

RESSALVA

Atendendo a solicitação do(a) autor(a), o texto completo desse trabalho será disponibilizado no repositório a partir de 30/08/2025.



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

BEATRIZ SERRALHEIRO DA CRUZ

**ENERGIA PARA FRATURA DA INTERFASE DE UMA ZIRCÔNIA
MULTICAMADAS EM MODO MISTO DE TESTE**

2024

BEATRIZ SERRALHEIRO DA CRUZ

**ENERGIA PARA FRATURA DA INTERFASE DE UMA ZIRCÔNIA
MULTICAMADAS EM MODO MISTO DE TESTE**

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 (A), pelo Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIAS APLICADAS À SAÚDE BUCAL.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais e técnicas em odontologia restauradora

Orientadora: Pesq. II Dra. Renata Marques de Melo Marinho

São José dos Campos

2024

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2024]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Cruz, Beatriz Serralheiro da
Energia para fratura da interfase de uma zircônia multicamadas em modo misto de teste / Beatriz Serralheiro da Cruz. - São José dos Campos : [s.n.], 2024.
59 f. : il.

Dissertação (Mestrado) - Pós-Graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2024.

Orientadora: Renata Marques de Melo.

1. Zircônia multicamadas. 2. Tenacidade. 3. Zona de transição. 4. Interfase. 5. Brazil-nut. I. Melo, Renata Marques de, orient. II. Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - UNESP. IV. Universidade Estadual Paulista (UNESP). V. Título.

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

Esta pesquisa tem um impacto significativo na área da odontologia restauradora, ao explorar detalhadamente a tenacidade à fratura da zona de interfase de zircônias multicamadas, ao demonstrar que a resistência interfásica é mais frágil sob tensões de tração do que cisalhamento e que o envelhecimento hidrotérmico não compromete essa resistência. Além disso, esta pesquisa contribui para o entendimento das propriedades mecânicas das zircônias multicamadas, incentivando futuras investigações e inovações tecnológicas no campo da odontologia.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

This research has a significant impact on the field of restorative dentistry, by exploring in detail the fracture toughness of the interphase zone of multilayer zirconias, by demonstrating that interphase strength is more fragile under tensile than shear stresses and that hydrothermal ageing does not compromise this strength. In addition, this research contributes to the understanding of the mechanical properties of multilayer zirconias, encouraging future research and technological innovation in the field of dentistry.

BANCA EXAMINADORA

Pesq. II Dra. Renata Marques de Melo Marinho (Orientadora)

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante

Universidade de São Paulo (USP)

Faculdade de Odontologia de Bauru

Campus de Bauru

Prof. Dr. Alexandre Luís Souto Borges

Universidade Estadual Paulista (UNESP)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 30 de agosto de 2024.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a **Denise Serralheiro**, minha mãe, que me proporcionou uma base sólida de criação, me permitindo encontrar e me incentivando a abraçar as boas oportunidades que tive nessa vida. Se não fosse pelo seu amor e apoio incondicional, eu não seria nada. Obrigada mãe, por tudo o que você foi e é para mim. Essa conquista é nossa.

Dedico ao meu pai, **Wilson Roberto da Cruz** (*in memoriam*), que partiu desse mundo cedo demais para ver as minhas conquistas, que também são nossas. Você vive em mim, no meu irmão, e nas crianças. Sei que nos protege e nos guia de onde estiver.

Dedico a **Gabriela Garcia Passos**, minha namorada, quem aprendo todos os dias sobre amor e cumplicidade, construo sonhos e compartilho bons e maus momentos. Está sempre me trazendo leveza e apoio incondicional. Essa etapa é apenas uma entre tantas que conquistaremos juntas.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a **Deus**, que me guia e me protege, me dá forças e me faz seguir em frente nos momentos mais difíceis; faz as pessoas certas cruzarem o meu caminho e me abençoa com todas as oportunidades que tive e terei nessa vida. Graças a ele, eu nasci na família em que nasci, e sou quem sou hoje. Obrigada Senhor, pela minha vida, minha saúde e pelo meu entorno.

Próximo ao final do meu mestrado, completo 10 anos nessa que é a minha segunda casa, o **Instituto de Ciência e Tecnologia da Unesp de São José dos Campos**. Foram incontáveis os aprendizados e o crescimento que tive aqui. Faltam palavras para agradecer a cada parte constituinte dessa instituição. Cada funcionário, professor, clínica ou laboratório. São muitas histórias construídas, a marca que a Unesp tem na minha vida é profunda em todos os aspectos. Tenho grande orgulho em fazer parte de uma das melhores escolas de odontologia do Brasil e do mundo, e ainda grande referência em prótese e materiais dentários – minha área de concentração. Só tenho a agradecer, por estar alcançando mais uma conquista profissional nessa instituição.

Acredito que nada é por acaso nessa vida, e ter nascido na família em que nasci é o que me faz ser quem sou. Portanto agradeço a toda a minha família. Agradeço a todos que vieram antes de mim, que criaram o terreno, enfrentaram dificuldades e foram contra as probabilidades. É graças a vocês que estou aqui, e quero fazer minha parte e deixar um terreno ainda melhor para que os que vierem nas próximas gerações, possam alçar vôos ainda mais altos. Obrigada **Rafael**, meu irmão e **Thiene**, minha cunhada, que nos presentearam com duas crianças maravilhosas, **Jorge e Maya**, que trazem alegria para nossas vidas. Obrigada a minha avó **Cira** e ao meu tio **Beto** que sempre me deram todo amor, carinho e admiração.

Tive o privilégio de ter grandes amigos ao longo da minha jornada, que em muitas vezes são também a minha família. Alguns deles marcaram pontos específicos da minha vida, e outros cruzaram vários deles. Agradeço a todos os meus amigos de república que me trouxeram um ambiente gostoso de se viver, deixando mais leve o meu dia-a-dia. Agradeço aos meus amigos de infância, que nunca saíram do meu

lado, sempre estiveram presentes e compartilhando bons momentos. Agradeço às amigas que fiz ou que fortaleci laços ao longo da minha trajetória na pós-graduação, **Alinne, Génesis, Talita**. Agradeço também aos meus amigos que além da pós, compartilharam vivências inesquecíveis de forma fraternal ao meu lado: **Caíque**, que já estava ao meu lado desde a graduação, e continuou sendo um grande irmão e porto seguro em todas as fases, e **Elisa Aboucauch**, que passou de colega de pós-graduação para amiga/irmã, uma grande parceira em diversas situações da vida, desde a república até o intercâmbio no mesmo país. Além de todos os amigos e colegas que cruzei o caminho ao longo desses anos de graduação e pós-graduação.

Tenho imensa gratidão à minha orientadora, **Professora Renata M. Melo**, que me incentivou a seguir em frente, me trouxe diversos ensinamentos, pensamento crítico e grande conhecimento sobre pesquisa em materiais odontológicos. Uma orientadora presente, ética e participativa. Agradeço professora, por nunca ter soltado minha mão, apoiado minhas ideias e valorizado o meu trabalho. Se estou aqui hoje, é porque por trás de todo sucesso existem grandes mentores.

Meu mestrado não teria sido o mesmo sem uma das maiores oportunidades que tive na minha vida – a de fazer um intercâmbio, um estágio em pesquisa em uma das instituições mais renomadas do mundo. Agradeço ao **Academic Centre for Dentistry Amsterdam (ACTA)** e todos os professores que tão bem me receberam ao longo dos 6 meses que passei nos Países Baixos, **Cees Kleverlaan, Amanda Dal Piva, João Tribst, Albert Feilzer**, além de todo o corpo técnico e colegas da pós-graduação. Tenho orgulho por ter sido parte integrante de uma equipe tão organizada e renomada como esta, em um ambiente que me permitiu encontrar a minha melhor versão profissional. Tive a felicidade de compartilhar esses momentos com grandes amigos, meus gaúchos queridos, **Rafaela Pilecco, Isabella Lena, Gabriela Ortigara e Lucas Saldanha**. Vocês trouxeram leveza ao compartilharem comigo as felicidades e dificuldades da vida de expatriado. Obrigada por cada momento juntos.

Agradeço à minha banca avaliadora, composta pelos professores **Estevam Augusto Bonfante e Alexandre Luiz Souto Borges**, por terem aceitado o meu convite e por dedicarem um tempo tão valioso e disposição para lerem e contribuírem com o nosso trabalho de pesquisa, além de serem grandes referências no campo de pesquisa de materiais odontológicos. É uma honra poder contar com nomes tão relevantes na nossa área nesta ocasião.

Agradeço ao **Programa de Pós-graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal – CASB**, em nome de seu atual coordenador, **Prof Alexandre Luiz Souto Borges**, principalmente na especialidade de **Prótese Dentária**, por construírem um programa sólido e ambicioso, que é berço de formação de grandes profissionais. Aos professores **Marco Antônio Bottino**, que construiu nosso laboratório e não mede esforços para que sejamos uma equipe forte, e **Guilherme Saavedra** que me supervisionou durante o estágio docência na disciplina de Implantodontia, confiando em mim e trazendo grandes aprendizados sobre o que há de mais moderno na odontologia. É uma honra fazer parte desse time. Obrigada a todos os professores do programa, por todos os ensinamentos!

Agradeço a todos os membros do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** da Unesp São José dos Campos, a **Juliana** (secretária), que é sempre solícita e nos ajuda de diversas formas, aos técnicos **Thaís, Marcio, Marco Alfredo, Lilian** e **Fernandinho**, cada um do seu jeito, grandes personalidades, nos acompanhando e auxiliando nas práticas do dia-a-dia.

Agradeço à **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP**, pela concessão de uma bolsa no país (#2022/10077-0) e uma bolsa no exterior (#2023/01337-0). Em um país onde a pesquisa científica é pouco valorizada, instituições como a FAPESP são essenciais para o avanço e inovação em diversas áreas do conhecimento.

E por fim, agradeço às pessoas que são a minha base no dia-a-dia, minha mãe, **Denise Serralheiro**, por toda a base emocional, financeira e motivacional que me deu até hoje, não medindo esforços para me ver bem e feliz, e à minha namorada, **Gabriela Garcia Passos**, que compartilha sonhos e realizações ao meu lado, faz meus dias mais leves e nunca solta minha mão. Eu amo vocês.

Obrigada à todos que fazem parte da minha história!

"Para ter sucesso, o primeiro passo é confiar em si mesmo. Para ser feliz, é essencial ser grato pelo que se tem." Ralph Waldo Emerson

RESUMO

Cruz BS. Energia para fratura da interfase de uma zircônia multicamadas em modo misto de teste. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2024.

As zircônias odontológicas são notadamente conhecidas por suas propriedades biomecânicas, e evoluíram de um material branco e opaco para um material com gradiente de translucidez e múltiplas indicações clínicas. Dentre a última geração destes materiais, estão as zircônias multicamadas gradadas, que possuem um gradiente microestrutural com gradação de ítria. A zona de transição, ou interfase, entre essas camadas ainda é pouco descrita pela literatura. O presente estudo se dá diante da hipótese de que a interfase seja uma zona frágil das zircônias multicamadas, e investiga a energia necessária para separá-las, ou seja, a tenacidade à fratura da interfase. Espécimes do tipo *Brazil-nut* foram confeccionados para o cálculo da energia necessária para a fratura interfásica em diferentes angulações da zircônia multicamadas, verificando modalidades de falhas mistas, por tração ou por cisalhamento em testes de compressão, utilizando 3Y-TZP e 5Y-PSZ puras como controle. Os grupos foram divididos de acordo com a zircônia testada, o ângulo de teste e o envelhecimento hidrotérmico; a tenacidade à fratura da interfase se deu em N/m. Os espécimes fraturados foram submetidos à uma análise fractográfica detalhada, com classificação dos tipos de falha, caracterização em MEV e EDS. Os resultados dos testes da multicamadas foram submetidos ao teste ANOVA de 2 fatores, indicando diferença estatística entre os ângulos, mas não quanto ao envelhecimento. O teste post-hoc de Tukey revelou que a energia para fratura interfásica em 25°, predominantemente por força de cisalhamento, é significativamente maior do que os demais grupos [baseline: 964,74 (\pm 202,43); envelhecido: 1389,12 (\pm 978,47) N/m], exceto quando comparado a 15° [baseline: 1006,09 (\pm 373,13); envelhecido: 798,43 (\pm 108,67) N/m], que não difere estatisticamente de nenhum dos outros grupos. Os valores da energia interfásica para fratura de uma zircônia multicamadas se mostraram intermediários entre a 5Y-PSZ e a 3Y-TZP, sem diferença significativa da multicamadas com a 3Y-TZP e ambas com diferença significativa para a 5Y-PSZ. A tenacidade à fratura da interfase de uma zircônia multicamadas, uma importante propriedade para o bom desempenho clínico do material, não foi afetada pelo envelhecimento hidrotérmico e é menor sob tensões de tração do que de cisalhamento. Os padrões de fratura variaram mas não houve diferenças em comparação aos grupos controle.

Palavras-chave: zircônia multicamadas; tenacidade; zona de transição; interfase; *Brazil-nut*.

ABSTRACT

Cruz BS. Energy for interphase fracture of a multilayered zirconia in mixed test mode. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2024.

Dental zirconias are well known for their biomechanical properties, and have evolved from a white, opaque material to one with a gradient of translucency and multiple clinical indications. Among the latest generation of these materials are graded multilayer zirconias, which have a microstructural gradient with yttria gradation. The transition zone, or interphase, between these layers is still poorly described in the literature. This study is based on the hypothesis that the interphase is a fragile zone in multilayer zirconias, and investigates the energy required to separate them, i.e. the fracture toughness of the interphase. Brazil-nut specimens were made to calculate the energy required for interphase fracture at different angles of the multilayer zirconia, checking for mixed, tensile or shear failure modes in compression tests, using pure 3Y-TZP and 5Y-PSZ as a control. The groups were divided according to the zirconia tested, the test angle and hydrothermal ageing; the fracture toughness of the interphase was measured in N/m. The fractured specimens were subjected to detailed fractographic analysis, with classification of failure types, SEM and EDS characterization. The results of the multilayer tests were submitted to the 2-way ANOVA test, indicating a statistical difference between the angles, but not in terms of aging. Tukey's post-hoc test revealed that the energy for interphase fracture at 25°, predominantly by shear force, is significantly higher than the other groups [baseline: 964.74 (\pm 202.43); aged: 1389.12 (\pm 978.47) N/m], except when compared to 15° [baseline: 1006.09 (\pm 373.13); aged: 798.43 (\pm 108.67) N/m], which does not differ statistically from any of the other groups. The interphase energy values for fracture of a multilayer zirconia were intermediate between 5Y-PSZ and 3Y-TZP, with no significant difference between the multilayer and 3Y-TZP and both with a significant difference for 5Y-PSZ. The fracture toughness of the interphase of a multilayer zirconia, an important property for the good clinical performance of the material, was not affected by hydrothermal ageing and is lower under tensile than shear stresses. Fracture patterns varied but there were no differences compared to the control groups.

Keywords: multilayer zirconia; toughness; transition zone; interphase; Brazil-nut.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DE LITERATURA	17
2.1 Zircônio ou zircônia?	17
2.1.1 Zircônia parcialmente estabilizada (PSZ)	18
2.1.2 A evolução das zircônias odontológicas	18
2.1.3 Zircônias policromáticas e multicamadas	20
2.2 Energia para fratura da interfase	21
3 PROPOSIÇÃO	23
4 MATERIAL E MÉTODOS	24
4.1 Design de estudo	25
4.2 Preparação das amostras	25
4.2.1 Sinterização	26
4.3 Envelhecimento em reator hidrotérmico	27
4.4 Teste para o cálculo da energia da fratura da interfase	27
4.5 Análise fractográfica	30
4.5.1 Classificação pelos tipos de falha	30
4.5.2 Análise microscópica	31
4.5.3 Espectroscopia por dispersão em energia (EDS)	31
4.6 Difração de raios-X (DRX)	32
4.7 Análise estatística	32
5 RESULTADOS	34
5.1 Energia para fratura da interfase	34
5.2 Análise fractográfica	36
5.2.1 Classificação pelos tipos de falha	37
5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	40
5.2.3 Espectroscopia por dispersão em energia (EDS)	43
5.3 Correlação - energia para fratura da interfase X tipos de falha	45
5.4 Difração de raios-X (DRX)	46
6 DISCUSSÃO	47
7 CONCLUSÃO	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

A odontologia restauradora, especialmente no ramo de prótese dentária, é responsável por uma alta movimentação econômica e bastante lucrativa, sendo que até pequenas melhorias nos materiais e nos seus processos de fabricação, bem como nas tecnologias envolvidas nesse processo, podem ter alto impacto econômico, tanto para os fornecedores como para os pacientes. A tecnologia CAD/CAM (“*computer-aided-design/computer-aided-manufacturing*”), especialmente em *chairside* (Wiedhahn et al., 2016), junto com o processamento e sinterização rápida (Kaizer et al., 2017), permitiu que a fabricação de restaurações fosse automatizada, em um tempo curto e alcançando alta precisão. O grande objetivo da indústria e da ciência dos materiais dentários é o desenvolvimento de materiais com estética excelente e de longa durabilidade, com tempo de processamento e custos reduzidos (Zhang and Lawn, 2018).

As cerâmicas odontológicas são materiais versáteis, com múltiplas indicações clínicas, desde restaurações parciais em um único dente, até reabilitações completas. Dentre eles, existem as cerâmicas vítreas, compostas por uma matriz vítrea com diferentes tipos de partículas imersas; e as cerâmicas policristalinas, que são compostas por um conglomerado de diferentes tipos de grãos, formando um sólido ácido-resistente (Kelly, 2008). As cerâmicas não tem a mesma tenacidade ou capacidade de deformação plástica que os metais e polímeros (Cesar et al., 2017), o que significa que uma trinca ou falha nesse material tendem a se propagar até a sua falha catastrófica. As restaurações dentárias devem sobreviver a forças mastigatórias que possam exceder 500 N em um ambiente hostil como o ambiente oral, e as fraturas que ocorrem ao longo do tempo podem vir de uma variedade de modos de falha (Zhang et al., 2013; Zhang and Lawn, 2018).

As zircônias odontológicas são um tipo de cerâmica policristalina, que são usadas em trabalhos protéticos confeccionados atualmente através principalmente da manufatura subtrativa. Existem diversas variantes das zircônias, dependendo de sua configuração microestrutural e estabilizadores. Esses materiais começaram a ser desenvolvidos no mercado odontológico com uma alta resistência mecânica e baixa translucidez, com uma apresentação branca e opaca, o que os tornava ineficientes para o seu uso monolítico, principalmente em reabilitações em regiões estéticas. No

entanto, esses materiais apresentam importantes vantagens, como uma excelente biocompatibilidade, alta resistência a flexão e a corrosão, e ainda uma facilidade na manufatura. Logo, é um material que despertou grande interesse pela indústria e academia, sendo alvo de diversas pesquisas e grandes desenvolvimentos nos últimos anos (Garvie et al., 1975; Green et al., 1989; Zhang and Lawn, 2018).

Para que a zircônia odontológica atinja um bom potencial de aproveitamento clínico, a sua composição é uma combinação de óxido de zircônio (ZrO_2) e óxido de ítrio (Y_2O_3), bem como outros componentes em menor quantidade, como o óxido de alumínio e óxido de háfnio (HfO_2 , Al_2O_3). As primeiras gerações de zircônia foram estabilizadas com 3 mol% de óxido de ítrio, sendo conhecidas como 3Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria), e com uma microestrutura composta principalmente por grãos tetragonais, que são menores, formam uma estrutura bastante resistente e transmitem pouca luz.

A primeira solução para a alta opacidade das primeiras gerações de zircônia, foram as aplicações de porcelana sobre uma infra-estrutura de 3Y-TZP (Rekow et al., 2007), porém essas combinações de materiais em dupla camada eram vulneráveis ao lascamento e delaminação, o que era exacerbado por estresses térmicos residuais. Algumas soluções foram tentadas, como a fresagem separada da infraestrutura e da cerâmica de recobrimento (Vita Rapid Layer technology) ou queima de fusão (Ivoclar IPS e.max CAD-on technology), porém continuaram sem solucionar de fato os problemas das bicamadas. A solução seria mesmo o uso desse material de forma monolítica (Zhang and Lawn, 2018).

Para uma boa compreensão acerca desta classe de materiais, é de suma importância o reconhecimento da sua microestrutura, que é composta por diferentes tipos de grãos – tetragonais (t), monoclinicos (m) e cúbicos (c). Os grãos monoclinicos são presentes no material em temperatura ambiente, quando nenhum estabilizante (como o óxido de ítrio) é adicionado. As 3Y-TZP são compostas majoritariamente por grãos tetragonais (em torno de 85%) que são suscetíveis ao envelhecimento hidrotérmico e podem se transformar em monoclinicos. Essa transformação (t→m) pode ocorrer em duas situações: (1) transformação martensítica – quando um estresse ocorre sobre a superfície, como a propagação de uma trinca, e é benéfica ao material, uma vez que o aumento volumétrico decorrente da transformação do grão tetragonal para o monoclinico acaba por suprimir a propagação desta trinca,

tenacificando o material; ou (2) degradação em baixas temperaturas (LTD) – quando em um longo período de tempo em meio aquoso e em baixa temperatura (envelhecimento hidrotérmico), os grãos tetragonais superficiais se transformam em monoclinicos e se destacam da superfície, gerando poros e defeitos superficiais, que degradam o material a longo prazo (Garvie et al., 1975; Green et al., 1989; Denry and Kelly, 2008; Zhang and Lawn, 2018; Cesar et al., 2024).

Com a adição de maiores concentrações de ítria, a sua microestrutura já passa a ser estabilizada com mais grãos cúbicos, que permitem melhor passagem de luz, porém com menor resistência. Assim, com o avanço da tecnologia desses materiais, surgiram as Y-PSZ (zirconia parcialmente estabilizada por ítria) (Ban, 2021). As 4Y- e 5Y-PSZ, por terem uma quantidade maior de grãos cúbicos, com maior quantidade de estabilizante, são menos suscetíveis à transformação $t \rightarrow m$. Ou seja, tendem a ser menos degradáveis ao longo prazo, e menos tenazes à fratura (Pereira et al., 2016).

Com a evolução deste material, foram criadas as zircônias multicamadas, que trazem consigo a intenção de mimetizar a gradual transição de cores dos elementos dentários em peças monolíticas (Kolakarnprasert et al., 2019; Kaizer et al., 2020; Michailova et al., 2020). Essas zircônias podem ser encontradas tanto com uma mesma configuração de grãos ao longo de toda a peça, que varia apenas em pigmentação, bem como com uma configuração gradual dos grãos, chamada pela indústria de “tecnologia de gradiente”. Essa tecnologia, em sua teoria, traz um material com uma zona de “corpo”, que é mais opaca e com maior tenacidade, como a dentina; e uma zona incisal/oclusal, que é mais translúcida, como o esmalte dentário. Para que essa tecnologia fosse alcançada, esses materiais implicam na gradual transição de camadas de 3Y-TZP, 4Y- ou 5Y-PSZ (Michailova et al., 2020; Inokoshi et al., 2023; Strasser et al., 2023).

No entanto, apesar de pertencerem a mesma classe de materiais, essas zircônias são em sua essência materiais com microestruturas diferentes e, quando postos em um material monolítico, podem ter sua interação prejudicada, o que não é totalmente compreendido pela literatura. A sua apresentação comercial, geralmente vem em forma de discos para fresadoras de 5 eixos, que são compostos por uma fina camada de 4Y- ou 5Y-PSZ, uma zona intermediária, que chamaremos de “interfase”, e o restante por uma camada maior de 3Y-TZP (Schönhoff et al., 2021). Essa distribuição das camadas, por não ser simétrica, dificulta a confecção de amostras

deste tipo de material para testes existentes nas normas atuais. Testes de flexão biaxial, flexão de 3 ou 4 pontos, exigem amostras em dimensões específicas para serem válidos. Logo, quando são feitas as amostras das zircônias gradadas comerciais para estes testes, a zona de interfase não fica na região central que é testada, sendo que normalmente é a 3Y-TZP, que é a maior camada, que acaba ficando nessa região. Outra tentativa de estudo dessa interfase, é a confecção de amostras feitas em laboratório (*“in-house”*) para estes testes mais tradicionais. No entanto, essas amostras não reproduzem fielmente a “tecnologia de gradiente” que está sendo comercializada e utilizada hoje no mercado odontológico, sendo espécimes experimentais simplificados, que ajudam na compreensão básica do comportamento dessas interfaces (Pereira et al., 2023).

Espécimes do tipo *“Brazil-nuts”* foram desenvolvidos para o estudo da energia necessária para fratura de interfaces. Eles consistem em espécimes redondos com um entalhe elíptico bem no meio dessas interfaces, que serve como defeito iniciador da fratura. O teste é realizado através da compressão dessas amostras entre dois planos em uma máquina de ensaios universal, e a angulação com que a elipse central é posicionada, irá resultar em diferentes tensões para a iniciação da fratura, podendo ser por forças de tração, mistas, ou por cisalhamento (Zhou et al., 2006; Melo et al., 2011; Ramos et al., 2019; Lopes et al., 2021).

A tenacidade a fratura é uma propriedade mecânica que indica a capacidade de um material em resistir à propagação de trincas, sendo um fator crucial na mecânica da fratura e sendo relacionada à área sob a curva tensão x deformação, ou seja, reflete a quantidade de carga que o material pode suportar antes de falhar. Variáveis como o tempo e o ângulo de aplicação das cargas podem influenciar essa propriedade (Belli et al., 2015; Cesar et al., 2017). A tenacidade a fratura da interfase de uma zirconia multicamadas ainda não foi totalmente elucidada pela literatura, e é importante para prever o bom desempenho clínico deste material.

Diante do exposto, o presente estudo utilizou espécimes do tipo *“Brazil-nuts”* para o estudo da tenacidade a fratura da interfase de uma zirconia multicamadas com tecnologia de gradiente, em diferentes angulações e com envelhecimento hidrotérmico, a fim de elucidar o comportamento da fratura dessa interfase em diferentes cenários.

7 CONCLUSÃO

As zircônias multicamadas com graduação de ítria se apresentam como um material cuja tenacidade à fratura da interfase é intermediária entre uma 3Y-TZP e uma 5Y-PSZ. Essa propriedade não é afetada pelo envelhecimento hidrotérmico deste material, e é maior sob cisalhamento do que sob tração. Os padrões de fratura tendem a ocorrer dentro da interfase ou da interfase para as interfaces com as zirconias puras.

REFERÊNCIAS

- Alshahrani AM, Lim CH, Kim J, Zhang Y. Transient thermal stresses developed during speed sintering of 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dental Materials* 2023;39:522–8. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2023.04.004>.
- Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dental Materials* 2002;18:590–5. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(01\)00095-1](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(01)00095-1).
- Ban S. Classification and Properties of Dental Zirconia as Implant Fixtures and Superstructures. *Materials* 2021;14:4879. <https://doi.org/10.3390/ma14174879>.
- Belli R, Wendler M, Zorzini JI, da Silva LH, Petschelt A, Lohbauer U. Fracture toughness mode mixity at the connectors of monolithic 3Y-TZP and LS2 dental bridge constructs. *J Eur Ceram Soc* 2015;35:3701–11. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.04.022>.
- Cesar PF, Bona A Della, Scherrer SS, Tholey M, van Noort R, Vichi A, et al. ADM guidance—Ceramics: Fracture toughness testing and method selection. *Dental Materials* 2017;33:575–84. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.03.006>.
- Cesar PF, Miranda RB de P, Santos KF, Scherrer SS, Zhang Y. Recent advances in dental zirconia: 15 years of material and processing evolution. *Dental Materials* 2024;40:824–36. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2024.02.026>.
- Chevalier J, Gremillard L, Virkar A V., Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: Lessons learned and future trends. *Journal of the American Ceramic Society* 2009;92:1901–20. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x>.
- Cho M-H, Seol H-J. Effect of High-Speed Sintering on the Optical Properties, Microstructure, and Phase Distribution of Multilayered Zirconia Stabilized with 5 mol% Yttria. *Materials* 2023;16:5570. <https://doi.org/10.3390/ma16165570>.
- Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. 1989.
- Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials* 2008;24:299–307. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.05.007>.
- Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature* 1975;258:703–4. <https://doi.org/10.1038/258703a0>.
- Ghodsi S, Jafarian Z. A Review on Translucent Zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2018;26:62–74. https://doi.org/10.1922/EJPRD_01759Ghodsi13.
- Green DJ, Hannink RHJ, Swain M V. Transformation toughening of ceramics. CRC Press 1989.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain M V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental Materials* 2004;20:449–56. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.05.002>.

Inokoshi M, Liu H, Yoshihara K, Yamamoto M, Tonprasong W, Benino Y, et al. Layer characteristics in strength-gradient multilayered yttria-stabilized zirconia. *Dental Materials* 2023;39:430–41. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2023.03.015>.

Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int* 2017;43:10999–1005. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.05.141>.

Kaizer MR, Kolakarnprasert N, Rodrigues C, Chai H, Zhang Y. Probing the interfacial strength of novel multi-layer zirconias. *Dental Materials* 2020;36:60–7. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.10.008>.

Kelly JR. *Dental Ceramics*. The Journal of the American Dental Association 2008;139:S4–7. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2008.0359>.

Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim DK, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dental Materials* 2019;35:797–806. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.02.017>.

Lopes GRS, Ramos NC, Grangeiro MTV, Matos JDM, Bottino MA, Özcan M, et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. *J Mech Behav Biomed Mater* 2021;120:104547. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104547>.

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007;35:819–26. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2007.07.008>.

Melo RM, Rahbar N, Soboyejo W. Interfacial fracture of dentin adhesively bonded to quartz-fiber reinforced composite. *Materials Science and Engineering: C* 2011;31:770–4. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2011.01.005>.

Mesmar S, Ruse ND. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement—Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. *Journal of Prosthodontics* 2019;28. <https://doi.org/10.1111/jopr.12672>.

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

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

Oesper RE. Martin Heinrich Klaproth 1743-1817. *J Chem Educ* 1959;36:A368. <https://doi.org/10.1021/ed036pA368>.

Oh W, DeLong R, Anusavice KJ. Factors affecting enamel and ceramic wear: A literature review. *J Prosthet Dent* 2002;87:451–9. <https://doi.org/10.1067/mpr.2002.123851>.

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

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

Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, Dapieve KS, Montagner AF, Soares FZM, et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;55:151–63. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.10.017>.

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

Quinn GD. NIST Recommended Practice Guide Fractography of Ceramics and Glasses 2016. <https://doi.org/10.6028/NIST.SP.960-16e2>.

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;98:423–9. <https://doi.org/10.1177/0022034518819477>.

Rekow D, Zhang Y, Thompson V. Can material properties predict survival of all-ceramic posterior crowns? *Compend Contin Educ Dent* 2007;28:362–8; quiz 369, 386.

Rosentritt M, Preis V, Schmid A, Strasser T. Multilayer zirconia: Influence of positioning within blank and sintering conditions on the in vitro performance of 3-unit fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 2022;127:141–5. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2020.11.009>.

Ryshkewitch E. *Oxide Ceramics – Physical Chemistry and Technology*. New York: Academic Press; 1960.

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

Schofield M. *Developments in Zirconium. Anti-Corrosion Methods and Materials* 1978;25:12. <https://doi.org/10.1108/eb007051>.

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

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

Shen JD, Xie HF, Wu XY, Yang JX, Liao MY, Chen C. Evaluation of the effect of low-temperature degradation on the translucency and mechanical properties of ultra-transparent 5Y-TZP ceramics. *Ceram Int* 2020;46:553–9. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.002>.

Shin H-J, Kwon Y-H, Seol H-J. Effect of superspeed sintering on translucency, opalescence, microstructure, and phase fraction of multilayered 4 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and 6 mol% yttria-stabilized partially stabilized zirconia ceramics. *J Prosthet Dent* 2023;130:254.e1-254.e10. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2023.05.014>.

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

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int* 2017;48:369–80. <https://doi.org/10.3290/j.qi.a38057>.

Strasser T, Schmid A, Huber C, Rosentritt M. 4-Unit Molar Fixed Partial Dentures Made from Highly Translucent and Multilayer Zirconia Materials: An In Vitro Investigation. *Ceramics* 2022;5:99–107. <https://doi.org/10.3390/ceramics5010009>.

Strasser T, Wertz M, Koenig A, Koetzsch T, Rosentritt M. Microstructure, composition, and flexural strength of different layers within zirconia materials with strength gradient. *Dental Materials* 2023;39:463–8. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2023.03.012>.

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

Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Effect of zirconia surface treatment on zirconia/veneer interfacial toughness evaluated by fracture mechanics method. *J Dent* 2014;42:808–15. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.04.005>.

Wiedhahn K, Fritzsche G, Wiedhahn C, Schenk O. Zirconia crowns - the new standard for single-visit dentistry? *Int J Comput Dent* 2016;19:9–26.

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

Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res* 2018;97:140–7. <https://doi.org/10.1177/0022034517737483>.

Zhang Y, Sailer I, Lawn BR. Fatigue of dental ceramics. *J Dent* 2013;41:1135–47. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.10.007>.

Zhou J, Huang M, Sagnang F, Soboyejo WO. Interfacial failure of a dental cement composite bonded to glass substrates. *Dental Materials* 2006;22:585–91. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.06.007>.