

RESSALVA

Atendendo solicitação da autora, o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 01/08/2020.



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



Kátia Vieira Cardoso

Efeito da temperatura de sinterização e de envelhecimentos induzidos sobre a microestrutura, propriedades ópticas e resistência à flexão de duas zircônias monolíticas

Araraquara

2018



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



Kátia Vieira Cardoso

Efeito da temperatura de sinterização e de envelhecimentos induzidos sobre a microestrutura, propriedades ópticas e resistência à flexão de duas zircônias monolíticas

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia de Araraquara, para obtenção do título de Doutora em Reabilitação Oral na Área de Prótese.

Orientador: Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho
Coorientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Araraquara

2018

Cardoso, Katia Vieira.

Efeito da temperatura de sintetização e de envelhecimentos induzidos sobre a microestrutura, propriedades ópticas e resistência à flexão de duas zircônias monolíticas / Katia Vieira Cardoso. -- Araraquara: [s.n.], 2018
75 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia
Orientador: Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho
Coorientador: Prof. Dr. Gelson Luís Adabo

1. Zircônio 2. Envelhecimento 3. Resistência de materiais
4. Difração de raios X 5. Fenômenos ópticos. I. Título

Kátia Vieira Cardoso

Efeito da temperatura de sinterização e de envelhecimentos induzidos sobre a microestrutura, propriedades ópticas e resistência à flexão de duas zircônias monolíticas

Comissão julgadora

Banca para obtenção de grau de doutora

Presidente e orientador. Prof. Dr. João Neudenir Ariolli Filho

2º Examinador. Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

3º Examinador. Profa. Dra. Ana Carolina Pero Vizoto

4º Examinador. Prof. Dr. Marcelo Ferraz Mesquita

5º Examinador. Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro

Araraquara, 01 de agosto de 2018.

Kátia Vieira Cardoso

Nascimento

26 de fevereiro de 1985 – São Roque – SP – Brasil.

Filiação

Nelcy Ribeiro Cardoso e Nilton Vieira Cardoso.

2007/2011

Curso de graduação – Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP).

2012/2014

Mestrado em Reabilitação Oral – Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP).

2014/2018

Doutorado em Reabilitação Oral – Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP).

Dedico este trabalho aos meu pais, **Nelcy** e **Nilton** e à minha avó **Natália**, pelo apoio incondicional. Por terem me ensinado o valor da educação, por me mostrarem como ser uma pessoa melhor, sempre! Muito obrigada por tudo!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho.**

Por confiar no meu trabalho, pela generosidade de me dar o espaço necessário para crescer como profissional e ao mesmo tempo compartilhar sua experiência e ensinamentos. Pelo respeito e amizade, que com certeza são recíprocos! Aprendi muito com o sr. e só tenho a agradecer!

Ao meu coorientador, **Prof. Dr. Gelson Luis Adabo.**

Por todo apoio desde o início do projeto, que com certeza não foi somente intelectual. Felizmente durante o curso de doutorado tive a oportunidade de conhecê-lo melhor e posso dizer que minha admiração pelo sr. só cresceu. Obrigada por todo conhecimento compartilhado, obrigada por tudo!

Ao **Eduardo Mariscal Muñoz.**

Meu porto seguro! Sei que posso contar contigo não importa a distância. Obrigada por sempre me apoiar desde o início, em todos os sentidos. Obrigada por não deixar me subestimar, quando achava que não era capaz. Por compartilhar comigo todo seu conhecimento e participar ativamente deste trabalho, isso com certeza foi fundamental! Você é um exemplo de profissional, determinação e caráter a seguir. Sim, lhe-encontrar no meu caminho foi uma das melhores coisas que já aconteceram comigo! De todas as possibilidades que o universo poderia me apresentar, você foi a mais bonita!

AGRADECIMENTOS

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, na pessoa de sua diretora **Prof^a. Dr^a. Elaine Maria Sgavioli Massucato**. Instituição maravilhosa e acolhedora, que foi literalmente minha segunda casa desde a graduação. Depois de tantos anos de aprendizado aqui, tenho muito orgulho em dizer que sou Unespiana! Obrigada por todo suporte, por contribuir enormemente com meu crescimento pessoal e profissional.

Ao **Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral**, representada pela coordenadora, **Prof^a. Dr^a. Ana Claudia Pavarina**, pela oportunidade de realizar meu curso de doutorado.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pela ajuda econômica prestada em forma de bolsa de doutorado.

A **todos os professores da Disciplina de Prótese Total e da Disciplina de Materiais Dentários** da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP-FOAr), pelo companheirismo, por todo aprendizado durante os estágios de docência e pelo exemplo de profissionais que são.

Aos **professores do Curso de Pós-graduação em Reabilitação Oral** da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP-FOAr), que muito contribuíram com minha formação e sempre estiveram com suas portas abertas para me receber.

À **Camila Jabr**, principalmente pela amizade! Por todo apoio neste projeto. Por me deixar te orientar na sua iniciação científica, com tanto respeito. Embora quem mais tenha aprendido em todo esse processo, tenha sido eu! Muito obrigada turquinha!

Às minhas “irmãs” de orientação, **Mariana, Cibele e Amanda!** Obrigada pela amizade e respeito, essenciais dentro de um time.

Aos meus colegas de turma de doutorado, especialmente **Diogo, Maria Silvia e Samira**, obrigada pelo companheirismo nas aulas, clínicas, congressos e pela ajuda sempre que precisei.

Aos **funcionários da FOAr**, em especial aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, sempre prontos a ajudar! Aos funcionários da

biblioteca, pela ajuda essencial com este trabalho. Ao Alexandre e Cristiano por toda pronta ajuda.

Ao **Marcelo Calegari** e **Selma Antônio** pelo grande auxílio com as análises cristalográficas.

Ao **Diego Tita**, por toda ajuda nas análises de MEV.

Agradeço muito à toda minha querida família, **irmãos, cunhados e cunhadas, avó Andrelina, tios e tias, primos e primas** de perto ou longe, por torcerem por mim durante essa caminhada! E aos meus **amigos**, que felizmente são muitos e não caberia aqui citar todos! Que também torceram por mim e me apoiaram.

A **todos** que de alguma forma contribuíram para execução deste trabalho.

Meus mais sinceros agradecimentos a todos!

“A ciência nunca resolve um problema sem criar pelo menos outros dez”.

(George Bernard Shaw)

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar.

Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota”.

(Madre Teresa de Calcutá)

“A menos que modifiquemos nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo”.

(Albert Einstein)

Cardoso KV. Caracterização microestrutural e resistência à flexão de duas zircônias monolíticas após envelhecimento progressivo hidrotérmico, químico e mecânico [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

RESUMO

As zircônias monolíticas foram desenvolvidas como alternativa às próteses feitas com zircônia convencional e devido suas propriedades ópticas melhoradas não necessitam cerâmica de cobertura. Diferentes temperaturas de sinterização bem como processos de envelhecimento, podem influenciar sua microestrutura e propriedades ópticas e mecânicas. Este estudo avaliou como diferentes temperaturas de sinterização e envelhecimentos induzidos afetam a microestrutura, propriedades ópticas e mecânicas das zircônias monolíticas. Para a avaliação das temperaturas de sinterização espécimes em forma de barra (25 mm × 5 mm × 2,1 mm) foram obtidos de uma zircônia totalmente estabilizada (*Prettau Anterior*, Zirkonzahn) e divididos em dois grupos (n=15), de acordo com a temperatura final de sinterização (1450°C ou 1600°C). Os parâmetros ópticos obtidos foram os de refletância média (R), opacidade (O), translucidez (T), soma de absorção e dispersão de luz (A/D) e diferença de cor (ΔE). Foram realizadas as análises em microscopia eletrônica de varredura (MEV) para avaliação microestrutural e de tamanhos de grãos, análise cristalográfica foi feita por meio de difração de raios-x (DRX) e a avaliação mecânica foi através do ensaio de flexão em 3 pontos. Os dados obtidos foram analisados utilizando o teste t-Student. Os resultados mostraram diferença significativa entre os grupos ($p < 0,05$) nos parâmetros R, O, e A/D. A T ($p > 0,05$) e resistência à flexão não apresentaram diferença significativa ($p = 0,378$). O valor de ΔE foi 2,32. O DRX indicou fase cúbica (47,41% para 1450°C; 46,04% para 1600°C) e tetragonal (52,59% para 1450°C; 53,96% para 1600°C). Não foi encontrada fase monoclinica. As imagens de MEV mostraram grãos 4 vezes maiores, além de limites entre os grãos mais definidos no grupo de 1600°C. A avaliação dos envelhecimentos foi realizada primeiramente em espécimes não pintados, através de discos (12 mm Ø e 1,2 mm de espessura) de duas zircônias (*Prettau Anterior* (ZMA) e *Prettau* (ZMP), Zirkonzahn), que foram divididos em 3 grupos (n=15) de acordo com o envelhecimento realizado: hidrotérmico (H), em autoclave, por 28h; químico (Q), em ácido acético a 4% por 300h e mecânico (M), até 2×10^6 ciclos. As propriedades ópticas (parâmetros de R, O, T e A/D), a análise de MEV para avaliação superficial e DRX para obtenção dos padrões de difração foram realizadas antes e após o período final dos envelhecimentos e posteriormente foi realizado o teste de flexão biaxial. Os resultados mostraram que as propriedades ópticas apresentaram alterações parciais dos parâmetros estudados. Na flexão biaxial, ZMP foi significativamente diferente que ZMA em todos os grupos ($p < 0,05$). Entre os grupos do mesmo material ZMP não mostrou diferença significativa entre nenhum dos envelhecimentos e ZMA mostrou diferença significativa apenas do controle para H ($p < 0,05$). Os padrões de DRX mostraram picos constantes para ZMA em todos os grupos e para ZMP houve o surgimento de novos picos sugestivos de fase monoclinica

em todos os grupos. As imagens de MEV em ambos materiais mostraram mudanças como espaçamento entre os grãos, espaços vazios e zonas de nucleação. Os envelhecimentos induzidos também foram testados progressivamente em espécimes pintados, através de discos (12 mm Ø e 1,2 mm de espessura) das zircônias ZMA e ZMP. Os espécimes receberam uma pintura com líquido na cor A3 do mesmo fabricante antes da sinterização e foram divididos em grupos (n=15) como descrito anteriormente, porém com intervalos de análises: (H) nos tempos: 5h, 8h, 12h e 15h, 20h, 24h e 28h; (Q), nos tempos: 90h, 120h, 150 e 180h, 210h, 250h e 300h e (M), nos intervalos de $2,5 \times 10^5$, 5×10^5 , $7,5 \times 10^5$, 1×10^6 , $1,25 \times 10^6$, $1,5 \times 10^6$ e 2×10^6 ciclos. As propriedades ópticas e análises de DRX com quantificação das fases foram realizadas após cada período citado. As imagens de MEV foram feitas no período inicial e final. Os resultados mostraram que as propriedades ópticas mudaram significativamente ($p < 0,05$) conforme os tempos de envelhecimento, exceto para a opacidade da ZMP grupo M. As quantificações de fases cristalinas mostraram que não houve conteúdo monoclinico para ZMA em nenhum grupo e para ZMP houve diminuição progressiva da fase tetragonal e aumento principalmente de fase monoclinica. As imagens de MEV mostraram em ambos materiais, mudanças como espaçamento entre os grãos, espaços vazios e zonas de nucleação. O aumento da temperatura provocou alterações na microestrutura, principalmente no tamanho dos grãos da ZMA e nas propriedades ópticas, exceto para translucidez. A resistência à flexão em 3 pontos não foi afetada. Os diferentes protocolos de envelhecimentos mudaram parcialmente as propriedades ópticas em ambos materiais. A resistência à flexão biaxial foi afetada apenas na ZMA no grupo H em relação ao controle. ZMP foi superior a ZMA em todos os grupos estudados. Os envelhecimentos provocaram mudanças microestruturais semelhantes em ambos materiais.

Palavra-chave: Zircônio. Envelhecimento. Resistência de materiais. Difração de raios X. Fenômenos ópticos.

Cardoso KV. Microstructural characterization and flexural strength of two monolithic zirconia after progressive hydrothermal, chemical and mechanical aging [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

ABSTRACT

Monolithic zirconias has been developed as an alternative for prostheses made with veneering porcelain, because it's improved optical properties. However, sintering conditions and aging process could affect its microstructure, optical and mechanical properties. The aim of this study was to evaluate the effect of different sintering temperatures and aging process on the microstructure, optical and mechanical properties of the monolithic zirconias. Sintering protocols were evaluated using bar-shaped specimens (25 mm × 5 mm × 2.1 mm) of a fully stabilized zirconia (*Prettau Anterior*, Zirkonzahn) divided into two groups (n = 15) according to final sintering temperatures (1450°C and 1600°C). Optical properties parameters of average reflectance (R), opacity (O), translucency parameter (TP), absorption-scattering sum of light (S/A), and color difference (ΔE) were obtained. Scanning electron microscopy (SEM) was conducted for microstructure analysis, crystalline phase quantification was obtained by x-ray diffraction (XRD) and for mechanical performance, three-point bending was performed. Data were analyzed using Student's *t*-test. Significant difference was founded in the R, O, and S/A parameters between groups ($p < 0.05$). TP ($p > 0.05$) and flexural strength ($p = 0,378$) showed no statistical differences. ΔE value was 2.32. XRD indicated cubic (47.41% for 1450°C; 46.04% for 1600°C) and tetragonal content (52.59% for 1450°C; 53.96% for 1600°C). No monoclinic content was found. SEM images showed grains 4 times higher and more definite grain boundaries in the 1600°C group. Aging evaluation was made using discs-shaped specimens (12 mm \varnothing and 1.2 mm of thickness) of two zirconias (*Prettau Anterior* (AMZ) e *Prettau* (PMZ), Zirkonzahn), not painted. Specimens were divided into 3 groups (n=15) according to the aging process: hydrothermal (H), in autoclave for 28h; chemistry (Ch), in 4% acetic acid for 300h and mechanical (M), at 2×10^6 cycles. Optical properties (R, O, TP and S/A parameters), SEM and XDR analyses were made initially and after final aging times. Biaxial bending was made after final aging times. Optical properties showed partial changes in both material for all parameters. Flexural strength of PMZ was significantly higher than AMZ in all groups ($p < 0.05$). Between groups in each material ZMP showed no statistical difference ($p > 0.05$) and AMZ was different only from control to H ($p < 0.05$). XDR showed constants peaks in all groups and PMZ showed emergence of new peaks, suggestive of monoclinic phase in all groups. SEM showed in both materials changes as spacing between the grains, empty spaces and nucleation zones. Induced aging was also progressively tested on painted specimens, using discs-shaped specimens (12 mm \varnothing and 1.2 mm of thickness) of AMZ and PMZ. Before sintering, a painting with A3 liquid color were made, then specimens were divided in groups (n=15) and submitted to the same aging protocols as previously described, but with intervals of analysis. (H): 5h, 8h, 12h e 15h, 20h, 24h and 28h; chemical (Ch): 90h, 120h, 150 e 180h, 210h, 250h and 300h (M): $2,5 \times 10^5$, 5×10^5 , $7,5 \times 10^5$, 1×10^6 , $1,25 \times 10^6$, $1,5 \times 10^6$ e 2×10^6 cycles. Optical properties and XRD were made after each aging time; SEM was made at initial and final aging time. Optical properties showed significant changes ($p < 0.05$) in the aging times, except for opacity at PMZ group M. Crystalline phase quantification indicate no monoclinic content for AMZ in all groups and

PMZ had a progressively tetragonal phase decrease and an increase mainly of monoclinic content. SEM images showed in both materials changes such as spacing between the grains, empty spaces and nucleation zones. Increased sintering temperature led to changes in microstructure, mainly in grain sizes, and optical properties of AMZ, except translucency. Three-point bending resistance was not affected. The different aging protocols partially changed the optical properties in both zirconias. Biaxial flexural strength was different only in AZM from control to H and PZM was superior to AZM in all groups. Microstructural changes was the same in AZM and PZM.

Keywords: Zirconium. Aging. Material resistance. X-Ray diffraction. Optical phenomena.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 PROPOSIÇÃO	19
3 REVISÃO DA LITERATURA	20
3.1 Zircônia Como Cerâmica Odontológica	20
3.2 Zircônias Translúcidas	22
3.3 Temperaturas de Sinterização.....	24
3.4 Envelhecimentos Artificiais.....	25
4 MATERIAL E MÉTODO.....	29
4.1 Avaliação dos Protocolos de Sinterização na ZMA.....	29
4.1.1 Preparação dos espécimes.....	29
4.1.2 Análise das propriedades ópticas	31
4.1.3 Difração de Raios-X.....	32
4.1.4 Análise superficial.....	32
4.1.5 Teste de flexão a 3 pontos.....	32
4.1.6 Análise estatística	33
4.2 Avaliação dos Envelhecimentos em Espécimes Não Pintados de ZMA e ZMP.....	33
4.2.1 Preparação dos espécimes	33
4.2.2 Grupos experimentais.....	34
4.2.3 Análise das propriedades ópticas	36
4.2.4 Difração de Raio-X.....	36
4.2.5 Análise superficial.....	36
4.2.6 Teste de flexão biaxial	37
4.2.7 Análise estatística	37
4.3 Avaliação dos Envelhecimentos Progressivos em Espécimes Pintados de ZMA e ZMP.....	38
4.3.1 Preparação dos espécimes	38
4.3.2 Grupos experimentais e análises	39
4.3.3 Análises estatística	41
5 RESULTADO	42
5.1 Avaliação dos Protocolos de Sinterização na ZMA	42
5.2 Avaliação dos Envelhecimentos em Espécimes Não Pintados de ZMA e ZMP.....	45
5.3 Avaliação dos Envelhecimentos Progressivos em Espécimes Pintados de ZMA e ZMP.....	52

6 DISCUSSÃO	64
7 CONCLUSÃO	69
REFERÊNCIAS	70

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas têm sido muito utilizadas para a confecção de próteses fixas dentárias, devido à crescente demanda estética aliada à função por parte dos pacientes. A zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por óxido de ítria (Y-TZP) neste cenário tem um papel de destaque, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e biocompatibilidade com os tecidos orais; contudo, sua opacidade permite seu uso apenas como infraestrutura das próteses^{1,2}. Já foi reportado que o uso de porcelanas para o recobrimento de tais próteses é uma das causas de falhas, por lascamento, devido às diferenças em propriedades termomecânicas entre os dois materiais^{3,4}.

Neste contexto, as zircônias monolíticas surgiram como uma alternativa para a confecção de próteses fixas, devido às suas melhores propriedades ópticas, não necessitando do recobrimento estético com a porcelana. Por ser um material novo, pouco se sabe sobre o seu desempenho quando exposta ao ambiente bucal.

A zircônia é um composto alotrópico, ou seja, pode apresentar a mesma composição química com diferentes fases cristalinas, que apresentam diferentes arranjos espaciais dos cristais. A forma como o cristal se arranja, influencia diretamente nas propriedades ópticas e mecânicas do material^{5,6}.

Estas fases cristalinas da zircônia se modificam de acordo com a temperatura em que o material se encontra, sendo a fase monoclinica (m), em temperatura ambiente e de até 1170° C; a fase tetragonal (t) de 1170° C até 2370° C e acima desta temperatura a zircônia se encontra na fase cúbica⁷.

Para uso odontológico, a fase tetragonal é especialmente interessante pois é nesta fase que a zircônia apresenta as boas propriedades mecânicas de resistência e tenacidade^{8,9}. Porém, à temperatura ambiente o material se encontra na fase monoclinica, então, para estabilizar a zircônia em fase tetragonal mesmo após seu resfriamento, foram adicionados óxidos metálicos, sendo o óxido de ítria (Y_3O_2) o mais comum¹⁰.

A adição dos óxidos metálicos fez o material tornar-se parcialmente estabilizado na fase tetragonal, contudo, ainda susceptível de uma transformação

dos cristais da fase tetragonal-monoclínica (t-m), quando grandes tensões são geradas¹¹.

O comportamento da Y-TZP frente à propagação de trincas é diferente do reportado em outras cerâmicas odontológicas, devido à transformação martensítica¹²⁻¹⁴, sendo esse um de seus diferenciais. Quando uma tensão na superfície da Y-TZP provoca uma transformação t-m, esta transformação vem acompanhada de uma expansão volumétrica dos cristais da ordem de 4% o que gera uma força compressiva no início das possíveis trincas, fazendo com que a propagação destas não ocorra de maneira progressiva, até a ocorrência de uma falha catastrófica.

Apesar desta propriedade importante, a Y-TZP sofre um processo de degradação diferente na presença de tensões e em ambientes úmidos, como a cavidade oral. Este processo conhecido como “low temperature degradation – LTD”^{9,10,14}, ou degradação à baixa temperatura, é progressivo e irreversível causando irregularidades na superfície do material, devido à dissolução das ligações Zr–O–Zr provocada pela água e preenchimento das vacâncias de oxigênio formadas^{10,14,15} acarretando assim uma transformação t-m. Este processo nas próteses de Y-TZP recobertas por porcelana dificilmente acontece, uma vez que a zircônia permanece protegida da umidade na cavidade oral. Já as zircônias monolíticas não ficam expostas ao meio bucal, pelo uso de uma fina camada de glaze e, pouco se sabe sobre sua susceptibilidade à degradação à baixa temperatura.

Vários fatores influenciam nas propriedades ópticas da Y-TZP e podem explicar sua opacidade. Basicamente, a opacidade e translucidez de uma cerâmica são influenciadas pelo tamanho e isotropia dos cristais¹⁶, poros e impurezas presentes no material e a espessura da cerâmica utilizada¹⁷. Quando um feixe de luz atravessa um meio sólido, como a zircônia, depois de uma reflexão e alguma absorção inicial, parte da luz será perdida por meio de refração e espalhamento (reflexão difusa), que acontecem devido à birrefringência, às porosidades e impurezas do material^{18,19}.

Os grãos tetragonais presentes na Y-TZP, são anisotrópicos, devido à propriedade birrefringente ou birrefrativas dos cristais, isto quer dizer que os grãos tetragonais possuem propriedades físicas diferentes entre si, incluindo os índices de refração de luz.

De acordo com modelo de espalhamento Rayleigh, abordado por Apetz e Bruggen¹⁷, quando a luz incide em um meio birrefringente, quanto menor o tamanho das partículas dispersas, para um dado comprimento de onda, maior é a transmissão de luz através deste meio. Considerando que os grãos de zircônia tetragonais têm tamanhos que variam de 0,2 a 0,8 μm ²⁰ e que são valores maiores que o comprimento de onda da luz visível (400–700 nm) a utilização de grãos tetragonais nanométricos possibilitaria minimizar o efeito da birrefringência na Y-TZP, melhorando assim a transmissão⁵. Esta foi uma das estratégias utilizadas pelos fabricantes para se chegar à uma zircônia mais translúcida.

Outra estratégia para aumentar a translucidez foi através da obtenção de uma zircônia totalmente estabilizada por ítria, aumentando sua concentração e conseqüentemente aumentando o conteúdo da fase cúbica no material¹⁹. Diferentemente dos grãos tetragonais, os grãos cúbicos possuem orientação isotrópica, havendo assim menor interferência na transmissão de luz entre os grãos⁹.

Outra vantagem dos grãos cúbicos é seu tamanho maior que os grãos tetragonais, com menor quantidade de limites entre eles, que também são locais de espalhamento de luz^{17,21}. Apesar desta melhoria nas propriedades ópticas, o aumento no conteúdo de fase cúbica traz questionamentos sobre a performance mecânica da zircônia, uma vez que o efeito da transformação martensítica é diminuído, devido aos grãos cúbicos não propiciarem a transformação de fase tetragonal para monoclinica²⁰.

Sabe-se que diferentes temperaturas de sinterização da zircônia podem influenciar no tamanho de grãos, diâmetros dos poros, microestrutura e no comportamento à degradação à baixa temperatura^{19,21-25} e conseqüentemente propriedades ópticas e mecânicas do material. A degradação à baixa temperatura por si só é um fator que pode afetar as propriedades ópticas e mecânicas da

zircônia²⁶, pois pode favorecer à rugosidade superficial, porosidades e ao envelhecimento acelerado do material¹⁰.

Alguns processos podem ser utilizados a fim de simular um envelhecimento acelerado nas cerâmicas odontológicas, auxiliando muito no entendimento do comportamento deste material a curto, médio e longo prazo. Entre eles, envelhecimento hidrotérmico é um dos processos mais praticados sobretudo nas Y-TZP convencionais^{15,25-28}. O envelhecimento mecânico^{15,29,30}, em meio úmido, também é bastante estudado pois simula o processo da mastigação. Já o envelhecimento químico relatado em alguns trabalhos³¹⁻³³ tem sido utilizado principalmente para avaliar o efeito das variações de pH comumente ocorridas no ambiente oral, nas propriedades destes materiais.

Foi sugerido que os diferentes tipos de zircônias monolíticas são susceptíveis aos processos de envelhecimento de maneiras diferentes, muito possivelmente pelas diferenças encontradas tanto no tamanho quanto no tipo de grãos¹⁹. Assim, é muito importante compreender e acompanhar como estes processos ocorrem não só em condições extremas, mas também a longo prazo.

Considerando que as zircônias monolíticas foram desenvolvidas para alcançar um melhor resultado estético, é de extrema importância saber seu comportamento frente os processos de envelhecimento que simulem o ambiente bucal. Além disso, é importante analisar até que ponto é vantajoso a melhora nas propriedades ópticas em detrimento das propriedades mecânicas, visto que uma das grandes vantagens destes materiais seria o resultado estético proporcionado, sem a necessidade da adição da porcelana de cobertura, aliado ao bom e já conhecido desempenho mecânico das Y-TZPs.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

- O aumento na temperatura de sinterização da ZMA de 1450°C para 1600°C provocou mudanças nas propriedades ópticas, principalmente como consequência do aumento significativo no tamanho de seus grãos.
- A resistência à flexão a 3 pontos da ZMA não foi afetada pelo aumento de temperatura de sinterização.
- A temperatura de sinterização é um fator essencial a se considerar durante o processamento da ZMA, uma vez que interfere diretamente no seu padrão óptico. Sendo a base científica de grande valia para que os fabricantes reflitam sobre seus protocolos recomendados.
- Somente o envelhecimento hidrotérmico foi capaz de diminuir significativamente a resistência à flexão biaxial da ZMA. Enquanto que a resistência à flexão biaxial da ZMP não foi afetada pelos envelhecimentos induzidos.
- Tanto para ZMA quanto para ZMP, todos envelhecimentos foram capazes de alterar as propriedades ópticas, nos espécimes pintados e não pintados.
- Todos os envelhecimentos propostos foram capazes de induzir mudanças microestruturais em ambas zircônias estudadas.
- Os envelhecimentos também foram capazes de provocar mudanças nos conteúdos cristalinos das duas zircônias. Na ZMP houve aumento de conteúdo monoclinico de forma gradual, exceto no grupo de M, no qual houve aumento de fase cúbica. A ZMA não apresentou fase monoclinica em nenhum grupo e apresentou aumento de fase cúbica, principalmente no grupo da ciclagem mecânica.
- Mais estudos, laboratoriais e sobretudo clínicos, são necessários para testar a estabilidade de cor e resistência mecânica das zircônias monolíticas a longo prazo.

REFERÊNCIAS*

1. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 289-98.
2. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 299-307.
3. Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. *Dent Mater.* 2015; 31(3): e63-76.
4. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater.* 2015; 31(6): 603-23.
5. Klimke J, Trunecy M, Krell A. Transparent tetragonal yttria-stabilized zirconia ceramics: influence of scattering caused by birefringence. *J Am Ceram Soc.* 2011; 94(6): 1850-8.
6. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater.* 2014; 30(10): 1195-203.
7. Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc.* 2009; 92(9): 1901-20.
8. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res.* 1989; 23(1): 45-61.
9. Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zircônia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res.* 2007; 37(1): 1-32.
10. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater.* 2010; 26(8): 807-20.
11. Allahkarami M, Hanan JC. Mapping the tetragonal to monoclinic phase transformation in zirconia core dental crowns. *Dent Mater.* 2011; 27(12): 1279-84.
12. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature.* 1975; 258: 703-4.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/#biblioteca/manual>.

13. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Cer Soc.* 2000; 83(3): 461-87.
14. Guo X. Property degradation of tetragonal zirconia induced by low-temperature defect reaction with water molecules. *Chem Mater.* 2004; 16(21): 3988-94.
15. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hubsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater.* 2010; 6(12): 4547-52.
16. Pecho OE, Ghinea R, Ionescu AM, Cardona Jde L, Paravina RD, Perez Mdel M. Color and translucency of zirconia ceramics, human dentine and bovine dentine. *J Dent.* 2012; 40 Suppl 2: e34-40.
17. Apetz R, van Bruggen MPB. Transparent alumina: a light-scattering model. *J Am Ceram Soc.* 2003; 86(3): 480–6.
18. Chen YM, Smales RJ, Yip KH, Sung WJ. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1506–11.
19. 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(1): 36-46.
20. Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo G. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. *J Dent.* 2017; 63: 94-102.
21. Boulesteix R, Maître A, Baumard JF, Rabinovitch Y, Reynaud F. Light scattering by pores in transparent Nd:YAG ceramics for lasers: correlations between microstructure and optical properties. *Opt Express.* 2010; 18(14): 14992-5002.
22. 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; 118(2): 216-20.
23. Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 269-74.
24. Chevalier J, Deville S, Munch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials.* 2004; 25(24): 5539-45.
25. Inokoshi M, Zhang F, De Munck J, Minakuchi S, Naert I, Vleugels J, et al. Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater.* 2014; 30(6): 669-78.

26. Kim, H.T., Han, J.S., Yang, J.H., Lee, J.B., Kim, S.H. The effect of low temperature aging on the mechanical property and phase stability of YTZP ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2009; 1(3): 113–7.
27. Flinn BD, Raigrodski AJ, Singh A, Mancl LA. Effect of hydrothermal degradation on three types of zirconias for dental application. *J Prosthet Dent*. 2014;112(6): 1377-84.
28. Chevalier J, Loh J, Gremillard L, Meille S, Adolfson E. Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomater*. 2011; 7(7): 2986-93.
29. Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2009; 88(2): 366-77.
30. Tsalouchou E, Cattell MJ, Knowles JC, Pittayachawan P, McDonald A. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater*. 2008; 24(3): 308–18.
31. Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LV. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014; 37:78-87.
32. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Shahramian K2, Hupa L, Donovan TE, Vallittu P, Närhi TO. Impact of gastric acidic challenge on surface topography and optical properties of monolithic zirconia. *Dent Mater*. 2015; 31(12): 1445-52.
33. Kukiattrakoon B, Hengtrakool C, Kedjarune-Leggat U. Chemical durability and microhardness of dental ceramics immersed in acidic agents. *Acta Odontol Scand*. 2010; 68(1): 1-10.
34. Haraguchi K1, Sugano N, Nishii T, Miki H, Oka K, Yoshikawa H. Phase transformation of a zirconia ceramic head after total hip arthroplasty. *J Bone Joint Surg Br*. 2001; 83(7): 996-1000.
35. Hummer CD, Rothman RH, Hozack WJ. Catastrophic failure of modular zirconiaceramic femoral head components after total hip arthroplasty. *J Arthroplasty*. 1995; 10(6): 848–50.
36. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006; 27(4): 535-43.
37. Kelly JR, Nishimura I, Campell SD. Ceramic in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent*. 1996; 75(1): 18–32.
38. Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Int*. 2002; 33(6): 415-26.

39. Kontonasaki E, Kantiranis N, Papadopoulou L, Chatzistavrou X, Kavouras P, Zorba T, et al. Microstructural characterization and comparative evaluation of physical, mechanical and biological properties of three ceramics for metal-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2008; 24(10): 1362-73.
40. Della Bona A, Pecho OE, Alessandretti R. Zirconia as a dental biomaterial *Materials (Basel)*. 2015; 8(8): 4978–4991.
41. Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1994; 106(6): 605-14.
42. Gahlert M, Röhling S, Wieland M, Eichhorn S, Küchenhoff H, Kniha H. A comparison study of the osseointegration of zirconia and titanium dental implants. A biomechanical evaluation in the maxilla of pigs. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2010; 12(4): 297-305.
43. Andreiotelli M, Wenz HJ, Kohal RJ. Are ceramic implants a viable alternative to titanium implants? A systematic literature review. *Clin Oral Implants Res.* 2009; 20(suppl.4): 32-47.
44. Zembic A, Sailer I, Jung RE, Hämmerle CH. Randomized-controlled clinical trial of customized zirconia and titanium implant abutments for single-tooth implants in canine and posterior regions: 3-year results. *Clin Oral Implants Res.* 2009; 20(8): 802-8.
45. Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, Sorrentino R, Zarone F, Ferrari M, Chevalier J. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dent Mater.* 2018; 34(6): 879-90.
46. Sen N, Sermet IB, Cinar S. Effect of coloring and sintering on the translucency and biaxial strength of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2018; 119(2): 308.e1- e7.
47. Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater.* 2014; 30(12): e419-24.
48. Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerle CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 269-74.
49. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ion.* 1981; 3–4(0): 489–93.
50. Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3y-tzpceramics: static and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc.* 1999; 82(11): 3129–38.

51. Fathy SM, El-Fallal AA, El-Negoly SA, El Bedawy AB. Translucency of monolithic and core zirconia after hydrothermal aging. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2015; 1(2-4): 86-92.
52. Cattani-Lorente M1, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater*. 2011; 7(2): 858-65.
53. Ardli BI. Transformation toughened zirconia for dental inlays, crown and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dental Materials*. 2002; 18(8): 590-5.
54. Borba M, de Araújo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Griggs JA, Della Bona Á, Cesar PF. Effect of different aging methods on the mechanical behavior of multi-layered ceramic structures. *Dent Mater*. 2016; 32(12):1536-42.
55. International Standard Organization. ISO 6872: 2015 : dentistry: ceramic materials. Geneva: ISO; 2015.
56. Shiraishi T, Wood DJ, Shinozaki N, van Noort R. Optical properties of base dentin ceramics for all-ceramic restorations. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011; 27(2): 165-72.
57. International Commission on Illumination. CIE: Technical report. Colorimetry. 3rd ed. Washington: CIE; 2004. [acesso 2018 mar 15]. Disponível em: <https://archive.org/details/gov.law.cie.15.2004>.
58. Rietveld, HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr*. 1969; 2: 65-71.
59. Wurst JC, Nelson JA. Linear intercept technique for measuring grain size in two-phase polycrystalline ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1972; 55: 109.
60. Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of y-tzp ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1999; 82(8): 2150-4.
61. Ishikawa-Nagai S, Yoshida A, Sakai M, Kristiansen J, Da Silva JD. Clinical evaluation of perceptibility of color differences between natural teeth and all-ceramic crowns. *J Dent*. 2009; 37 Suppl 1: e57-63.
62. Douglas RD, Steinhauer TJ, Wee AG. Intraoral determination of the tolerance of dentists for perceptibility and acceptability of shade mismatch. *J Prosthet Dent*. 2007; 97(4): 200-8.
63. Ragain JC Jr, Johnston WM. Color acceptance of direct dental restorative materials by human observers. *Col Res Appl*. 2000; 25(4): 278-85.

64. Ruyter IE, Nilner K, Moller B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. *Dent Mater.* 1987; 3(5):246-51.
65. Heffernan MJ1, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(1): 4-9.
66. Zhang F, Vanmeensel K, Batuk M, Hadermann J, Inokoshi M, Van Meerbeek B, et al. Highly-translucent, strong and aging-resistant 3y-tzp ceramics for dental restoration by grain boundary segregation. *Acta Biomater.* 2015; 16(1): 215–22.
67. Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005; 72(2): 239–45.
68. Zarone F, Ferrari M, Mangano FG, Leone R, Sorrentino R. "Digitally oriented materials": Focus on lithium disilicate ceramics. *Int J Dent.* 2016; 2016: 9840594.