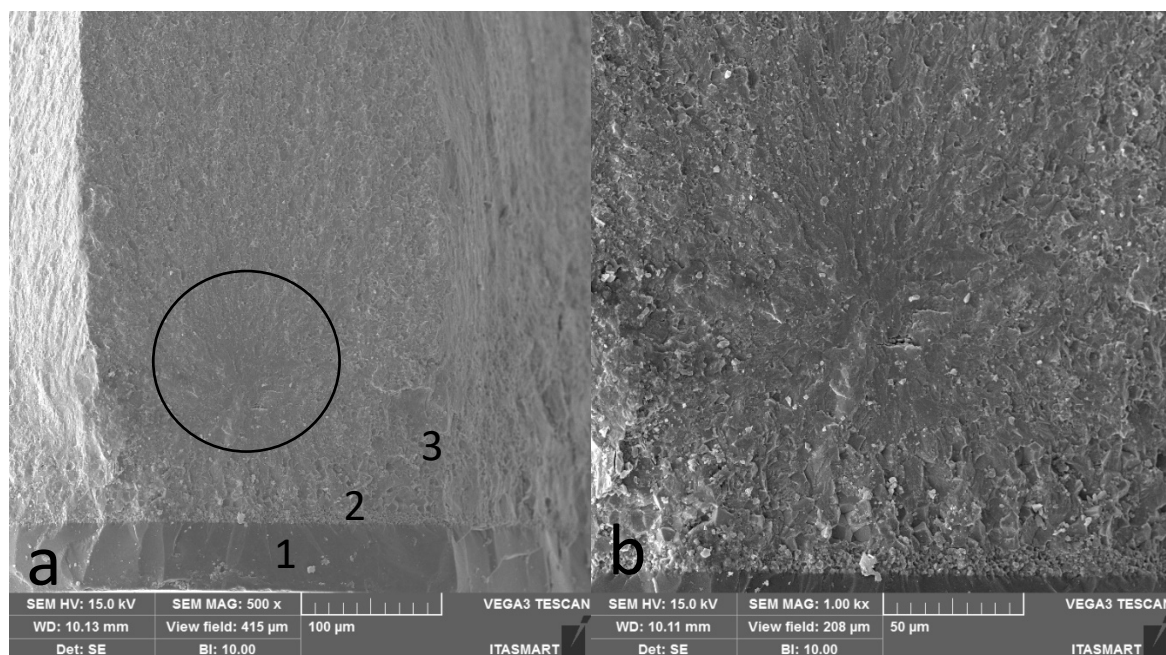
Figura 23 - MEV do grupo *Kinfoc*



Legenda: Região de espelho, aumento de 500x (A), em destaque a origem da fratura (seta preta), aumento de 2000x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 24 - MEV do grupo *Kinfcim*



Legenda: a região de espelho, origem da fratura (círculo preto) e vidro (1) a camada de grãos cúbicos de menor tamanho (2) grãos cúbicos propriamente dito (3), aumento de 500x (A); em destaque a origem da fratura (seta branca), aumento de 1000x (B).

Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

6.1 Caracterização microestrutural

Todos os grupos apresentaram a mesma característica de composição química: 70.6wt% de grão cúbico, 28.9wt% de grão tetragonal e 0.2wt% de grão monoclinico (Inokoshi et al, 2018). Os grãos cúbicos se destacam por serem grãos que apresentam dimensões de 5 micros, (figura 15-a) já os grãos menores são tetragonais. Ramos et al. (2019) usaram um método de infiltração em uma zircônia 3Y-TZP – segunda geração – onde os espécimes foram submersos em solução infiltrante e atingiu bons resultados, entretanto a infiltração não ocorreu de forma uniforme, deixando gaps e poros onde atuou o mecanismo de tenacificação do material e o deixou susceptível a Degradação em Baixa Temperatura (DBT), algo que não ocorreu em nosso método de infiltração, e está relacionado ao alto teor de oxido estabilizante – ítrio – onde a taxa de transformação é baixa pois quanto maior o teor de estabilizante menor será a taxa de transformação Zhang et al. (2020), esse é um dos motivos da zircônia de terceira geração apresentar menor resistência característica, sua tenacificação é muito baixa. Reis et al., (2019) usaram técnica de infiltração semelhante a de Ramos et al., (2019) e houve melhora na homogeneidade estrutural e dureza, houve também formação de silicato de zircônia na superfície. Campos et al. (2020) conseguiram diminuir a taxa de transformação t-m após envelhecimento de uma zircônia 3Y-TZP com melhorias na técnica de infiltração, assim aumentando a longevidade do material. No presente estudo o método de infiltração consistiu em uma pasta aplicada na forma de um glaze onde foi possível infiltrar somente na região desejada e de forma uniforme, a figura 15-b apresenta superfície extremamente lisa e uniforme, que pode ser ideal para prevenir o desgaste excessivo do dente antagonista ou ainda prevenir a adesão de microrganismos, houve também a formação de silicato de zircônio ($ZrSiO_4$) na região infiltrada, fato promissor que pode contribuir evitando a DBT e pela própria característica do material de sofrer pequena transformação t-m, podendo atingir maior longevidade.

6.1.1 Ensaio de resistência a flexão biaxial e análise de Weibull

No presente estudo foi investigado a infiltração de vidro em uma zircônia de terceira geração via caracterização microestrutural, comportamento mecânico frente ao ensaio de flexão biaxial (ISO 6872:2015), confiabilidade estrutural via análise de Weibull e análise cristalográfica via DRX, Mao L et al., (2018) obteve um resultado similar a este estudo ao infiltrar um vidro em uma zircônia ultra-translúcida, entretanto o ganho que ele atingiu foi de 25%. Campos et al. (2020) usou a mesma técnica de infiltração de Campos et al (2016), Toyama et al. (2018), Ramos et al. (2019), Reis et al (2020) que consiste na imersão dos espécimes na solução infiltrante, nesses estudos foram utilizadas zircônias de segunda geração (3Y-TZP) e atingiram uma resistência característica de 920 MPa e $m=11,4$ em um material que tem como destaque sua resistência. No presente estudo foi utilizada uma zircônia de terceira geração (5Y-PSZ) que é estética, e em contrapartida possui resistência característica de 584 MPa e $m=10,3$ (Inokoshi et al., 2021). Após infiltração, atingiu resistência característica muito próxima à da zircônia de segunda geração atingindo 824 Mpa e $m=9,9$. Esta disposição de infiltração e tratamento térmico foram capazes de melhorar o comportamento mecânico de uma zircônia de terceira geração, obtendo ganhos de 54% em resistência característica. Apesar disso, os módulos de Weibull foram semelhantes, provavelmente porque o tipo de efeito causador da fratura é de mesma natureza em todos os grupos, isto é, defeitos intrínsecos ao material.

6.1.2 Análise fractográfica

Na figura 16-a observamos micrografias do modo de falha do grupo controle *Zpr* que é o modo de falha comum deste material que se origina na superfície de tração percorrendo todo o material levando-o à falha catastrófica.

Na micrografia do grupo *Zinfoc* que sofreu infiltração pelo vidro em sua superfície oclusal o modo de falha foi o mesmo, notou-se alteração da

microestrutura devido à infiltração de vidro, foram formadas camadas gradadas no material, camada com o vidro de infiltração, camada de zircônia infiltrada onde grãos cúbicos tiveram seu tamanho reduzido pela infiltração e uma terceira camada formada pela própria zircônia onde a infiltração não chegou figura 17-b, importante notar na figura 17-a que a fissura ao chegar próximo a superfície onde houve infiltração de vidro sofre um desvio. Observa-se na figura 17-a que a fissura percorre por todo o material que possui em sua grande maioria grãos cúbicos de maior tamanho (Inokoshi et al., 2018) e menos resistentes, ao chegar próximo a região de infiltração sofre desvio, pois encontra grãos cúbicos de menor tamanho e maior resistência, forçando a fissura a desviar e dificultando a falha catastrófica do material, este é o motivo do aumento de resistência a 632 Mpa, maior que o *Zpr* e inferior ao *Zinfcim*, mas com o maior módulo de Weibull entre os grupos ($m=10,2$). Outro fato observado foi que nesta região grãos cúbicos de menor tamanho estão em forma de camada, formando uma barreira. Durante a infiltração o vidro foi capaz de dissolver parcialmente parte do estabilizante (Ítrio) e reduzir a dimensão dos grãos cúbicos, elevando a resistência.

A micrografia do grupo *Zinfcim* (Figura 18) apresentou diferente modo de falha em relação aos demais grupos, neste, o vidro foi infiltrado na região de cimentação ficando na superfície de tração durante o ensaio mecânico. Na figura 18-b é possível observar que também foi formada uma camada de vidro/grão cúbico de tamanho reduzido/ grão cúbico – idem ao grupo *Zinfoc* - entretanto não é possível observar a origem da fratura na superfície de tração como é comum neste tipo de material, nota-se que o defeito originador ocorreu no interior do material, a fissura não foi capaz de romper o vidro infiltrado nem os grãos cúbicos de menor tamanho, levando a fratura a ocorrer de forma transgranular no interior do material. Inokoshi et al. (2021) observou em seu estudo que os grãos cúbicos sofrem fratura em sua volta, já os tetragonais fraturam ao meio – intragranular - a trinca passou rapidamente do vidro que possui um baixo módulo elástico a zircônia de maior módulo elástico, 210 GPa (Kaizer et al., 2020), fato este, também observado por Niu et al., (2009) e Du et al., (2013) que deve haver uma transição gradual de módulo de elasticidade a fim de evitar falhas, isso fez a falha ocorrer a partir do interior do material, assim este grupo apresentasse a maior resistência característica, 824 MPa. Zhang e Ma (2009) descreveram esse tipo de falha devido a gradação diminuir o

stress na superfície e transferi-lo ao interior do material, quando um material é gradado – com camadas – ocorre diminuição da mudança brusca de coeficientes de expansão térmica e módulo elástico, melhorando assim a distribuição de tensão (Zhang e Kim, 2009; Zhang et al., 2012;), no presente estudo o modo de infiltração desenvolvido fez com que esses fatores se alinharam tão bem que foi capaz de alterar o modo de falha da zircônia, comportando-se de forma parecida com a junção esmalte-dentina onde há uma distribuição linear do módulo elástico além de melhorar suas propriedades mecânicas. Ramos GF et al. (2015) também infiltrou e promoveu a gradação em uma zircônia translúcida - com vidro e com cerâmica vítrea - como cobertura, e obteve melhor distribuição de tensão, mas não houve mudança de modo de falha e aumento de resistência, fatores que foram atingidos com a infiltração desenvolvida neste trabalho. Para alcançar naturalidade estética, muitas vezes é aplicado um glaze para que o material restaurador se assemelhe ao elemento natural e este glaze causa um desgaste ao antagonista maior que a própria zircônia (Janyavula et al., 2013; Passos et al., 2014), o vidro infiltrado pode minimizar o desgaste ao antagonista por apresentar uma superfície lisa e homogênea, novos estudos são necessários para investigar esse fator.

6.2 Tratamento Térmico

O sucesso da infiltração se deu pelo fato de termos desenvolvido um protocolo de sinterização diferente do recomendado pelo fabricante. A zircônia tem suas características sensivelmente alteradas ao mudar-se a forma de sinterização. Neste estudo foi usado um forno convencional para sinterização, mas alguns autores recomendam o forno a vácuo com o objetivo de eliminar gases e contaminações do processo (Sulaiman et al., 2016), outros recomendam o resfriamento lento para redução de stress térmico residual (Benetti et al., 2014), entretanto para zircônias ultra-translúcidas esse tipo de forno traz mínimos benefícios (Sulaiman et al., 2016) e por este fato optamos pelo forno convencional. O método desenvolvido foi muito promissor pois é comum ocorrer incompatibilidade térmica que gera falhas no material e que levam a falhas, muito comum em glazes e revestimentos (Janyavula

et al., 2013; Kumchai et al., 2018; Passos et al., 2014; Yener E; Ozcan M; Kazazoglu E, 2011).

6.3 Ensaio sob fadiga *step-stress*

No presente estudo foi desenvolvido um vidro que foi capaz de ser infiltrado em uma zircônia de terceira geração e testado via teste de vida acelerado em modelos simplificados de restauração. Os resultados atingidos foram promissores, principalmente no que concerne o local de infiltração/gradação do material. Alguns autores Aboushelib et al. (2008); Tan et al. (2012); Denry, Kelly (2014) relataram incompatibilidade térmica de glaze ao serem aplicados em material policristalino, fato este que foi superado pelo presente estudo onde houve uma perfeita interação entre glaze e zircônia, é possível observar na figura 24-a essa interação de como o vidro penetrou e se uniu perfeitamente ao material, a infiltração ocorreu em apenas um face do material e não nele todo assim foi possível evitar distorções, fato este observado por Toyama et al., 2018.

A zircônia não é sensibilizada pelo ácido fluorídrico (Valandro et al., 2005) como outras cerâmicas que o utilizam para promover rugosidade de superfície e assim melhorar a adesão a outros substratos. O fabricante recomenda o jateamento de óxido de alumínio (Kuraray Noritake, Japão) que é um procedimento controverso, mas que, em zircônia de segunda geração, ativa o mecanismo de tenacificação, promovendo a transformação t-m que eleva sua resistência (Aurelio et al., 2016). A literatura tem demonstrado que este procedimento é deletério quando aplicado a zircônias ultratranslucidas (Sulaiman et al., 2017; Pereira et al., 2018) que por possuírem menor teor de grão tetragonal leva à baixa transformação t-m (Zhang et al. 2020). Por este motivo, neste estudo infiltramos o vidro de maneira convencional -glaze externo – e também de forma inovadora infiltrando-o na superfície de cimentação, pois os resultados obtidos pela *Parte A* deste trabalho foram muito promissores e amparados em Bona et al. (2003) e Borba et al. (2011), de que o lado do material sob tração dita sua performance em resistência.

O grupo controle *Kctrl* apresentou carga para falha de 933 N seguido do *Kinfoc* com 1053 N e *Kglz* com 1080 N, ambos apresentaram fractografias semelhantes tendo a origem da falha na superfície de tração, destes três grupos uma atenção especial ao *Kglz* que recebeu o glaze comercial Cerabien (Kuraray Noritake, Japão) e atingiu carga para falha um pouco superior ao *Kinfoc* que recebeu o vidro de infiltração. Também não foi observado a característica fractográfica do grupo que recebeu o vidro na superfície oclusal na *Parte A – Zinfoc* deste trabalho - no grupo *Kinfoc* que também recebeu o vidro na superfície oclusal ambos tiveram origem da fratura na superfície de tração mas não houve a linha de fissura que foi apresentada na *Parte A*, o que pode ter contribuído com este fato é o modo de ensaio, pois na *Parte A* a flexão biaxial (ISO 6872:2015) ocorre até a falha catastrófica do material, já no ensaio step-stress a cada fim de ciclo o espécime é observado e avaliado se há algum sinal de falha, assim pode não ter ocorrido a falha catastrófica do material e apenas a trinca.

Já o grupo *Kinfcim* apresentou carga para falha de 1380 N diferindo estatisticamente dos demais grupos e sobrevivendo a 120,000 ciclos, confirmando o resultado obtido na *Parte A* deste trabalho onde foi atingida resistência característica de 824 MPa, menor devido ao espécime não estar unido a outras estruturas e defletir mais. O objetivo de se infiltrar o vidro na superfície de cimentação foi a de se evitar efeitos deletérios do jateamento de partículas descrito por Mao et al., 2018; Amarante et al., 2019; Inokoshi et al., 2021 e de se criar a gradação de módulo elástico a fim de haver uma transição gradual, se assemelhando com a Junção-Amelo-Dentinária (Niu et al., 2009; Du et al., 2013). É possível observar na figura 25-a a disposição de camada, vidro (1), camada de grãos cúbicos de menor tamanho (2) grãos cúbicos propriamente dito (3) além do cimento resinoso logo abaixo do vidro, essa disposição fez com a falha catastrófica ocorresse apenas no interior do material, diferindo do modo de falha dos demais grupos e do modo de falha que comumente ocorre em materiais cerâmicos que é na superfície de tração. Estes resultados são muito promissores pois amplia a margem de aplicação de zircônias ultra translúcidas na odontologia, aproximando-as em resistência às zircônias de segunda geração, porém com características estéticas superiores. Há uma limitação no trabalho desenvolvido que é o tratamento de superfície do vidro desenvolvido por

se tratar de um agente de difícil acesso e de risco elevado de manipulação, entretanto o mesmo mostrou-se eficaz em sua aplicação.

Pode-se afirmar que a infiltração de vidro em zircônia ultra translúcida tornando-a funcionalmente gradada melhora as propriedades mecânicas, reduzindo defeitos causados por tratamentos de superfície, defeitos inerentes ao material e também aumenta sua longevidade em fadiga.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo pode-se concluir que:

Parte A – O vidro desenvolvido foi capaz de ser infiltrado em uma zircônia de terceira geração, gerou maior confiabilidade estrutural e aumentou a resistência característica pela alteração do modo de falha (as origens da fratura foram da superfície para a parte interna)

Parte B – O vidro foi responsável pelo aumento de resistência dos grupos infiltrados, sendo seu uso recomendado de forma gradada – vidro na superfície e infiltrado no substrato– para atingir melhor performance em fadiga e longevidade.

REFERÊNCIAS*

Alghazzawi TF, Lemons J, Liu PR, Essig ME, Bartolucci AA, Janowski GM. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. *J Prosthodont*. 2012 Jul;21(5):363-9. doi: 10.1111/j.1532-849X.2011.00838.x. Epub 2012 Feb 28. PMID: 22372432.

Anami LC, Lima JM, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue Resistance of Y-TZP/Porcelain Crowns is Not Influenced by the Conditioning of the Intaglio Surface. *Oper Dent*. 2016 Jan-Feb;41(1):E1-12. doi: 10.2341/14-166-L. Epub 2015 Aug 12. PMID: 26266655.

Aurélio IL, Marchionatti AM, Montagner AF, May LG, Soares FZ. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2016 Jun;32(6):827-45. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.021. Epub 2016 Apr 13. PMID: 27083253.

Anusavice KJ. *Phillips materiais dentários*. 11th ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013.

Benetti P, Della Bona A, Kelly JR. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dent Mater*. 2010 Aug;26(8):743-50. doi: 10.1016/j.dental.2010.03.019. Epub 2010 May 15. PMID: 20472281.

Blatz MB, Sadan A, Arch GH Jr, Lang BR. In vitro evaluation of long-term bonding of Procera AllCeram alumina restorations with a modified resin luting agent. *J Prosthet Dent*. 2003 Apr;89(4):381-7. doi: 10.1067/mp.2003.89. PMID: 12690351.

Borba M, de Araújo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater*. 2011 Dec;27(12):1259-66. doi: 10.1016/j.dental.2011.09.008. Epub 2011 Oct 6. PMID: 21982199; PMCID: PMC3205330.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005 Jan-Feb;18(1):60-5. PMID: 15754894.

Campos TM, Ramos NC, Machado JP, Bottino MA, Souza RO, Melo RM. A new silica-infiltrated Y-TZP obtained by the sol-gel method. *J Dent*. 2016 May;48:55-61.

Campos TMB, Ramos NC, Matos JDM, Thim GP, Souza ROA, Bottino MA, Valandro LF, Melo RM. Silica infiltration in partially stabilized zirconia: Effect of hydrothermal aging on mechanical properties. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Sep;109:103774. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103774. Epub 2020 Apr 11. PMID: 32347214.

Carvalho AO, Bruzi G, Giannini M, Magne P. Fatigue resistance of CAD/CAM complete crowns with a simplified cementation process. *J Prosthet Dent*. 2014

Apr;111(4):310-7. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.09.020. Epub 2014 Jan 3. PMID: 24388720.

Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1999 Aug;82(8):2150-4. doi: 10.1111/j.1151-2916.1999.tb02055.x
Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res.* 2014 Dec;93(12):1235-42. doi: 10.1177/0022034514553627. Epub 2014 Oct 1. PMID: 25274751; PMCID: PMC4237640.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007. Epub 2007 Jul 19

Fennis WM, Kuijs RH, Kreulen CM, Verdonchot N, Creugers NH. Fatigue resistance of teeth restored with cuspal-coverage composite restorations. *Int J Prosthodont.* 2004 May-Jun;17(3):313-7. PMID: 15237878.

Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008. Epub 2016 Jan 20. PMID: 26849030.

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 Dec;110(6):510-4. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.07.007. Epub 2013 Oct 29. PMID: 24182897.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004 Jun;20(5):449-56. doi: 10.1016/j.dental.2003.05.002. PMID: 15081551.

Henriques B, Fabris D, Souza JCM, Silva FS, Mesquita-Guimarães J, Zhang Y, et al. Influence of interlayer design on residual thermal stresses in trilayered and graded all-ceramic restorations. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017 Feb 1;71:1037-1045. doi: 10.1016/j.msec.2016.11.087. Epub 2016 Nov 25. PMID: 27987657; PMCID: PMC5262494.

Inokoshi M, Shimizubata M, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Minakuchi S, et al. Impact of sandblasting on the flexural strength of highly translucent zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021 Mar;115:104268. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104268. Epub 2020 Dec 13. PMID: 33338964.

Inokoshi M, Vanmeensel K, Zhang F, De Munck J, Eliades G, Minakuchi S, Naert I, Van Meerbeek B, Vleugels J. Aging resistance of surface-treated dental zirconia. *Dent Mater.* 2015 Feb;31(2):182-94. doi: 10.1016/j.dental.2014.11.018. Epub 2015 Jan 5. PMID: 25572860.

Inokoshi M, Shimizu H, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Nagaoka N, et al. Crystallographic and morphological analysis of sandblasted highly translucent dental zirconia. *Dent Mater*. 2018 Mar;34(3):508-518. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.008. Epub 2018 Jan 8. PMID: 29325861.

Janyavula S, Lawson N, Cakir D, Beck P, Ramp LC, Burgess JO. The wear of polished and glazed zirconia against enamel. *J Prosthet Dent*. 2013 Jan;109(1):22-9. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60005-0. Erratum in: *J Prosthet Dent*. 2015 Jul;114(1):159. Lawson, Nathaniel [corrected to Lawson, Nathaniel C]. PMID: 23328193.

Kaizer MR, Kolakarnprasert N, Rodrigues C, Chai H, Zhang Y. Probing the interfacial strength of novel multi-layer zirconias. *Dent Mater*. 2020 Jan;36(1):60-67. doi: 10.1016/j.dental.2019.10.008. Epub 2019 Nov 12. PMID: 31727444; PMCID: PMC6935426.

Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2009 Nov;1(3):113-7. doi: 10.4047/jap.2009.1.3.113. Epub 2009 Nov 30. PMID: 21165265; PMCID: PMC2994687.

Kumchai H, Juntavee P, Sun AF, Nathanson D. Effect of Glazing on Flexural Strength of Full-Contour Zirconia. *Int J Dent*. 2018 Feb 5;2018:8793481. doi: 10.1155/2018/8793481. PMID: 29666648; PMCID: PMC5832119.

Mao L, Kaizer MR, Zhao M, Guo B, Song YF, Zhang Y. Graded Ultra-Translucent Zirconia (5Y-PSZ) for Strength and Functionalities. *J Dent Res*. 2018 ct;97(11):1222-1228. doi: 10.1177/0022034518771287. Epub 2018 Apr 25. PMID: 29694258; PMCID: PMC6151910.

Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010 Apr;26(4):345-52. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.005. Epub 2010 Jan 4. PMID: 20047757.

Mochales C, Maerten A, Rack A, Cloetens P, Mueller WD, Zaslansky P, et al. Monoclinic phase transformations of zirconia-based dental prostheses, induced by clinically practised surface manipulations. *Acta Biomater*. 2011 Jul;7(7):2994-3002. doi: 10.1016/j.actbio.2011.04.007. Epub 2011 Apr 16. PMID: 21515417.

Monteiro JB, Riquieri H, Prochnow C, Guilardi LF, Pereira GKR, Borges ALS, et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater*. 2018 Jun;34(6):891-900. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.004. Epub 2018 Mar 24. PMID: 29588077.

Nakamura K, Harada A, Inagaki R, Kanno T, Niwano Y, Milleding P, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. *Acta Odontol Scand*. 2015;73(8):602-8. doi: 10.3109/00016357.2015.1007479. Epub 2015 Jan 30. PMID: 25635734.

Niu X, Rahbar N, Farias S, Soboyejo W. Bio-inspired design of dental multilayers: experiments and model. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009 Dec;2(6):596-602. doi: 10.1016/j.jmbbm.2008.10.009. Epub 2008 Nov 13. PMID: 19716103.

Ntala P, Chen X, Niggli J, Cattell M. Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates. *J Dent*. 2010 Oct;38(10):773-81. doi: 10.1016/j.jdent.2010.06.008. Epub 2010 Jun 25. PMID: 20600558.

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater*. 2009 Feb;25(2):172-9. doi: 10.1016/j.dental.2008.05.012. Epub 2008 Jul 14. PMID: 18620746.

Pape FW, Pfeiffer P, Marx R. Haftfestigkeit von geätztem In-Ceram(R) an Zahnschmelz [Bond strength of etched In-Ceram(R) to tooth enamel]. *ZWR*. 1991 Jul;100(7):450-3. German. PMID: 1950183.

Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Oper Dent*. 2010 Nov-Dec;35(6):689-96. doi: 10.2341/10-157-L. PMID: 21180009.

Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Sep;85:57-65. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.05.029. Epub 2018 May 23. PMID: 29857261.

Piasek JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2009 Sep;25(9):1116-21. doi: 10.1016/j.dental.2009.03.008. Epub 2009 Apr 18. PMID: 19376572; PMCID: PMC2720441.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/s0142-9612(98)00010-6. PMID: 9916767.

Prochnow C, Venturini AB, Guilardi LF, Pereira GKR, Burgo TAL, Bottino MC, et al. Hydrofluoric acid concentrations: Effect on the cyclic load-to-failure of machined lithium disilicate restorations. *Dent Mater*. 2018 Sep;34(9):e255-e263. doi: 10.1016/j.dental.2018.06.028. Epub 2018 Jul 19. PMID: 30031547.

Ramos GF, Monteiro EB, Bottino MA, Zhang Y, Marques de Melo R. Failure Probability of Three Designs of Zirconia Crowns. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2015 Nov-Dec;35(6):843-9. doi: 10.11607/prd.2448. PMID: 26509988; PMCID: PMC4671273.

Ramos NC, Kaizer MR, Campos TMB, Kim J, Zhang Y, Melo RM. Silica-Based Infiltrations for Enhanced Zirconia-Resin Interface Toughness. *J Dent Res*. 2019 Apr;98(4):423-429. doi: 10.1177/0022034518819477. Epub 2019 Feb 14.

Reis AFNE, Ramos GF, Campos TMB, Prado PHCO, Vasconcelos G, Borges ALS, de Melo RM. The performance of sol-gel silica coated Y-TZP for veneered and monolithic dental restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Feb;90:515-522. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.09.023. Epub 2018 Sep 27. PMID: 30453115.

Ren L, Janal MN, Zhang Y. Sliding contact fatigue of graded zirconia with external esthetic glass. *J Dent Res*. 2011 Sep;90(9):1116-21. doi: 10.1177/0022034511412075. Epub 2011 Jun 10. PMID: 21666105; PMCID: PMC3169883.

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 Jul-Aug;20(4):383-8. PMID: 17695869.

Samodurova A, Kocjan A, Swain MV, Kosmač T. The combined effect of alumina and silica co-doping on the ageing resistance of 3Y-TZP bioceramics. *Acta Biomater*. 2015 Jan;11:477-87. doi: 10.1016/j.actbio.2014.09.009. Epub 2014 Sep 16. PMID: 25234155.

Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater*. 2009 Jun;5(5):1668-77. doi: 10.1016/j.actbio.2008.12.016. Epub 2009 Jan 9. PMID: 19201268.

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int*. 2017;48(5):369-380. doi: 10.3290/j.qi.a38057. PMID: 28396886.

Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Shahramian K, Lassila L. Effect of different treatments on the flexural strength of fully versus partially stabilized monolithic zirconia. *J Prosthet Dent*. 2017 Aug;118(2):216-220. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.10.031. Epub 2017 Jan 31. PMID: 28159339.

Tan JP, Sederstrom D, Polansky JR, McLaren EA, White SN. The use of slow heating and slow cooling regimens to strengthen porcelain fused to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2012 Mar;107(3):163-9. doi: 10.1016/S0022-3913(12)60050-X. PMID: 22385692.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):71-82. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.022. Epub 2010 Nov 20. PMID: 21094526; PMCID: PMC3046396.

Toyama DY, Alves LMM, Ramos GF, Campos TMB, de Vasconcelos G, Borges ALS, de Melo RM. Bioinspired silica-infiltrated zirconia bilayers: Strength and interfacial bonding. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Jan;89:143-149. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.09.013. Epub 2018 Sep 14. PMID: 30273833.

Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Özcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J*. 2013 Jun;58(2):183-91. doi: 10.1111/adj.12065. PMID: 23713638.

Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont*. 2007 Jan-Feb;20(1):70-2. PMID: 17319367.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JA, Correr-Sobrinho L. Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength. *Oper Dent*. 2012 Mar-Apr;37(2):181-7. doi: 10.2341/10-220-L. Epub 2011 Dec 14. PMID: 22166107.

Villefort RF, Amaral M, Pereira GK, Campos TM, Zhang Y, Bottino MA, Valandro LF, de Melo RM. Effects of two grading techniques of zirconia material on the fatigue limit of full-contour 3-unit fixed dental prostheses. *Dent Mater*. 2017 Apr;33(4):e155-e164. doi: 10.1016/j.dental.2016.12.010. Epub 2017 Jan 21. PMID: 28118929; PMCID: PMC5359063.

Yener ES, Ozcan M, Kazazoğlu E. The effect of glazing on the biaxial flexural strength of different zirconia core materials. *Acta Odontol Latinoam*. 2011;24(2):133-40. PMID: 22165310.

Yoshimura M. Phase stability of zirconia. *Am Ceram Soc Bull* 1988;67:1950-5.
Zhang Y, Ma L. Optimization of ceramic strength using elastic gradients. *Acta Mater*. 2009 May 1;57(9):2721-2729. doi: 10.1016/j.actamat.2009.02.037.

Zhang Q, Du Q, Hua M, Jiao T, Gao F, Pan B. Sorption enhancement of lead ions from water by surface charged polystyrene-supported nano-zirconium oxide composites. *Environ Sci Technol*. 2013 Jun 18;47(12):6536-44. doi: 10.1021/es400919t. Epub 2013 Jun 5. PMID: 23706042.

Zhang Y, Kim JW. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater*. 2009 Jun;25(6):781-90. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.002. Epub 2009 Feb 1. PMID: 19187955; PMCID: PMC2729131.

Zhang Y, Chai H, Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res*. 2012 Mar;91(3):311-5. doi: 10.1177/0022034511434356. Epub 2012 Jan 9. PMID: 22232142; PMCID: PMC3275336.

Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res*. 2018 Feb;97(2):140-147. doi: 10.1177/0022034517737483. Epub 2017 Oct 16. PMID: 29035694; PMCID: PMC5784474.