UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

VERENA SOUZA DA CUNHA

**Avaliação mecânica de diferentes tipos de materiais restauradores
frente a simulações clínicas e laboratoriais**

BAURU
2019

VERENA SOUZA DA CUNHA

**Avaliação mecânica de diferentes tipos de materiais restauradores
frente a simulações clínicas e laboratoriais**

Tese apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação oral.

Orientador: Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante

BAURU

2019

Cunha, Verena Souza da
Avaliação mecânica de diferentes tipos de
materiais restauradores frente a simulações clínicas
e laboratoriais / Verena Souza da Cunha. – Bauru,
2019.

88p. : il. ; 31cm.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia
de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Estevam Augusto
Bonfante

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

Dedico a todas as famílias que investem em conhecimento, que vibram com as escolhas dos filhos, irmãos, sobrinhos e netos. Em especial a toda minha família querida, meus pais guerreiros e amados, Vera Cunha e Carlos Modesto da Cunha, ao meu irmão amado Danilo, a minha vó Celeste, minha sobrinha linda Nicole e ao meu esposo, minha melhor metade, André Costa que viveu o começo desse sonho comigo em Bauru, que me aturava nos finais de semanas ainda durante o mestrado ensaiando ad eternum as apresentações e tranquilizava meus anseios. Amo vocês demais!

Dedico a todas as pessoas que se desafiam e se tornam alunos de pós-graduação, que saem de sua zona de conforto para ir em busca de um sonho, que abdicam de finais de semanas com suas famílias, do aconchego diário de um abraço familiar, para desbravar um mundo completamente novo, com pessoas diferentes e desconhecidas... Que aos poucos se tornam sua família, em especial aqui quero destacar Andréa, Ilana, Thereza e Fernanda, meus pilares durante minha jornada em Bauru.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante, meu orientador no sentido mais puro da palavra. Nunca esqueço do nosso primeiro contato como orientador e orientada, onde o senhor me passou uns artigos para ler e lhe dizer o que eu queria estudar, mesmo o senhor já sabendo com o que iríamos trabalhar, me deu pistas e orientou meu caminho para chegarmos nessa tese.

O sentimento que vem toda vez que toco no seu nome para qualquer pessoa é como se eu tivesse ganhado na loteria, sem nem ao menos saber que seria possível jogar. Não conheço ninguém tão "workaholic" como o senhor, dedicado ao trabalho, inteligente, educado, culto, engraçado e sincero! Não é atoa que bate um nervosismo todas as vezes que o senhor nos avalia, em seminários ou nos manuscritos, a comparação é igual um iniciante no tênis sendo avaliado pelo tenista suprasumo.

O que é mais mágico nisso tudo é que com carinho, humildade e sabedoria o senhor faz as correções necessárias e sempre injeta uma dose de ânimo e incentivo junto. Sua presença é sempre alto astral, motivadora e inspiradora, trata todos os seus orientados iguais, sempre mostra o quanto somos importantes e faz com que um laboratório, ou faculdade se tornem a nossa casa, onde é sempre bom estar e nunca se torna um fardo.

Obrigada por me acolher como sua filha acadêmica, mesmo com o desafio de fazermos ciência faltando dois anos para acabar meu doutorado, não tenho dúvida que recomeçar foi minha melhor escolha. Obrigada pela liberdade de expor meus anseios e ideias, por transformar cada conversa nossa em aulas particulares de odontologia e de vida.

A admiração sempre foi grande pela forma com que o senhor ensina, mas o convívio só fez ratificar e intensificar. Obrigada por tudo de coração!

Por mais que eu tente expressar em palavras toda a minha gratidão é muito difícil, queria falar de cada apoio que o senhor me deu, desde quando quebrei a mão fazendo atividade física à uma simples café enquanto o senhor corrigia essa tese.... Mas percebo que essas simples linhas não seriam suficiente. Cada vez que leio esse agradecimento sinto vontade de acrescentar mais alguma coisa e assim percebo que minha gratidão é infinita.

AGRADECIMENTO AOS FAMILIARES E AMIGOS

A Deus pelo dom da vida e por acalmar meu coração nos momentos de ansiedade, obrigada Senhor por tudo que és em minha vida! A Nossa Senhora de Nazaré, padroeira da minha jornada, a qual sempre recorro com muita fé e jamais me deixa desamparada.

Aos meus pais amados, por serem os maiores incentivadores dos meus sonhos, não poupando esforços para me verem feliz e realizada, por serem um exemplo de casal. Espero ser igual a vocês um dia!

A minha mãezoca querida, Vera Lúcia Souza da Cunha...

Mãe só nós duas sabemos o quanto foi difícil nos separarmos quando vim para morar em Bauru, só nós duas sabemos o quanto cada uma chorou por saber que nossa convivência a partir dali não seria diária, com isso vieram as visitas e as surpresas de saber que sua filha aos poucos já não era mais uma menina... Quero lhe agradecer por toda sua dedicação como mãe, mulher e amiga. Foram raras vezes que lhe vi chorar na vida, e todas elas foram de felicidade! A senhora é o meu exemplo clássico de fibra, nunca abaixa a cabeça e esta sempre pronta para levantar os amigos e a família, mesmo quando muitas vezes a senhora é quem precisa ser levantada, não deixa ninguém fazer esse papel, levanta sozinha e com um sorriso sempre estampado no rosto. Obrigada por compartilhar os valores de amar, cuidar, persistir e educar, com seu jeito humilde, espontâneo e alegre. Te amo!

Ao meu pai amado, Carlos Alberto Modesto da Cunha...

Pai, só estando nessa carcaça para saber o tamanho do orgulho e privilégio que tenho de ser sua filha! De dividir o mesmo amor a farda, a hierarquia e a disciplina que muitos acham loucura, não entendem, mas só quem usa sabe. Sua dedicação ao trabalho e a família me inspiram diariamente e alimentam a minha vontade de buscar sempre mais, afinal de contas são raras as pessoas que chegam no topo da carreira ("Coronel FULL") e mantêm o brilho no olhar quando estão trabalhando. Obrigada pelas conversas abertas, por me educar, amar, pelo exemplo de caráter sem igual, por ser um modelo de honestidade, humildade e dedicação como pai, homem e amigo.

Obrigada pelas oportunidades e apoio, que sempre me fizeram e fazem crescer como mulher e profissional. Você é meu ídolo, te amo!

Ao meu irmão, nerd sem igual, Danilo Souza da Cunha, pelas brincadeiras de criança que até hoje se fazem presentes, pelas conversas de adulto com tons de diversão. Obrigada pelos conselhos de amigo, mestre e doutor, que apesar de não ter correlação nenhuma com a odontologia sempre me ajudaram muito, amo você bolinis!

A minha vó, Celestina Loureiro de Souza por manter a chama da fé em mim, por todas as orações que me acompanham desde criança, por se fazer presente em todas as minhas caminhadas, com seu jeito sereno e sábio de ser. Aos meus tios maravilhosos, em especial meu tiopai Daniel e a tia Cristina que estão sempre cuidando de mim, me encham de carinho e amor. Meus primos amados, em especial minha primoca e madrinha Camila que sempre me colocou em suas orações e vibra por todas as minhas conquistas, e vice-versa.

A minha sobrinha Nicole Lima da Cunha, por ser uma doçura de menina, por obedecer meus pais e me passar tudo o que eles faziam, para que eu ficasse estudando tranquila sabendo que estava tudo certo dentro de casa, obrigada por cuidar tão bem dos seus avós e envolver a família inteira com o amor mais puro que existe, o amor de uma criança.

Ao meu amor lindo, meu marido, André Costa da Conceição Júnior...

Vida, eu só tenho a te agradecer pela paciência e pelo cuidado que sempre tivestes com o nosso amor, nunca me deixou duvidar que seria para sempre. Obrigada por me deixar tranquila com relação aos seus sentimentos e nunca me atordoar, fazendo sempre com que a distância fosse um mero detalhe, me incentivando e encorajando a buscar meus sonhos, por ser essa pessoa leve e calma onde sempre busco o abraço mais acalentador em momentos difíceis do dia-a-dia. Obrigada por ter vindo morar uma época aqui, por fazer Belém estar em Bauru, palpitando sobre meus seminários, por assistir mil vezes as apresentações, por tentar entender meus trabalhos desde a graduação, por vibrar com os casos clínicos, por me amar, proteger, viver meu sonho de perto, por segurar as minhas mãos e não deixar minhas lágrimas caírem. Obrigada por tudo que você fez e faz por mim, te amo demais!

Aos meus amigos de turma, Andréa Falcão, Ilana Ramalho, Thereza Pacheco,

Fernanda Piras, Ricardo, Polly, Gustavo Andrade, Oscar Toala, Patrick Henry, Laila, Rodrigo Moreira, Lais Pires, Vinicius Fardin, Henrique Quevedo, Brunna Ferrairo, Samira Strelhow, Adolfo Coelho e Vinicius Rizzo. Muito obrigada por toda ajuda, companhia, reuniões e gargalhadas garantidas, Bauru foi melhor com vocês, desejo todo sucesso do mundo para todos e que nosso esforço continue fazendo sentido, adoro vocês e nossas reuniões sempre foram as melhores!

Em especial para as amigas queridas, que se tornaram irmãs...

Andréa Falcão (Déa), pela amizade atenciosa, sincera, engraçada e sempre cheia de gaiatice como ela mesma fala, obrigada pelas conversas, estímulo, orações, pelos abraços carinhosos nos momentos difíceis, pela ajuda com a Best (Beijinho), pela risada inigualável e por vibrar pelas minhas conquistas como se fossem a sua. Você é uma inspiração de dedicação a vida acadêmica, que Deus sempre lhe guie por este caminho, por que tem a sua cara. Obrigada de verdade, te amo!

Ilana Ramalho (Biu), pela amizade sempre prestativa, carinhosa e incentivadora, por ter ensinado não só a mim, mas como todos os colegas de turma que para um seminário sair bom, temos que sempre nos esforçarmos ao máximo, você não faz idéia de quanto nos inspiramos nas suas apresentações, sou muito sortuda de ter conquistado a amizade de alguém tão impar como você. Obrigada por dividir os mesmos momentos de agonia durante o final do mestrado e de doutorado. Te amo, obrigada pela ajuda na obtenção das imagens no MEV!

Thereza Pacheco (Theca Biu), pela alegria diária estampada no rosto, que contagia todos, pelas brincadeiras bobas, por ser essa pessoa simples, mas de coração gigante. Obrigada “filhota”. Te amo!

Fernanda Piras (Fer), que se tornou uma amiga sem igual, com personalidade meiga e tranquila consegue equilibrar meus anseios através das conversas, mensagens de texto, audios, conselhos, choros e risadas. Obrigada pela amizade, te amo!

Agradeço também a Polly pela hospedagem maravilhosa que me acolheu nas vezes que vim até Bauru solucionar o depósito da tese, obrigada port udo amiga! Conte comigo sempre!

As meninas do futebol de toda segunda-feira, que não tinham nem idéia do quanto me faziam bem só de estarmos dividindo momentos de entretenimento, a risada era sempre garantida, aos poucos se tornaram minhas amigas queridas. Em especial cito Carol Ortigosa, que antes dos treinos sempre queria saber como estavam indo as pesquisas e as minhas púpilas queridas da graduação que sempre souberam separar nossa amizade do profissional, Letícia Pereira, Gabriela Piai e Gabriela Rando, elas torceram demais para que tudo ocorresse bem, impossível não agradecê-las.

Aos parceiros de mestrado e doutorado Ana Paula, Bruna, Cindy, Dyna, Camila, Cris, Lea, Lucas, Janaina, Jéssica, Karina e a todos os pós-graduandos.

AGRADECIMENTO INSTITUIÇÃO

À **Capes**, pelo suporte dado ao programa de pós graduação.

À Faculdade de Odontologia de Bauru pela oportunidade e experiência única em minha vida, que me fez realizar um sonho, aos professores do Departamento de Prótese: Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro, Prof. Dr. Accácio Lins do Valle, Prof^a Dr^a Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida, Prof. Dr. Gerson Bonfante, Prof. Dr. José Henrique Rubo, Prof^a Dr^a Lucimar Falavinha Vieira, Prof. Dr. Paulo César Rodrigues Conti, Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira, Prof^a Dr^a Simone Soares, Prof. Dr. Vinícius Carvalho Porto, Prof. Dr. Wellington Cardoso Bonachela e Prof^a Dr^a Karin Hermana Neppelenbroek, Prof. Dr. Leonardo Rigoldi Bonjardim, pela amizade, exemplo e por participarem da minha formação profissional e humana. Em especial aos professores Prof. Dr. José Henrique Rubo e Prof. Dr. Accácio Lins do Valle pela contribuição durante minha fase de mudança de orientação, muito obrigada!

Ao Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro, pelo acolhimento, amizade, respeito, ensinamentos, risadas e por dividir suas experiências profissionais e de vida. Obrigada pela ajuda durante o doutorado, agradeço especialmente por me desafiar a trabalhar em casos complexos que nunca havia realizado antes, obrigada pelos anos de paixão e dedicação evidente pela nossa faculdade.

Ao Prof. Dr. Gerson Bonfante, pelo entusiasmo de fazer uma disciplina de Prótese Parcial Removível durante nossa jornada na pós-graduação, o intuito foi claro, o senhor queria ajudar a turma, para fazermos nossos próprios casos e documentarmos tudo para fins acadêmicos, mas acabou que com essas horas clínicas aprendemos muito mais do que solucionar os casos clínicos, sua paixão pela leitura, suas aventuras sobre as duas rodas e seu amor por pescaria sempre rendiam boas histórias que nos fascinavam, é lindo de ver a forma com que o senhor aproveita a vida! Obrigada pelas conversas boas e sempre enriquecedoras.

Ao Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira, por me receber tão bem na época do estágio, onde nem sabia o que era esse programa de pós-graduação e lentamente o senhor foi nos deixando livres para participarmos das atividades, muito obrigada pela amizade e ensinamentos.

A todas as pessoas que contibuiram para a realização desta pesquisa, principalmente, meu parceiro Adolfo (Sazon), que dividia as viagens até São Paulo mostrando uma play list completa de músicas engraçadas, me ensinou como fazer o polimento das amostras e jantava comigo todos os dias em um R.U. diferente, nos divertimos bastante durante todo o processo. Ao meu amigo querido, Ernesto, que para mim é uma extensão do prof. Estevam pela forma parecida de pensar, se relacionar e pela inteligência. Foi um gigante em Bauru na ajuda para que os testes fossem realizados o mais rápido possível, junto com o Adolfo. As minhas queridas amigas, Ilana e a Edmara que não pouparam esforços para avaliarem junto comigo os melhores espécimes para levarmos ao MEV, foram uma fortaleza nessa etapa final, e fizeram tudo dá certo. Muito obrigada pelo trabalho em equipe, contem comigo!

Ao Professor Dr. Paulo Noronha, pela sua ajuda na obtenção das tabelas do DRX e ao professor Dr. Paulo Francisco Cezar pela contribuição no trabalho.

A minha amiga japonesa, Soraya Yoshioka, que me passava as senhas do Wi-fi da federal para que eu estudasse em paz na biblioteca da UFPA, longe do barulho de construção que meu vizinho de baixo me proporcionou.

Às funcionárias da clínica de pós-graduação, Cleusa e Hebe, pela convivência leve, pelo apoio de sempre e por vibrarem após a finalização de todos os casos. Muito obrigado pelo carinho e cuidado na clínica, por sempre receberem nós pós-graduandos como filhos e ajudarem nos pulos das clínicas, a amizade de vocês é uma dádiva.

Aos funcionários do departamento de prótese e Periodontia, Cleide, Débora, Valquíria, Marcelo e Reivanildo, pelo esforço em me ajudar sempre que precisei e pelo carinho com que sempre me trataram. Em especial ao técnico Marcelo Giatti que me ensinou a mexer no forno e como aplicar o glaze na superfície dos espécimes e o técnico Alcides da dentística que me ajudou a fazer a sinterização das peças. Ao técnico Edmauro que junto com as meninas, nos ajudou na obteção das imagines do MEV. A funcionária Débora por sempre ajudar e incentivar minhas escolhas.

A todos os pacientes que atendi ou acompanhei durante essa jornada. A essas pessoas que não fazem ideia do quanto podem nos ensinar e contribuir a cada dia com suas histórias e suas vivências.

À equipe de funcionários da comissão de pós-graduação pelo trabalho árduo, não pouparam atenção e ajuda no momento de encerramento desta tese á vocês meu muito obrigada, Leila, Leticia e Fátima, meu muito obrigada por realizarem todos os dias um trabalho impecável pela nossa universidade.

À Capitão Paola Carvalho Cesário Quadros pelo apoio durante a fase de finalização dessa tese, entendendo minha necessidade de vim até Bauru. Muito obrigada por não hesitar e tornar possível minhas dobras para a realização desse sonho. Sua garra e eficiência são exemplos para mim, lhe admiro muito como profissional, mãe e chefe de Divisão.

“Ser tão forte que nada possa perturbar a paz da tua mente.”

C. Gracie

RESUMO

Objetivo: Esse trabalho possui dois objetivos, o primeiro é avaliar se a resistência a flexão biaxial (RFB) a microestrutura e o padrão fractográfico de infraestruturas de zircônia monolítica são alteradas após serem submetidas ajuste dessa superfície com brocas diamantadas e simulações de envelhecimentos, quando comparadas com um grupo controle. O segundo é avaliar se a resistência do silicato de lítio reforçado por zircônia e o padrão fractográfico, é alterado após a finalização com glaze ou polimento, quando comparado a um grupo controle usinado.

Material e Métodos: A metodologia utilizada para a obtenção dos espécimes em zircônia e o silicato foi similar, ambas utilizaram blocos cilíndricos que foram fatiados com um disco diamantado recebendo polimento para que os espécimes seguissem as dimensões estabelecidas pela norma ISO 6872:2015. Apenas a zircônia passou por um processo de sinterização, sendo os 132 espécimes divididos em 4 diferentes grupos: Zircônia Controle (ZrC); Zircônia Envelhecida (ZrE); Zircônia Ajustada (ZrAj); Zircônia Ajustada e Envelhecida (ZrAjE). Cada grupo possuía 33 amostras, sendo 30 para os testes de flexão biaxial e 3 para a análise de difração de raio X (DRX). Já o silicato de lítio reforçado por zircônia foi dividido em 3 diferentes grupos: Após corte do disco, simulando pós-fresagem pelo CAD/CAM (GC), pós polimento (GPol) e pós glazeamento da superfícies (GGI) (n=30/grupo).

Resultado: Para a Zircônia a resistência característica e o módulo de Weibull foram respectivamente ZrC=1.197,93 MPa e 10,36; ZrE=1.153,39 MPa e 10,26; ZrAj=1.138,75 MPa e 8,63; 1.105,04 MPa e 8,39. Para o SLZ a resistência característica e o módulo de Weibull foram respectivamente, GC=325,5 MPa e 7,23; GPol 322,95 MPa e 3,75; GGI 456,11 MPa e 5,32. Com padrões fractográficos semelhantes entre cada estudo.

Conclusões: Não houve diferença na RFB da ZrC, ZrE, ZrAj e ZrAjE. Todavia, a resistência mecânica do silicato de lítio reforçado por zircônia foi maior quando a restauração era glazeada (GGI), quando comparados aos demais.

Palavras-chave: Propriedade mecânica. Silicato de lítio reforçado por zircônia. Cerâmica dental Y-TZP.

ABSTRACT

Mechanical evaluation of different types of restorative materials against clinical and laboratory simulations

Aim: The objectives to this work are twofold: 1) To evaluate the biaxial flexural strength (BFS), microstructure, and the fractographic pattern of zirconia subjected to surface grinding with diamond burs combined or not with artificial aging, compared with a group control. 2) To evaluate BFS and fractographic pattern of zirconia reinforced lithium silicate (SLZ) after glaze or polishing when compared to a machined control group.

Material and methods: The methodology used for sample preparation was similar between zirconia and SLZ, where both used cylinders milled from blocks that were further sliced with a diamond disc in a precision saw machine. Samples were polished to dimensions established in the ISO 6872: 2015. Zirconia discs were sintered and divided in 4 groups: Zirconia Control (ZrC); Aged Zirconia (ZrE); Adjusted Zirconia (ZrAj); Adjusted and Aged Zirconia (ZrAjE). Each group had 33 samples, 30 for BFS and 3 for X-ray diffraction (XRD) analysis. After the disk sectioning, simulating post-milling by CAD / CAM (GC), post-polishing (GPol) and post-glaze surfaces (GGI), each group had 30 specimens that were evaluated in BFS.

Result: For Zirconia the characteristic strength and the Weibull modulus were respectively ZrC = 1,197.93 MPa and 10.36; ZrE = 1,153.39 MPa and 10.26; ZrAj = 1,138.75 MPa and 8.63; 1,105.04 MPa and 8.39. For the SLZ the characteristic strength and the Weibull modulus were, respectively, GC = 325.5 MPa and 7.23; GPol 322.95 MPa and 3.75; Ggl 456.11 and 5.32. With similar fractographic patterns between each study.

Conclusion: The proposed method showed that there is no difference between a ZrC, ZrE, ZrAj and ZrAjE, the mechanical strength of the material remains the same. However, the mechanical strength of the zirconia reinforced lithium silicate is higher when the restoration is glazed (GG1), when compared to the other GPol and GC groups, however more studies are needed.

Keywords: Mechanical properties. Zirconia reinforced lithium silicate. Y-TZP Dental ceramics.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Difrátogramas de Raios X coletados de todos os grupos (canto superior esquerdo – ZrC; Canto superior direito – ZrE; Canto inferior esquerdo – ZrAj; Canto inferior direito - ZrAjE). Com excessão do ZrC, os demais grupos apresentam picos de fase monoclinica que se antecede da fase tetragonal, embora em níveis diferentes.51
- Figura 2** - Probabilidade de falha: denota-se o posicionamento dos grupos encontra-se sobre o mesmo intervalo de confiança.53
- Figura 3** - Contour plot mostrando que não houve alteração no módulo de Weibull ou na resistência característica dos grupos. A sobreposição entre os grupos indica que eles são homogêneos.53
- Figura 4** - Mostra a resistência característica, onde nota-se que todos os grupos se encaixam no mesmo intervalo de confiança, comprovando a ausência de diferença estatística também para este parâmetro.54
- Figura 5** - O exame fractográfico panorâmico de cada espécime (A- ZrC; B- ZrE; C- ZrAj; D- ZrAjE). Esses são os aspectos das superfícies logo após teste de resistência a flexão biaxial, análises realizadas com microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha) com aumento de 7x. Figuras A e B não apresentam diferenças perceptíveis, assim como figuras C e D onde percebemos que há uma padronização da direção do desgaste.55
- Figura 6** - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrC; C e D- ZrE; E e F- ZrAj; G e H- ZrAjE), nos aumentos de 30x (A, C, E e G) e 60x (B, D, F e H) respectivamente no microscópio óptico de luz polarizada, mostrando a origens das fraturas estão representadas através de círculos ponteados brancos. As setas ponteadas pretas indicam a direção de propagação das trincas (--->). As setas pretas representam a região de curva de compressão (→).56
-
-

Figura 7 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrC; C e D- ZrE), nos aumentos de 75x (A e C) e 150x (B e D) respectivamente no MEV, indicam a origem das fraturas através de uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles). Nota-se diferença nos padrões de fraturas da figura A, representada por 1 espécime com o B que ilustra o modo de falha mais comumente encontrado. A e B correspondem ao único espécime do ZrC que apresentou resistência a flexão biaxial baixa. A não demonstrou uma curva de compressão porém arrest lines foram detectadas onde o lado côncavo aponta para a origem da fratura (asterisco preto).	57
Figura 8 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrAj; C e D- ZrAjE), nos aumentos de 75x (A e C) e 150x (B e D) respectivamente no MEV, indicam as origens das fraturas através uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles). Nota-se semelhança nas localidades das origens de fraturas (na superfície) e direção de propagação.	58
Figura 9 - Mostra a resistência característica versus probabilidade de falha em função dos dados de resistência a flexão biaxial.	60
Figura 10 - Contour plot mostrando que houve alteração no módulo de Weibull, a não sobreposição entre os grupos indica que eles são heterogêneos. a resistência característica do GC e GPol são semelhantes e GGI superior. A não sobreposição entre os grupos indica que eles são heterogêneos.....	60
Figura 11 - Mostra a resistência característica versus probabilidade de sobrevivência em função dos dados de resistência a flexão biaxial.	61

Figura 12 - O exame fractográfico panorâmico de cada espécime (A e B- GC; C e D- GPol; E e F- GGI). Esses são os aspectos das superfícies logo após teste de resistência a flexão biaxial (aumento de 7x). Figuras A e B apresenta uma superfície menos polida que figuras C, D, E e F. Os padrões de fratura foram próximos do centro dos espécimes.62

Figura 13 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- GC; C e D- GPol; E e F- GGI), nos aumentos de 30x (A, C e E) e 60x (B, D e F) respectivamente, no microscópio óptico de luz polarizada. A origem das fraturas estão representadas através de círculos ponteados brancos. As setas ponteadas pretas a direção de propagação das trincas (---►) e as setas pretas indicam áreas de compressão (—►)......63

Figura 14 - O exame fractográfico de cada espécime (A- GC; B- GPol; C- GGI), nos aumentos de 75x e 150x respectivamente no MEV, indicam a origem da fratura através de uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles), asterisco preto indicam arrest lines cuja concavidade aponta para a origem da fratura e setas brancas áreas de espelho. .64

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1** - Resistência característica (σ_c), módulo de Weibull (m) e respectivos intervalos de confiança do grupo zircônia. Letras maiúsculas comparam as colunas e minúsculas as linhas, sendo que letras diferentes indicam diferença estatística ($P < 0.05$).....52
- Tabela 2** - Resistência característica (σ_c), módulo de Weibull (m) e respectivos intervalos de confiança do Silicato de lítio reforçado por zircônia.59
-
-

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	REVISÃO DE LITERATURA	27
3	PROPOSIÇÃO	37
4	MATERIAL E MÉTODOS	41
4.1	Teste da hipótese 1: Resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos	41
4.1.1	Preparo dos espécimes.....	41
4.1.2	Divisão dos grupos	42
4.1.3	Tratamentos realizados nos grupos:	42
4.1.3.1	Grupo Controle (ZrC).....	42
4.1.3.2	Grupo Envelhecimento em autoclave (ZrE).....	42
4.1.3.3	Ajuste da superfície das amostras.....	42
4.1.3.4	Grupo Envelhecimento em autoclave (ZrAjE)	42
4.1.4	Difração de Raios X (DRX).....	43
4.1.5	Teste de flexão biaxial.....	43
4.1.6	Análise estatística dos resultados	44
4.1.7	Fractografia	44
4.2	Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de Lítio reforçado por zircônia após simulações de acabamento laboratoriais.....	45
4.2.1	Preparação dos espécimes	45
4.2.2	Divisão dos grupos	45
4.2.3	Teste de resistência a flexão biaxial.....	46
4.2.6	Análise estatística dos resultados	46
4.2.7	Fractografia	46
5	RESULTADOS.....	51
5.1	Teste da hipótese 1: resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos	51

5.1.1	DRX.....	51
5.1.2	Teste de resistência a flexão biaxial.....	52
5.1.3	Fractografia	54
5.1.3.1	Aspectos gerais dos tratamentos de superfície	54
5.1.3.2	Origem das fraturas.....	55
5.2	Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de lítio reforçado por zircônia após simulações laboratoriais	59
5.2.1	Resultado teste de resistência a flexão biaxial.....	59
5.2.2	Fractografia	61
5.2.2.1	Aspectos gerais dos tratamentos procedimentos realizados na superfície	61
5.2.2.2	Origem das fraturas.....	62
6	DISCUSSÃO	67
6.1	Teste da hipótese 1: Resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos	67
6.2	Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de lítio reforçado por zircônia após simulações laboratoriais	70
7	CONCLUSÕES	75
	REFERÊNCIAS.....	79

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

Os primeiros sistemas restauradores indiretos foram as cerâmicas feldspáticas, essencialmente compostas de uma rede de sílica e feldspato potássico e/ou feldspato sódico (Kelly, 2004; Anusavice, 2013). Apesar de excelentes propriedades ópticas, a fragilidade inerente a esse sistema (σ : 100 Mpa, K_{Ic} : 1 MPa m^{1/2}) limitou sua indicação clínica somente para regiões anteriores (Land, 1903; Guess *et al.*, 2011; Anusavice, 2013). Afim de aumentar as indicações, a união da cerâmica feldspática com uma infraestrutura metálica foi proposta, consequentemente, garantindo longevidade às peças protéticas (Kelly, 2004). A alta porcentagem de sucesso de próteses metalocerâmicas, nos diversos cenários restauradores (> 95%, após 5 e 10 anos em função), fez com que esse tipo de reconstrução fosse considerado o padrão ouro na área de reabilitação oral durante décadas (Pjetursson *et al.*, 2015; Sailer *et al.*, 2015; 2016; Pjetursson *et al.*, 2017). No entanto, metalocerâmicas apresentam algumas desvantagens estéticas, como o sombreamento escurecido na região gengival e relatos de hipersensibilidade inerentes a determinadas ligas metálicas (Wassell *et al.*, 2002; Pjetursson *et al.*, 2007; Sailer *et al.*, 2007). Estas adversidades, juntamente com o aprimoramento tecnológico na área de processamento de novos materiais e fabricação de próteses, incitaram a elaboração de novos materiais cerâmicos para atender a demanda funcional da cavidade oral (Edelhoff e Brix, 2011; Guess *et al.*, 2011), dentre os quais, destacam-se as vitrocerâmicas e os sistemas policristalinos à base de zircônia.

O uso de sistemas cerâmicos à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) tornou-se bastante difundido em odontologia em decorrência dos valores elevados de resistência à flexão (σ : 900 - 1300 Mpa) e tenacidade à fratura (K_{Ic} : 6 - 9 MPa m^{1/2}) (Guess *et al.*, 2011; Anusavice, 2013). A zircônia pura é um polimorfo que apresenta uma variação na estrutura cristalina de acordo com a temperatura: monoclinica (m, <1170°C), tetragonal (t, entre 1170 e 2370°C) e cúbica (c, >2370°C) (Garvie, 1975; Piconi e Maccauro, 1999; Hannink, 2000; Chevalier, 2007; Lughi e Sergo, 2010). Assim, para viabilizar a utilização na área biomédica, faz-se necessário a adição de dopantes, como o óxido de ítrio (Y₂O₃), para a estabilização da fase t em temperatura ambiente (Piconi e Maccauro, 1999;

Hannink, 2000; Lughi e Sergo, 2010). De fato, a Y-TZP fica metaestável o que, mediante situações de acúmulo de tensões de tração, como ao redor de trincas em propagação, pode levar a transformação de fase t-m (Garvie, 1975; Piconi e Maccauro, 1999; Hannink, 2000; Lughi e Sergo, 2010; Bergamo *et al.*, 2016). O aumento do volume dos grãos (3-5%) associado com a transformação t-m leva a uma tensão de compressão que pode limitar a propagação da trinca. Este fenômeno é conhecido como tenacificação por transformação de fase e é grande responsável pelo notável desempenho mecânico da Y-TZP (Garvie, 1975; Piconi e Maccauro, 1999; Hannink, 2000; Fischer *et al.*, 2002; Lughi e Sergo, 2010). Assim, a zircônia tem um leque grande de indicações na área de reabilitação oral, que vai desde coroas totais até próteses parciais fixas (PPF) e infra-estruturas de arco completo sobre implantes, com índices de sucesso bastante promissores (94 e 90%, após 5 e 10 anos, respectivamente)(Sailer *et al.*, 2015; 2016; Miura *et al.*, 2018). A principal complicação clínica reportada para reabilitações à base de Y-TZP é a fratura na cerâmica de cobertura (11 a 18% após 5 e 10 anos, respectivamente), além de descimentação (5 a 20% após 5 a 10 anos, respectivamente)(Miura *et al.*, 2018; Stefanescu *et al.*, 2018). Muitos trabalhos foram conduzidos a fim de investigar os fatores associados aos altos índices de falhas nas cerâmicas de cobertura, assim como alternativas para melhorar a performance desses sistemas, no entanto, a fratura ainda é a complicação clínica mais frequentemente reportada (Guess *et al.*, 2011; Schwarz *et al.*, 2012; Sailer *et al.*, 2015; Miura *et al.*, 2018).

Como alternativa, cerâmicas vítreas reforçadas por partículas cristalinas, especialmente utilizadas para uso monolítico, que proporcionam um balanço favorável entre propriedades ópticas e mecânicas tem ganhado bastante notoriedade na área de reabilitação oral (Holand *et al.*, 2000; Badawy *et al.*, 2016; Lawson *et al.*, 2016; Belli *et al.*, 2017; Furtado De Mendonca *et al.*, 2018; Sen e Us, 2018). A introdução de uma segunda fase cristalina em cerâmicas vítreas tem como objetivo criar mecanismos de tenacificação que aumentam a capacidade de um determinado sistema em resistir à propagação de trincas, isto é, à fratura (Badawy *et al.*, 2016). O sistema vitrocerâmico com maior aplicação clínica é o dissilicato de lítio (DL) (Silva *et al.*, 2017). Tal sistema é composto por cristais de dissilicato de lítio de 2,0 a 3,0 µm densamente dispostos e unidos à matriz vítrea (Badawy *et al.*, 2016; Belli *et al.*, 2017). Após a cristalização, a microestrutura do DL apresenta aproximadamente 70% de conteúdo cristalino, o que

está diretamente associado com um aumento significativo na resistência à flexão (400 MPa) e tenacidade à fratura ($\sim 2,0 \text{ MPa m}^{1/2}$) (Holand *et al.*, 2000; Badawy *et al.*, 2016; Elsaka e Elnaghy, 2016; Sen e Us, 2018). As taxas de sobrevivência para coroas de DL são altamente promissoras ($\sim 96\%$, após 5 anos), no entanto, a fratura catastrófica da restauração é a complicação mais comumente relatada, principalmente em regiões de maior demanda funcional (2,3% após aproximadamente 5 anos) (Pieger *et al.*, 2014; Sailer *et al.*, 2015; Rauch *et al.*, 2018). Recentemente, o silicato de lítio reforçado por zircônia (SLZ) foi introduzido no mercado odontológico. Esse sistema é composto essencialmente de finos cristais de metassilicato e ortofosfato de lítio de 0,5 a 1,0 μm distribuídos na matriz vítrea (Badawy *et al.*, 2016; Belli *et al.*, 2017). O conteúdo cristalino representa aproximadamente 50% da microestrutura do material, o que está diretamente associado com a melhora significativa nas propriedades ópticas em relação ao DL (Sen e Us, 2018). Em contrapartida ao maior conteúdo vítreo, a microestrutura tem garantido uma resistência à flexão (451,4 Mpa) e tenacidade à fratura ($2,31 \text{ MPa m}^{1/2}$) semelhantes ao DL (Badawy *et al.*, 2016; Elsaka e Elnaghy, 2016; Lawson *et al.*, 2016). Estudos clínicos ainda precisam ser conduzidos a fim de avaliar a performance desse sistema.

Apesar da qualidade evidenciada nos blocos/lingotes cerâmicos, o processo de fresagem/prensagem pode induzir falhas microscópicas na superfície do material o que pode gerar uma diminuição na resistência da cerâmica (Giordano, 2006). Ainda, o desgaste da superfície cerâmica devido a necessidade de ajustes clínicos previamente cimentação pode levar ao surgimento de trincas que tendem a se propagar em direção às maiores tensões de tração quando em função. Com o intuito de selamento dos defeitos e prover melhor resistência mecânica e lisura, preconiza-se a aplicação de glaze ou polimento da superfície da restauração (Badawy *et al.*, 2016; Traini *et al.*, 2016; Schwindling *et al.*, 2017).

Ainda, para sistemas Y-TZP, a aplicação das camadas de porcelana seguida pela sinterização leva a uma transformação de fase na interface Y-TZP/porcelana (Tholey *et al.*, 2009). O impacto clínico da transformação de fase ainda não foi determinado, entretanto, o acompanhamento mais longo de próteses fixas com infra-estruturas de zircônia mostrou algumas fraturas da infra-estrutura (taxa de sobrevida

de 91.5% em 10 anos) (Sax *et al.*, 2011), o que sugere o caráter multifatorial da sobrevida de cerâmicas policristalinas, mesmo com alta tenacidade a fratura.

A zircônia é um material que vem sendo amplamente analisado com relação a esses tipos de procedimentos, e alguns autores afirmaram que frente a situações de desgastes e polimentos ocorre o fortalecimento desse material (Denry e Holloway, 2006), devido a transformação de fase tetragonal para monoclínica, porém outros autores discordaram (Kosmac *et al.*, 2000; Curtis *et al.*, 2006) e sugeriram que a temperatura produzida na área pelo desgaste, a gravidade do desgastes, a alta velocidade desses ajustes (Iseri *et al.*, 2012; Hjerppe *et al.*, 2016) e a metaestabilidade da transformação t-m podem influenciar negativamente na resistência à flexão da zircônia (Aboushelib e Wang, 2010). Conforme o exposto verifica-se que ainda não foi definido qual a influência do processo de ajuste clínico e acabamento na performance de sistemas Y-TZP e vitrocerâmico à base de SLZ. Portanto, o presente trabalho teve por objetivo avaliar a resistência de sistemas Y-TZP e vitrocerâmico à base de SLZ frente a simulações laboratoriais de ajustes clínicos com e sem glaze antes e após envelhecimento laboratorial.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

Reabilitações com coroas metalocerâmicas conquistaram um patamar que durante anos nenhum outro material restaurador conseguiu, que foi aliar estética e resistência no mesmo conjunto. Com o tempo e em algumas situações clínicas, a resistência do metal notoriamente começou a apagar o brilho da estética da cerâmica de cobertura, reproduzindo contornos gengivais escurecidos na região, altamente antiestéticos e que importunavam os pacientes, que algumas vezes retornavam aos consultórios com intuito de trocar essas restaurações. A necessidade de evolução foi tal que desenvolveram coroas com a margem em cerâmica, uma delas é conhecida como ombro cerâmico ou colarless, e próteses totalmente cerâmicas (Ulusoy e Toksavul, 2002). O grande desafio era conciliar estética e resistência em um exemplar livre de metal.

Existe um número grande de materiais que tentam superar esse desafio, na atualidade, e diferente das cerâmicas convencionais empregadas, a zircônia não apresenta material vítreo na composição e é considerado um material polimórfico com três fases: monoclinica (m), tetragonal (t) e cúbica (c) (Piconi e Maccauro, 1999; Kelly e Denry, 2008). Devido os valores elevados de resistência à flexão (900-1.300 MPa) e tenacidade à fratura (6-9 Mpa m^{1/2}) é o material que apresenta propriedades mecânicas mais satisfatórias na literatura, gerando amplo interesse no meio científico (Piconi e Maccauro, 1999; Lazar *et al.*, 2008; Guess *et al.*, 2011; Anusavice, 2013). A variação gradual nas propriedades mecânicas de sistemas policristalinos tem sido associada com uma melhor performance biomecânica e, conseqüentemente, maior resistência à flexão e à fadiga (Zhang e Kim, 2009; Zhang e Li, 2009; Ren *et al.*, 2011; Zhang *et al.*, 2012).

A literatura relata a tenacificação por transformação de fase como uma das grandes vantagens da zircônia estabilizada por ítria (Y-TZP), esse fenômeno limita a propagação de trinca decorrente de uma tensão de tração, a dimensão dos grãos aumentam e ocorre uma transformação de fase tetragonal para monoclinica (Garvie, 1975; Piconi e Maccauro, 1999; Hannink, 2000; Fischer *et al.*, 2002; Lughi e Sergo, 2010). Contudo, para atingir uma estética de excelência a zircônia ainda necessita de

cobertura com cerâmicas vítreas (Denry e Kelly, 2008; Kelly e Denry, 2008), que por sua vez podem apresentar alguns inconvenientes, como lascamento e fraturas (Sailer *et al.*, 2007; Beuer *et al.*, 2010; Monaco *et al.*, 2015; Sailer *et al.*, 2016; Miura *et al.*, 2018).

Em uma revisão sistemática realizada por Pjetursson e colaboradores (Pjetursson *et al.*, 2015) avaliou-se a sobrevida em 5 anos de próteses parciais fixas (PPF) e coroas metalocerâmicas e totalmente cerâmicas suportadas por dentes. Estudo realizado através de pesquisas eletrônicas de ensaios controlados e com tempo médio de 3 anos, no qual foi complementado por uma busca manual adicional e pela inclusão de 10 estudos de uma revisão sistemática anterior. As taxas de sobrevida e complicações foram analisadas usando modelos robustos de regressão de Poisson para obter estimativas resumidas de proporções de 5 anos. Como resultados os quarenta estudos cumpriram os critérios de inclusão. Meta-análise dos estudos incluídos indicou uma taxa de sobrevida estimada em 5 anos de PPFs de metalocerâmica de 94,4%. A sobrevida estimada de PPF de ceramocerâmica reforçado foi de 89,1 e a taxa de sobrevivência da PPF de zircônia densamente sinterizada foi de 90,4% em 5 anos de função. Embora a taxa de sobrevivência de PPFs totalmente cerâmicas tenha sido menor do que para os PPFs metalo-cerâmicos, as diferenças não alcançaram significância estatística, e ainda assim são indícios de sucesso (Sailer *et al.*, 2015; 2016; Miura *et al.*, 2018). As falhas mais comuns são fratura na cerâmica de cobertura (11 a 18% após 5 e 10 anos, respectivamente), além de descimentação (5 a 20% após 5 a 10 anos, respectivamente)(Miura *et al.*, 2018; Stefanescu *et al.*, 2018).

O sistema CAD/CAM se tornou uma via interessante para confecção de próteses monolíticas e tem como intenção reduzir problemas referentes as cerâmicas de cobertura, pois além de remover a aplicação da cerâmica de cobertura, evitando lascamento (Beuer *et al.*, 2012; Sabrah *et al.*, 2013; Nakamura *et al.*, 2015), ainda é um sistema que acelera o tempo de entrega da restauração para o paciente, diminui a quantidade de remanescente dentário removido no momento do preparo e é bastante preciso. As indicações de trabalho para esse tipo de material é bastante vasto na odontologia, vai desde uma reabilitação, indicações de infra-estruturas de próteses múltiplas (PPF) até a confecção de coroas totais individuais, próteses sobre implantes e intermediários protéticos (Denry e Kelly, 2008; Bachhav e Aras, 2011;

Guess *et al.*, 2011; Larsson e Vult Von Steyern, 2013; Denry e Kelly, 2014; Ferrari *et al.*, 2015; Pjetursson *et al.*, 2015; Sailer *et al.*, 2015; 2016; Pjetursson *et al.*, 2017).

Alguns autores (Zucuni *et al.*, 2017) compararam o efeito de dois tipos de processamento de blocos de Y-TZP, através do sistema CAD/CAM e de forma manual com desgastes das arestas do bloco para conformação de cilindros. Eram utilizados discos de corte e acabamento com broca de grãos extra-finos e discos de corte e acabamento com broca de diamante fino para esta última conformação manual. Os testes envolveram resistência a flexão biaxial e transformação de fase, entre outros. Como resultado os pesquisadores encontraram que nenhum conteúdo de fase monoclinica foi encontrado nas técnicas de processamento avaliadas, indicando que se em algum momento houve transformação de fase, esta foi anulada durante a sinterização. Os espécimes manuseados pré-sinterizados não tiveram efeito deletério sobre o módulo de Weibull. Os autores concluíram que é de suma importância que os espécimes tenham uma superfície parecida com a realizada pelo CAD/CAM para os testes, e que a broca fina foi a que chegou mais próxima de mimetizar essa superfície.

Apesar dessa alta precisão dos sistemas CAD/CAM, ainda parece um desafio uma peça assentar perfeitamente nos preparos, sem ajustes, sejam eles oclusais, internos ou proximais (Aboushelib *et al.*, 2009; Jing *et al.*, 2014; Pereira, G. K. R. *et al.*, 2015). Alguns pesquisadores apontam a temperatura desenvolvida durante a realização do ajuste, a profundidade do desgaste, a alta velocidade em que são realizados (Iseri *et al.*, 2012; Hjerppe *et al.*, 2016) e a metaestabilidade de transformação t-m indicadores que podem influenciar negativamente na resistência à flexão da zircônia (Aboushelib e Wang, 2010). A literatura aponta que o resultado da degradação em baixa temperatura e o mecanismo de tenacidade está correlacionado ao equilíbrio entre a transformação de fase e a introdução dos defeitos (Pereira, G. K. R., Fraga, S., *et al.*, 2016).

Um grupo de pesquisadores (Pereira, G. K. *et al.*, 2016) investigou como se comporta mecanicamente espécimes de cerâmica Y-TZP monolítica sobre efeitos de desgaste com brocas de diamantes grossas (Coarse) e Extra-finas (Xfine), comparando com grupo sem ajuste (Ctrl) nas superfícies e baixa degradação de temperatura (LTD) em cada grupo. Além disso, foi simulado envelhecimento das peças em forma de discos, seguindo as normas da ISO:6872-2008, para teste de

flexão biaxial e DRX (transformação de fase). No final encontraram que existe adição de fase-m tanto no desgaste quanto no envelhecimento da peça, sugerindo que há indícios diretos da degradação de Y-TZP. O módulo de Weibull foi estatisticamente semelhante entre os grupos. Houve aumento de resistência característica após desgaste (Course = $X_{fine} > Ctrl$), enquanto que para LTD, efeitos distintos foram observados ($Ctrl < Ctrl LTD$; $X_{fine} = X_{fine LTD}$ e $Coarse = Coarse LTD$). A conclusão foi de que nenhuma das duas condições é de fato prejudicial mecanicamente a zircônia.

Kim e colaboradores, (Kim *et al.*, 2010) explicaram que ajuste na superfície tem efeitos deletérios na estabilidade térmica e comportamento mecânico de Y-TZP. Os fatores responsáveis seriam: as condições de sinterização (Inokoshi *et al.*, 2014), volume dos grãos cristalinos (Preis *et al.*, 2015), a força e velocidade exercida durante o desgaste, presença e ausência de resfriamento (Kosmac *et al.*, 1999). Os mesmos autores encontraram que o processo de sinterização cicatriza parcialmente as microtrincas e elimina porosidades e falhas (Kim *et al.*, 2010).

Se dentro do grupo das policristalinas a zircônia é o material mais utilizado, entre as cerâmicas vítreas o dissilicato de lítio é o material mais popular. Um estudo recente realizado (Makhija *et al.*, 2016) mostrou que dentre os materiais escolhidos para reabilitações anteriores o dissilicato de lítio representa 55% da escolha e para regiões posteriores cerca de 20%.

Um material vitrocerâmico que busca uma indicação semelhante ao dissilicato de lítio (DL) é o silicato de lítio reforçado com zircônia que contém 10% de zircônia (SLZ) adicionadas com a finalidade de reforçar uma matriz vítrea. Possui propriedades bastante interessantes em muitos aspectos: estéticos, físicos e mecânicos (Sedda *et al.*, 2014; Vichi *et al.*, 2018). Inicialmente lançado apenas como blocos para usinagem (Traini *et al.*, 2016; Gomes *et al.*, 2017), sua forma de confecção pode atualmente ser também prensada por meio de pastilhas, revestimento e cerâmica de estratificação. Tem indicações semelhantes ao dissilicato de lítio inlays, onlays e coroas unitárias na região posterior, embora suas propriedades mecânicas sejam limitadas na região de molar (Silva *et al.*, 2011; Gehrt *et al.*, 2013). A fabricação no laboratório do SLZ pode ser finalizada de duas formas, através de um polimento superficial ou através de glazeamento/aquecimento (Badawy *et al.*, 2016).

Após toda a etapa de fresagem das coroas no CAD/CAM o recomendado pela literatura é que seja realizado um protocolo de polimento e glazeamento da superfície das coroas, embora existam indícios na literatura de que muitos laboratórios e dentistas pulam algumas etapas, o que pode ser prejudicial para alguns materiais cerâmicos (Corazza *et al.*, 2015; Fasbinder e Neiva, 2016; Song *et al.*, 2016).

Um estudo avaliou a eficiência dos sistemas de acabamento e polimento para SLZ e DL envolvendo diferentes tipos de protocolos dentre eles: polimentos manuais em tempos diferentes (30' e 60') e aplicação de glaze em pasta ou spray, avaliados a partir de medições de rugosidade superficial, análise de variância bidirecional para o brilho e MEV. O protocolo que apresentou melhores resultados foi o polimento por 60 segundos e o glaze por pasta que diminuíram a aspereza da amostra feita no CAD/CAM e permitiu o mais alto brilho. SLZ aparentemente poliu melhor que o DL (Vichi *et al.*, 2018). Em outro grupo de cerâmicas (nanocerâmicas de resina, cerâmica híbrida e cerâmicas reforçadas com leucita), que não envolvem nenhuma das descritas anteriormente, a superfície polida do material cerâmico era mais lisa do que a superfície cerâmica glazeada (Fasbinder e Neiva, 2016). De maneira ampla, a literatura expõe que após a realização desses passos as superfícies se tornam mais lisas e brilhantes (Lawson e Burgess, 2016), trazendo pontos positivos para a longevidade dessas reabilitações, pois dificulta a retenção de placa bacteriana. Superfícies bem polidas também parecem minimizar problemas mecânicos, afirmativa essa suportada por testes de resistência dos materiais, onde revelam que superfícies lisas apresentam maior resistência que as sem acabamento (Quirynen *et al.*, 1993; Oh *et al.*, 2002). Além disso, promovem características estéticas importantes para o paciente, como brilho, translucidez e estabilidade de cor (De Jager *et al.*, 2000; Motro *et al.*, 2012; Awad *et al.*, 2015).

Um grupo de pesquisadores (Schwindling *et al.*, 2017) comparou a resistência mecânica do silicato de lítio reforçado por zircônia, dissilicato de lítio e cerâmica feldspática. Cada grupo apresentou 16 coroas de incisivos que simularam mastigação (1.200.000 ciclos, $F_{max} = 86N$) através de teste único de carga para a falha foi realizada antes e depois de envelhecimento termomecânico. Antes do envelhecimento, todas as coroas dos incisivos monolíticos fraturaram em forças de teste > 285N. As diferenças entre os resultados não foram estatisticamente significantes. Após o envelhecimento, a resistência à fratura diminuiu para todos os

materiais, exceto o silicato de lítio reforçado com zircônia. As cargas médias de fratura foram maiores para o silicato de lítio reforçado com zircônia (766N, SD 98N) e significativamente menores para o dissilicatos de lítio (485N, SD 64N) e feldspáticas (372N, SD 116N).

As propriedades mecânicas das vitrocerâmicas SLZ foram avaliadas e comparadas com DL, através de testes de resistência à fratura, resistência à flexão, módulo de elasticidade, dureza, índice de fragilidade e microestruturas. O SLZ apresentou tenacidade à fratura significativamente maior ($2,31 \pm 0,17$ MPa m^{0,5}), resistência flexural ($443,63 \pm 38,90$ MPa), módulo de elasticidade ($70,44 \pm 1,97$ GPa) e dureza ($6,53 \pm 0,49$ GPa) do que IC ($P < 0,001$). Apesar desses números positivos, o índice de fragilidade foi maior ($2,84 \pm 0,26$ m^{1/2}) (menor usinabilidade) do que a cerâmica vítrea de DL ($P < 0,05$). SLZ demonstrou uma estrutura cristalina fina homogênea enquanto, DL revelou uma estrutura com cristais finos em forma de agulha embebidos em uma matriz vítrea. A SLZ mostrou uma menor probabilidade de falha e uma resistência maior segundo a análise de Weibull. Os pesquisadores concluíram que as propriedades mecânicas foram superiores e sugeriram que o material era confiável para o uso clínico, porém apresentou índice de fragilidade maior, demonstrando que a DL pode ter uma indicação mais ampla (Elsaka e Elnaghy, 2016).

Outro estudo realizado (Traini *et al.*, 2016) investigou as propriedades mecânicas, composição e preparo das superfícies com diferentes concentrações e tempo de espera de ácidos fluorídrico na cerâmica SLZ, cada grupo apresentou 4 espécimes. Os testes realizados envolveram avaliação de tenacidade à fratura e dureza Vickers em dois grupos: espécimes parcialmente cristalizados e totalmente cristalizados (840°C). Como resultados observaram que os valores mais elevados pertenciam aos grupos que foram aquecidos (4.7 ± 0.8 Mpa e 7.6 ± 0.7 GPa), mostrando valores baixos do grupo não aquecido (2.8 ± 0.9 Mpa e 6.8 ± 0.5 GPa). Revelaram também o cuidado necessário para o tratamento da superfície, que deverá ser realizado usando ácido fluorídrico a 4,9% por 20s.

Além de testes mecânicos, outros testes foram realizados para a SLZ, um deles avaliou sobre proliferação, disseminação ou citomorfometria comparado a Y-TZP (Rizo-Gorrita *et al.*, 2018). Os resultados mostraram maior proliferação e disseminação na superfície do Y-TZP.

Os estudos clínicos randomizados e controlados são as melhores abordagens para avaliar a eficácia de tratamentos na área da saúde. Entretanto, tais estudos são difíceis de avaliar fatores isolados de todas as variáveis que interferem no comportamento dos biomateriais testados (Anusavice *et al.*, 2007). Testes biomecânicos e análises precisas podem reduzir o número de estudos clínicos necessários para caracterizar o desempenho de um determinado material restaurador e um dos caminhos é o uso de normativas da ASTM F 394-78 e ISO 6872:2015 que regulam o uso e indicação dos materiais. Quando associadas a análises de sobrevida, torna-se possível realizar cálculos de probabilidade para detectar porcentagem de falha ou sucesso em níveis específicos de carga.

Para entender os resultados dos ensaios mecânicos, é necessário compreender os mecanismos que levam as falhas dos materiais, sendo a fractografia, um método importante para diagnóstico da origem das fraturas e direção de propagação das mesmas. (Scherrer *et al.*, 2017). Este método pode ser usado tanto para as falhas criadas em ambiente controlado como também na análise de falhas clínicas, podendo ser realizada de forma qualitativa ou quantitativa (Quinn *et al.*, 2005; Taskonak *et al.*, 2008). Cinco fatores são de suma importância para entender sobre a fractografia: registro fotográfico macroscópios das peças fraturadas, documentação estereoscópica, ler revisões sistemáticas para facilitar a identificação, apresentar em powerpoint imagens para discussão com outros pesquisadores, mapeando as características e do caminho da fratura (Scherrer *et al.*, 2017).

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

Para endereçarmos as hipóteses do efeito do ajuste tanto na Y-TZP quanto no SLZ, duas hipóteses nulas distintas serão testadas:

- 1- A resistência a flexão biaxial, microestrutura e padrão fractográfico da Y-TZP não é alterada após uma combinação de ajustes com pontas diamantadas e envelhecimento quando comparada a um grupo controle sem modificações.
- 2- O procedimento laboratorial de finalização da peça com glaze ou polimento não altera a resistência a flexão biaxial e o padrão fractográfico da SLZ quando comparado a um grupo controle pós usinagem.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Teste da hipótese 1: Resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos

4.1.1 Preparo dos espécimes

Dois discos de zircônia pré-sinterizada (VIPI, Dentsply-Sirona, Pirassununga, SP, Brasil) foram fresados pelo sistema CAD / CAM em formatos de cilindros de 18 mm de diâmetro e 21 mm de altura. Em seguida esses cilindros foram fatiados por um disco de diamante (IsoMet Diamond Wafering Blades, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) sob irrigação constante (ISOMET 1000 Precision Cutter, Buehler, Alemanha), gerando pastilhas de 2.3 mm de espessura.

As sinterizações dos corpos de prova foram realizadas de acordo com as recomendações do fabricante no forno (Programat S1, Ivoclar vivadent, Lienchtenstein, Austria).

A preparação das amostras incluiu polimento em ambas as faces (Ecomet3, Buehler, EUA), com sequência de discos diamantados Dia-grid (American Allied, California, EUA) de granulação 220, 120, 90, 40, 25, 9, 6 e 1 micrômetros, com suspensões diamantadas (American Allied, California, EUA). Ao final, foram confeccionados espécimes de 15 mm de diâmetro e 1.2 mm de espessura, seguindo a Norma ISO-6872: 2015 para testes de flexão biaxial.

4.1.2- Divisão dos grupos

Todos os 132 espécimes tiveram suas dimensões mensuradas por um micrômetro digital (Mitutoyo ABSOLUTE 500-196-20 Digital Caliper, Takatsu-ku, Kawasaki, Kanagawa, Japan), randomizados e dispostos em 4 diferentes grupos: Zircônia Controle (ZrC); Zircônia Envelhecida (ZrE); Zircônia Ajustada (ZrAj); Zircônia Ajustada e Envelhecida (ZrAjE). Cada grupo possuía 33 amostras, sendo 30 para os testes de flexão biaxial e 3 para a análise de difração de raio X (DRX).

4.1.3 Tratamentos realizados nos grupos:

4.1.3.1 Grupo Controle (ZrC)

Após o polimento descrito no tópico 4.1.1, este grupo não recebeu nenhum ajuste ou envelhecimento na superfície.

4.1.3.2 Grupo Envelhecimento em autoclave (ZrE)

Os espécimes foram colocados dentro da autoclave (Vitale class CD, Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) e 20 ciclos foram realizados para que as amostras alcançassem a temperatura de 134°C, sob pressão de 2 bar, durante um período de 20 horas (Pereira, G. K. R. *et al.*, 2015).

4.1.3.3 Ajuste da superfície das amostras

Para padronizar a espessura do desgaste da amostra, foi utilizado o protocolo descrito por Pereira e colaboradores (Pereira *et al.*, 2014). Os espécimes foram fixados em um dispositivo cilíndrico em acrílico com uma fita adesiva de silicone dupla face (3M, São Paulo, Brasil), cuja face voltada para cima foi marcada com caneta permanente (Pilot, São Paulo, Brasil).

Os processos de ajustes foram realizados por um operador treinado, utilizando brocas de diamante (#3101; KG Sorensen), com auxílio de contra-ângulo apropriado (Contra Angle Handpiece, NSK, Ti-max, X95EX, Japão) em 160.000 RPM, acoplado no motor (Motor NSK Surgic Pro, Shimohinata, Japão) com irrigação constante ($\approx$ 40mL/min), para a remoção de toda a tinta, sendo importante salientar que a broca não poderia passar aonde a tinta já havia sido removida.

4.1.3.4 Grupo Envelhecimento em autoclave (ZrAjE)

Para padronizar a espessura do desgaste da amostra, foi utilizado o protocolo descrito por Pereira e colaboradores (Pereira *et al.*, 2014). Os espécimes foram fixados em um dispositivo cilíndrico em acrílico com uma fita adesiva de silicone dupla

face (3M, São Paulo, Brasil), cuja face voltada para cima foi marcada com caneta permanente (Piloto, São Paulo, Brasil).

Os processos de ajustes foram realizados por um operador treinado, utilizando brocas de diamante (#3101; KG Sorensen), com auxílio de contra-ângulo apropriado (Contra Angle Handpiece, NSK, Ti-max, X95EX, Japão) em 160.000 RPM, acoplado no motor (Motor NSK Surgic Pro, Shimohinata, Japão) com irrigação constante ($\approx$ 40mL/min), para a remoção de toda a tinta, sendo importante salientar que a broca não poderia passar aonde a tinta já havia sido removida.

Em seguida os espécimes foram colocados dentro da autoclave (Vitale class CD, Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) e 20 ciclos foram realizados para que as amostras alcançassem a temperatura de 134°C, sob pressão de 2 bar, durante um período de 20 horas (Pereira, G. K. R. *et al.*, 2015).

4.1.4 Difração de Raios X (DRX)

Os 3 espécimes de cada grupo foram submetidos a análise por DRX, realizada em equipamento Miniflex (Rigaku, Tóquio, Japão), para determinar as fases cristalinas dos grupos. A varredura foi realizada na geometria de Bragg, equipada com um monocromador de grafite e radiação de Cu K, operando com tensão de 40 kV e uma corrente de emissão de 40 mA. Os dados foram obtidos em tempos de espaço de 1,0 s e passos de 0,20° (2) de 10 a 80°.

4.1.5 Teste de flexão biaxial

Para a determinação da resistência à flexão biaxial foi utilizado um dispositivo do tipo pistão sobre três esferas em uma máquina de ensaios mecânicos ElectroPuls™ E3000 Linear-Torsion System (Instron, Norwood, MA, EUA) a uma velocidade de 0,5mm por minuto até a falha. Estando devidamente de acordo com a normativa ISO 6872:2015, os espécimes foram marcados com uma caneta marcador (Piloto, São Paulo, SP, Brasil) no lado em que haveria contato com o pistão (compressão). Para cada grupo, foram ensaiadas 30 pastilhas. A resistência a flexão biaxial foi calculada de acordo com a equação estabelecida pela ASTM F: $S = -0.2387 P(X - Y)/d^2$ onde, S é a resistência à flexão biaxial, P é a carga no momento

da fratura, d é a espessura do corpo de prova e X e Y serão determinados pelas seguintes equações:

$$X = (1 + \nu) \ln\left(\frac{B}{C}\right)^2 + \left[\frac{(1-\nu)}{2}\right] \left(\frac{B}{C}\right)^2 \text{ e } Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln\left(\frac{A}{C}\right)^2\right] + (1 - \nu)\left(\frac{A}{C}\right)^2$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson, A é o raio do círculo formado entre as esferas de apoio (4mm), B é o raio da ponta do pistão (1,7 mm) e C é o raio do espécime (6 mm).

4.1.6 Análise estatística dos resultados

Os valores de resistência à flexão foram submetidos à análise Weibull de dois parâmetros (Synthesis 9, Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, EUA). Uma probabilidade Weibull gráfico de contorno de 2 parâmetros (Weibull módulo $[m]$ vs característica estresse $[\eta]$) foi usado (intervalos de confiança de 95%) para determinar as diferenças entre os grupos. A não sobreposição dos gráficos de contorno indica uma diferença significativa entre eles.

4.1.7 Fractografia

Todos os espécimes fraturados foram examinados em um microscópio óptico com luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), para a verificação da provável origem da fratura e direção de propagação, com aumento variando de 7, 30 e 60x. Os representativos foram avaliados pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) (JEOL T – 220 A, Scanning Microscope, Japão) afim de estabelecer a origem e direção de propagação da fratura, com aumento variando de 35, 75 e 150 X.

4.2 Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de lítio reforçado por zircônia após simulações de acabamento laboratoriais

4.2.1 Preparação dos espécimes

Noventa espécimes foram confeccionados em formatos de discos de acordo com a ISO 6872:2015. Quinze blocos de silicato de lítio reforçado por zircônia, na cor B2 (Celtra Duo, Sirona Dentsply, Milford, DE, EUA) foram fresados no formato cilíndrico, apresentando altura de 12mm e respeitando os 12 mm mínimos de diâmetro da norma. Estes cilindros foram seccionados usando um disco diamantado (IsoMet Diamond Wafering Blades, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) em uma máquina de precisão (ISOMET 1000 Precision Cutter, Buehler, Alemanha) sob arrefecimento de água, para obtenção de espécimes de 1,6 mm. A preparação das amostras incluiu polimento em uma das faces (Ecomet 3, Buehler, EUA), com sequência de discos diamantados Dia-grid (American Allied, California, EUA) de granulação 25, 9, 6 e 1 micrômetros, com suspensões diamantadas (American Allied, California, EUA). Ao final, foram confeccionados espécimes de 12 mm de diâmetro e 1.2 mm de espessura, seguindo a Norma ISO 6872: 2015 para testes de resistência de flexão biaxial. Trinta espécimes receberam tratamento com glaze em pasta de acordo com as recomendações do fabricante no forno (Programat EP3000, Ivoclar vivadent, Liechtenstein, Austria).

4.2.2 Divisão dos grupos

Os noventa espécimes foram mensurados por um micrômetro digital (Mitutoyo ABSOLUTE 500-196-20 Digital Caliper, Takatsu-ku, Kawasaki, Kanagawa, Japan), randomizados e divididos em 3 diferentes grupos: Silicato de lítio reforçado por zircônia - Controle (GC) consistindo o espécime após usinagem em CAD/CAM, seccionamento sem qualquer acabamento do lado de tração; Silicato de lítio reforçado por zirconia Polido (GPol) teste realizado com a área polida na área de tração; Silicato de lítio Glazeado (GGI) teste realizado com a área glazeada voltada para o lado de tração. Cada grupo possuía 30 amostras para os testes de resistência a flexão biaxial.

4.2.3 Teste de resistência a flexão biaxial

Para a determinação da resistência à flexão biaxial foi utilizado um dispositivo do tipo pistão sobre três esferas em uma máquina de ensaios (máquina de ensaios universal Kratos K 2000MP, São Paulo, Brasil), a uma velocidade de 0,5mm por minuto até a falha. Estando devidamente de acordo com a normativa ISO 6872:2015. Os espécimes foram marcados com uma caneta (Piloto, São Paulo, Brasil) no lado de compressão. A resistência a flexão foi calculada de acordo com a equação estabelecida pela ASTM F 394-78: $S = -0.2387 P(X - Y)/d^2$ onde, S é a resistência à flexão biaxial, P é a carga no momento da fratura, d é a espessura do corpo de prova (n=30) e X e Y serão determinados pelas seguintes equações:

$$X = (1 + \nu) \ln\left(\frac{B}{C}\right)^2 + \left[\frac{(1-\nu)}{2}\right] \left(\frac{B}{C}\right)^2 \text{ e } Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln\left(\frac{A}{C}\right)^2\right] + (1 - \nu)\left(\frac{A}{C}\right)^2$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson, A é o raio do círculo formado entre as esferas de apoio (4mm), B é o raio da ponta do pistão (1,7 mm) e C é o raio do espécime (6 mm).

4.2.6 Análise estatística dos resultados

Os valores de resistência à flexão foram submetidos à análise Weibull de dois parâmetros (Synthesis 9, Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, EUA). Uma probabilidade Weibull gráfico de contorno de 2 parâmetros (Weibull módulo [m] vs característica estresse [η]) foi usado (intervalos de confiança de 95%) para determinar as diferenças entre os grupos. A não sobreposição dos gráficos de contorno indica uma diferença significativa entre eles.

4.2.7 Fractografia

Todos os espécimes fraturados foram examinados em um microscópio óptico com luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), para a verificação da provável origem da fratura e direção de propagação, com aumentos de 7, 30 e 60x. Os espécimes mais representativos foram avaliados em microscopia eletrônica de

varredura (MEV) (JEOL T – 220 A, Scanning Microscope, Tóquio, Japão) afim de estabelecer a origem e direção de propagação da fratura, com aumentos de 35, 75 e 150x.

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 Teste da hipótese 1: resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos

5.1.1 DRX

A partir deste teste pudemos observar que o grupo controle (ZrC) se manteve sem fase monoclinica (fase-M), porém o grupo de envelhecimento dos espécimes em baixas temperaturas (ZrE), e o de desgastes das superfícies com brocas diamantadas (ZrAj e ZrAjE) sofreram um aumento de fase monoclinica (Fig. 1). A combinação dos tratamentos de ajuste e envelhecimento (ZrAjE) levou ao maior aumento do pico de fase-M (Fig. 1).

Figura 1 – Difratomogramas de Raios X coletados de todos os grupos (canto superior esquerdo – ZrC; Canto superior direito – ZrE; Canto inferior esquerdo – ZrAj; Canto inferior direito - ZrAjE). Com excessão do ZrC, os demais grupos apresentam picos de fase monoclinica que se antecede da fase tetragonal, embora em níveis diferentes.

5.1.2 Teste de resistência a flexão biaxial

A resistência característica (σ_c em MPa) comparada entre os grupos ZrC, ZrE, ZrAj e ZrAjE não foi diferente estatisticamente. O módulo de Weibull (m), que denota distribuição de falhas dentro das amostras também não foi diferente (Tabela 1).

Tabela 1 - Resistência característica (σ_c), módulo de Weibull (m) e respectivos intervalos de confiança do grupo zircônia. Letras maiúsculas comparam as colunas e minúsculas as linhas, sendo que letras diferentes indicam diferença estatística ($P < 0.05$).

Grupos	σ_c	Limites superior – inferior (95%)	m	Limites superior – inferior (95%)
ZrC	1.197,93 Aa	1155.38 – 1242.06	10.36 Aa	7.73 – 13.89
ZrE	1.153,39 Aa	1112.57 – 1195.72	10.26 Aa	7.6 – 13.88
ZrAj	1.138,75 Aa	1090.16 – 1189.51	8.63 Aa	6.45 – 11.55
ZrAjE	1.105,04 Aa	1056.92 – 1155.35	8.39 Aa	6.24 – 11.3

A distribuição dos espécimes plotadas em função da falha encontra-se na figura 2, onde denota-se o posicionamento dos grupos sobre o mesmo intervalo de confiança. Uma forma de visualizar as possíveis diferenças entre os grupos é pelo gráfico de contour plot, onde os dados da tabela acima são combinados (Fig. 3). Neste gráfico, nota-se que os tratamentos realizados não alteraram o módulo de Weibull ou a resistência característica dos grupos, o que é evidenciado pela sobreposição entre os contornos. Para compreender a probabilidade de sobrevivência em função da resistência característica calculada no teste de resistência a flexão biaxial, foi desenhado um gráfico onde também se pode notar que todos os grupos se encaixam no mesmo intervalo de confiança, comprovando a ausência de diferença estatística também para este parâmetro (Fig. 4).

Figura 2 – Probabilidade de falha: denota-se o posicionamento dos grupos encontra-se sobre o mesmo intervalo de confiança.

Figura 3 - Contour plot mostrando que não houve alteração no módulo de Weibull ou na resistência característica dos grupos. A sobreposição entre os grupos indica que eles são homogêneos.

Figura 4 – Mostra a resistência característica, onde nota-se que todos os grupos se encaixam no mesmo intervalo de confiança, comprovando a ausência de diferença estatística também para este parâmetro.

5.1.3 Fractografia

5.1.3.1 Aspectos gerais dos tratamentos de superfície

As análises realizadas através de microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), revelaram que os espécimes que receberam tratamento de desgaste da superfície apresentam uma padronização das ranhuras geradas pelo desgaste das pontas diamantadas, (Fig. 5C e 5D). O grupo que recebeu tratamento de envelhecimento não demonstrou tais características na superfície (Fig. 5A e 5B).

Figura 5 – O exame fractográfico panorâmico de cada espécime (A- ZrC; B- ZrE; C- ZrAj; D- ZrAjE). Esses são os aspectos das superfícies logo após teste de resistência a flexão biaxial, análises realizadas com microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha) com aumento de 7x. Figuras A e B não apresentam diferenças perceptíveis, assim como figuras C e D onde percebemos que há uma padronização da direção do desgaste.

5.1.3.2 Origem das fraturas

Com um aumento de 30x e 60x no microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), foram avaliados fragmentos dos espécimes já fraturados com a finalidade de diagnosticar a origem das fraturas (Fig. 6).

Em seguida os fragmentos mais representativos de cada grupo foram metalizados e analisados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (JEOL T – 220 A, Scanning Microscope, Tóquio, Japão), em aumentos de 75x e 150x (Fig. 7 e 8). Os quatro grupos apresentaram início de fratura localizado no lado oposto em que o teste foi realizado (região de tração) e próximo ao centro do disco. Um espécime do grupo ZrC apresentou início de fratura longe da região central, apresentando resistência inferior (Fig. 7A).

Figura 6 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrC; C e D- ZrE; E e F- ZrAj; G e H- ZrAjE), nos aumentos de 30x (A, C, E e G) e 60x (B, D, F e H) respectivamente no microscópio óptico de luz polarizada, mostrando a origens das fraturas estão representadas através de círculos ponteados brancos. As setas ponteadas pretas indicam a direção de propagação das trincas (--->). As setas pretas representam a região de curva de compressão (—>).

Figura 7 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrC; C e D- ZrE), nos aumentos de 75x (A e C) e 150x (B e D) respectivamente no MEV, indicam a origem das fraturas através de uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles). Nota-se diferença nos padrões de fraturas da figura A, representada por 1 espécime com o B que ilustra o modo de falha mais comumente encontrado. A e B correspondem ao único espécime do ZrC que apresentou resistência a flexão biaxial baixa. A não demonstrou uma curva de compressão porém arrest lines foram detectadas onde o lado côncavo aponta para a origem da fratura (asterisco preto).

Figura 8 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- ZrAj; C e D- ZrAjE), nos aumentos de 75x (A e C) e 150x (B e D) respectivamente no MEV, indicam as origens das fraturas através uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles). Nota-se semelhança nas localidades das origens de fraturas (na superfície) e direção de propagação.

5.2 Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de lítio reforçado por zircônia após simulações laboratoriais

5.2.1 Resultado teste de resistência a flexão biaxial

A resistência característica (σ_c) comparada entre os grupos GC, GPol e GGI apresentaram diferenças entre os grupos. O módulo de Weibull (m), que representa a confiabilidade estrutural de um material e a distribuição de falhas, foi diferente entre os grupos (Tabela 2).

Tabela 2 - Resistência característica (σ_c), módulo de Weibull (m) e respectivos intervalos de confiança do Silicato de lítio reforçado por zircônia.

Grupos	σ_c	Limites superior – inferior (95%)	m	Limites superior – inferior (95%)
GC	325.5 a	342.76 – 309.1	7.23 A	9.57 – 5.47
GPol	322.95 a	357.12 – 292.04	3.75 a	4.99 – 2.82
GGI	456.11 A	489.79 – 424.76	5.32 Aa	6.92 – 4.1

A distribuição dos espécimes plotadas em função da falha encontra-se na figura 9, onde denota-se o posicionamento dos grupos sobre diferente intervalo de confiança. Uma forma de visualizar as possíveis diferenças entre os grupos é pelo gráfico de contour plot, onde os dados da tabela acima são combinados (Fig. 10). Neste gráfico, nota-se que os tratamentos realizados alteraram o módulo de Weibull, o que é evidenciado pela não sobreposição entre os contornos, a resistência característica do GC e GPol são semelhantes, e GGI se mostrou superior. Para compreender a probabilidade de sobrevivência em função da resistência característica calculada no teste de resistência a flexão biaxial, foi desenhado um gráfico onde também se pode notar que todos os grupos não se encaixam no mesmo intervalo de confiança, comprovando a ausência que há diferença estatística também para este parâmetro (Fig. 11).

Figura 9 – Mostra a resistência característica versus probabilidade de falha em função dos dados de resistência a flexão biaxial.

Figura 10 - Contour plot mostrando que houve alteração no módulo de Weibull, a não sobreposição entre os grupos indica que eles são heterogêneos. a resistência característica do GC e GPol são semelhantes e GGI superior. A não sobreposição entre os grupos indica que eles são heterogêneos.

Figura 11 – Mostra a resistência característica versus probabilidade de sobrevivência em função dos dados de resistência a flexão biaxial.

5.2.2 Fractografia

5.2.2.1 Aspectos gerais dos tratamentos procedimentos realizados na superfície

As análises realizadas através de microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), revelaram que os espécimes que não receberam polimento ou glazeamento das superfícies apresentam ausência de brilho na superfície em que foi realizado o teste de tração (Fig. 12A e B). O modo geral de fratura foi em vários fragmentos a partir do centro do disco, do lado de tração.

Figura 12 – O exame fractográfico panorâmico de cada espécime (A e B- GC; C e D- GPol; E e F- GGI). Esses são os aspectos das superfícies logo após teste de resistência a flexão biaxial (aumento de 7x). Figuras A e B apresenta uma superfície menos polida que figuras C, D, E e F. Os padrões de fratura foram próximos do centro dos espécimes.

5.2.2.2 Origem das fraturas

Com um aumento de 30x e 60x no microscópio óptico de luz polarizada AxioZoom V16 (Zeiss, Oberkochen, Alemanha), foram avaliados fragmentos dos espécimes já fraturados com a finalidade de diagnosticar o início de fratura (Fig. 13).

No segundo momento os fragmentos mais representativos de cada grupo foram metalizados e analisados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (JEOL T –

220 A, Scanning Microscope, Japão), em aumentos de 75x e 150x (Fig. 14). De modo geral podemos dizer que houve um padrão de fratura dos espécimes, os três grupos apresentaram início de fratura localizado no lado oposto em que o teste foi realizado (região de tração) e próxima a região do centro. Foram observados hackles, curvas de compressão, áreas de espelho, entre outros que indicam a origem e direção de propagação das trincas (Figs. 13 e 14).

Figura 13 - O exame fractográfico de cada espécime (A e B- GC; C e D- GPol; E e F- GGI), nos aumentos de 30x (A, C e E) e 60x (B, D e F) respectivamente, no microscópio óptico de luz polarizada. A origem das fraturas estão representadas através de círculos ponteados brancos. As setas ponteadas pretas a direção de propagação das trincas (--->) e as setas pretas indicam áreas de compressão (—>).

Figura 14 - O exame fractográfico de cada espécime (A- GC; B- GPol; C- GGI), nos aumentos de 75x e 150x respectivamente no MEV, indicam a origem da fratura através de uma seta branca vazada. As setas ponteadas brancas indicam a direção de propagação das trincas (hackles), asterisco preto indicam arrest lines cuja concavidade aponta para a origem da fratura e setas brancas áreas de espelho.

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

6.1 Teste da hipótese 1: Resistência de zircônia de infra-estrutura após simulação de ajustes clínicos

Apesar das principais falhas estarem voltadas à porcelana de revestimento nas próteses fixas de porcelana sobre zircônia, ressalta-se resultados clínicos de 10 anos reportando fraturas de infra-estruturas, que podem ocorrer devido a traumas, erros técnicos (dimensões inadequadas das infra-estruturas) ou ajustes nas superfícies (Sax *et al.*, 2011). Embora não tenha sido realizado DRX nas amostras falhadas, estudos futuros são necessários para entender as razões de falhas que eventualmente envolvem também a infra-estrutura.

Em nosso estudo a hipótese nula foi aceita, pois a resistência a flexão biaxial Y-TZP não foi alterada após ajustes da superfície com pontas diamantadas e envelhecimento, quando comparada com grupo sem tratamento ou envelhecimento da superfície. O padrão fractográfico dos grupos ZrC, ZrE, ZrAj e ZrAjE se apresentaram similares, onde marcas clássicas de fractografia (hackles, arrest lines, etc.) puderam ser identificadas nas superfícies fraturadas, conforme ilustrado em resultados.

A literatura reporta que a quantidade de fase *m* detectada nas superfícies de Zr têm sido correlacionadas como um preditivo para a presença de degradação por baixas temperaturas. Os achados encontrados nessa pesquisa corroboram com a de Guilardi e colaboradores (Guilardi *et al.*, 2017), que realizaram testes de resistência a flexão biaxial e DRX em grupos controle sem tratamento adicional (Ctrl), envelhecidos e sem tratamento adicional (Ctrl LTD), ajustados com pontas diamantadas extra-finas (Xfine), ajustados com pontas diamantadas extra-finas e envelhecidos (Xfine LTD), ajustados com pontas diamantadas grossas (Coarse) e ajustados com pontas diamantadas grossas e envelhecidos (Coarse LTD). Os autores concluíram que houve o aparecimento de fase *m* nos grupos Ctrl LTD, Xfine, Xfine LTD, Coarse e Coarse LTD. Todavia, nem os ajustes e nem os envelhecimentos das amostras levaram a um efeito deletério sobre as propriedades mecânicas da Y-TZP.

A explicação de ter ocorrido aumento de fase *m* e não ter sido encontrado diferença significativa na resistência de flexão biaxial entre os grupos pode ser em virtude da transformação de fase t-m, onde espera-se um aumento volumétrico de $\approx 4\%$ ao redor da área próxima aos defeitos, resultando em uma concentração de tensão de compressão em torno do defeito, que dificulta a propagação de trinca (Amaral *et al.*, 2013; Pereira, G. *et al.*, 2015; Garvie *et al.*, 2017), no presente estudo houve uma quantidade de fase monoclinica nos grupos ZrE, ZrAj e ZrAjE.

O estudo de Pereira e colaboradores (Pereira, G. *et al.*, 2015), apresentaram resultados similares em relação ao DRX, os grupos que receberam ajustes das superfícies com pontas diamantadas e passaram pelo processo de envelhecimento apresentaram aumento de fase monoclinica, semelhante aos encontrados nessa pesquisa. Os resultados do módulo de Weibull também foram similares, não houveram diferenças estatísticas entre os grupos. Os autores encontraram aumento da resistência característica para as pontas de maior granulação e sugeriram que a topografia e a aspereza são características que devem ser levadas em consideração. Sugeriram que a aspereza pode prever o comportamento mecânico de um material após o envelhecimento, pois uma superfície mais lisa diminui a suscetibilidade do LTD e uma superfície mais áspera se mostra mais propensa a LTD. O estudo realizado pelo nosso grupo de pesquisa não realizou análise topográfica das superfícies de Y-TZP, sendo esta uma limitação do presente estudo.

A literatura indica também que ajustes superficiais na zircônia podem induzir modificações superficiais, danos e transformações de fase t-m (Maerten *et al.*, 2013; Pereira, G. K. R., Fraga, S., *et al.*, 2016). O estudo realizado por Karakoca e Yilmaz (Karakoca e Yilmaz, 2009) não corrobora com os achados desta pesquisa, pois os autores apresentaram como conclusões que os ajustes geraram redução na resistência da Y-TZP e modificações superficiais importantes. Porém deve-se levar em consideração que os desgastes das superfícies com pontas diamantadas foram realizados sem irrigação e na velocidade de 20.000 RPM. No presente estudo foi realizada a irrigação durante os ajustes e a velocidade foi maior (160.000 RPM), similar aos realizados por outros autores (Karakoca e Yilmaz, 2009; Pereira, G. K. *et al.*, 2016; Pereira, G. K. R., Silvestri, T., *et al.*, 2016).

Outros estudos sugeriram que a temperatura produzida na área pelo desgaste, a severidade do desgaste e a alta velocidade durante os ajustes podem influenciar negativamente na resistência à flexão biaxial (Kosmac *et al.*, 2000; Curtis *et al.*, 2006; Iseri *et al.*, 2012; Hjerppe *et al.*, 2016). Os efeitos de desgastes podem ser positivos ou negativos para as propriedades mecânicas da Y-TZP. Existe a hipótese da falha catastrófica estar diretamente relacionada com a profundidade dos defeitos introduzidos (Kosmac *et al.*, 1999; Guazzato *et al.*, 2005). Se as falhas realizadas com pontas diamantadas forem mais profundas, podem ultrapassar a camada compressiva da superfície, causando a falha dos espécimes (Peterson *et al.*, 1998).

Com base nos resultados de estudos anteriores, (Huang, 2003; Yin, 2004) o uso de alta velocidade para o desgaste aliado ao resfriamento com água pode ser aconselhável para estruturas de zircônia, a fim de tornar o corte o mais eficiente e evitar danos excessivos na superfície.

Corroborando com as análises realizadas em MEV (Pereira, G. K. *et al.*, 2016; Guilardi *et al.*, 2017) as análises em microscópio óptico de luz polarizada da Zr mostraram que a direção dos desgastes com brocas diamantadas seguiu o mesmo padrão (ZrAj e ZrAjE), enquanto que superfícies envelhecidas sem desgastes não demonstram nenhuma alteração de cor ou textura quando comparadas com o grupo controle (ZrC e ZrE). Além disso, as demais imagens de fractografia são similares as encontradas na literatura (Pereira, G. K. R. *et al.*, 2015).

Para entender sobre a degradação da Y-TZP, um estudo avaliou quatro grupos G1: TZ-PX-242A, Zpex®; G2: TZ-PX-357, ZpexYellow®; G3: ProtMat® e G4: LAVA Frame® (G1 e G2 zircônias monolíticas translúcidas; G3 e G4 zircônias tradicionais). As amostras de 25 x 2 x 1,5 mm foram fixadas na base de próteses totais provisórias. Os testes realizados incluíram rugosidade superficial, resistência flexural de quatro pontos e DRX. Após o período de 100 dias, encontrou-se transformação de fase tetragonal-monoclínica na zircônia mesmo após tão curto prazo. A rugosidade superficial aumentou em todos os grupos, e os grupos G3 e G4 apresentaram aumento na resistência mecânica quando comparados com G1 e G2 (Borges, 2019).

Embora a literatura cite a metaestabilidade da Y-TZP, é importante entender que existe uma variedade grande de fabricantes com diferentes composições e

métodos de processamento que quando combinados a diferentes ajustes clínicos e ao envelhecimento em boca podem ou não resultar em problemas de fraturas em infra-estruturas.

6.2 Teste da hipótese 2: Resistência do Silicato de lítio reforçado por zircônia após simulações laboratoriais

Apesar da ênfase no uso de materiais monolíticos policristalinos o uso dos materiais vítreos ainda é predominante, em especial como coroas monolíticas de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçado por zircônia. A forte tendência do mercado pela procura desses materiais se dá pela facilidade de construção e maquiagem com excelente resultado estético e de longevidade (Sato *et al.*, 2016).

As cerâmicas vítreas são suscetíveis à propagação de trincas, tornando a resistência mecânica desse material inferior às cerâmicas policristalinas (Borba *et al.*, 2011). O silicato de lítio reforçado por zircônia foi desenvolvido para ser um material resistente e eficiente (Belli *et al.*, 2017), por conter grande quantidade de dióxido de zircônio incorporado, além de melhorar a resistência do material, permite um excelente polimento na superfície (Ramos Nde *et al.*, 2016; Traini *et al.*, 2016; Schwindling *et al.*, 2017).

Restaurações monolíticas fabricadas a partir de silicato de lítio reforçado com zircônia mantêm alta resistência à fratura após um extenso envelhecimento termomecânico. O estudo realizado por Schwindling e colaboradores através de teste pré-clínico demonstrou que falhas coesivas de coroas anteriores monolíticas produzidas por esse material não são um grande problema na prática odontológica (Schwindling *et al.*, 2017). Existem atualmente duas marcas comerciais do silicato de lítio reforçado por zircônia, Celtra Duo e Suprinity. Ambas foram testadas e apesar de o Celtra Duo apresentar resistência mecânica maior, não foi estatisticamente significante quando comparada com o Suprinity (Wendler *et al.*, 2017). Ambas são comercializadas para serem ou polidas ou glazeadas após a fresagem.

No estudo realizado por Riquieri e colaboradores (Riquieri *et al.*, 2018) avaliaram a resistência mecânica de vitrocerâmicas SLZ em estados parcialmente e

totalmente cristalizados, a resistência característica do SLZ para os espécimes que foram levados parcialmente ao forno foram de 106,95 MPa (Vitasuprinity) e 163,86 MPa (Celtra), já para grupos levados ao forno totalmente os resultados se mostraram superiores 191,02 MPa (Vitasuprinity) e 251,25 MPa (Celtra), bastante similar com o que foi encontrado no presente estudo. O GGI foi cristalizado totalmente e mostrou excelente resultado de resistência mecânica quando comparados com grupos que não sofreram a queima.

Os dados encontrados pelo grupo de Traini e colaboradores estão em concordância com os encontrados no presente estudo, onde os valores foram mais elevados para grupos glazeados (4.7 ± 0.8 Mpa e 7.6 ± 0.7 GPa), e menores para grupo não glazeado (2.8 ± 0.9 Mpa e 6.8 ± 0.5 GPa) (Traini *et al.*, 2016).

As propriedades mecânicas do SLZ foram inferiores após o polimento (GPol) e quando testados após serem fatiados com um disco diamantado (GC), sendo semelhantes entre si. Os espécimes tratados com glaze (GGI) apresentaram uma resistência mecânica maior que os demais grupos. Possivelmente o GC propiciou uma superfície semelhante a um ajuste, dessa forma torna-se importante compreender o impacto dos ajustes clínicos no processo.

Na literatura foi encontrado um estudo clínico, no qual avaliou sessenta restaurações assentadas adesivamente após um ano. Dois grupos foram estabelecidos, de acordo com o procedimento de pós-processamento das restaurações SLZ antes do assentamento adesivo: grupo I (polimento em três etapas, $n = 32$) e grupo II (glazeamento, $n = 28$). Os resultados mostraram que esteticamente, funcionalmente e biologicamente o material vitrocerâmico apresentou uma taxa de sucesso alta, apesar de duas coroas fraturarem (Zimmermann *et al.*, 2017).

Devido as características ácido sensíveis das cerâmicas ZLS, a superfície pode ser condicionada por ácido fluorídrico (Sato *et al.*, 2016). Um aspecto não estudado e de relevância é a superfície de cimentação após esse condicionamento com ácido hidrofluorídrico. Diferentes tipos de protocolos de condicionamento ácido podem ser uma problemática para o material reabilitador. O ácido hidrofluorídrico (10%) quando aplicado por 10 segundos pode impactar na profundidade de remoção de matriz vítrea, dissolvendo até 0,3 a 0,6 mm (Gomes *et al.*, 2017; Murillo-Gomez *et al.*, 2018). Outro

autor revelou que o cuidado necessário para o tratamento da superfície, deverá ser realizado usando ácido fluorídrico a 4,9% por 20s (Traini *et al.*, 2016).

As características de origens de fraturas apresentando “Hackle lines”, comumente formadas quando uma trinca cresce rápido, e “Arrest lines”, que indicam a direção da propagação da trinca, onde mostraram que a propagação de trinca originou-se do ponto de carga foram bastante semelhantes às análises encontradas por Gomes e colaboradores (Gomes *et al.*, 2017).

Por fim, mais estudos clínicos são necessários para a melhor compreensão deste material.

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

- 1- Sobre a hipótese 1 concluímos que a resistência a flexão biaxial, microestrutura e padrão fractográfico da Y-TZP não é alterada após uma combinação de ajustes com pontas diamantadas e envelhecimento quando comparada a um grupo controle sem modificações.
 - 2- Sobre a hipótese 2 concluímos que o procedimento laboratorial de finalização da peça com glaze aumenta a resistência a flexão biaxial e o padrão fractográfico da SLZ quando comparado a um grupo controle pós usinagem e o grupo que recebeu polimento. Todavia, mais estudos precisam ser realizados.
-
-

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

ABOUSHELIB, M. N.; FEILZER, A. J.; KLEVERLAAN, C. J. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater*, v. 25, n. 3, p. 383-91, Mar 2009.

ABOUSHELIB, M. N.; WANG, H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. *J Prosthet Dent*, v. 104, n. 2, p. 98-104, Aug 2010.

AMARAL, M. et al. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 101, n. 8, p. 1387-92, Nov 2013.

ANUSAVICE, K. J.; KAKAR, K.; FERREE, N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implants Res*, v. 18 Suppl 3, p. 218-31, Jun 2007.

ANUSAVICE, K. S., C. RAWLS HR. Phillips' Science of Dental Materials. Elsevier Inc., 2013.

ASTM-F394-78. Standard test method for biaxial flexure strenght (modulus of rupture) of ceramic substrates. West Conshohocken(PA);1996.

AWAD, D. et al. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM materials and composite resins with respect to thickness and surface roughness. *J Prosthet Dent*, v. 113, n. 6, p. 534-40, Jun 2015.

BACHHAV, V. C.; ARAS, M. A. Zirconia-based fixed partial dentures: a clinical review. *Quintessence Int*, v. 42, n. 2, p. 173-82, Feb 2011.

BADAWY, R.; EL-MOWAFY, O.; TAM, L. E. Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials - Alternative loading approach for compact tension test. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 847-52, Jul 2016.

BELLI, R. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dent Mater*, v. 33, n. 1, p. 84-98, Jan 2017.

BERGAMO, E. et al. Fracture Load and Phase Transformation of Monolithic Zirconia Crowns Submitted to Different Aging Protocols. *Oper Dent*, v. 41, n. 5, p. E118-E130, Sep-Oct 2016.

BEUER, F. et al. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dent Mater*, v. 28, n. 4, p. 449-56, Apr 2012.

BEUER, F. et al. Prospective study of zirconia-based restorations: 3-year clinical results. *Quintessence Int*, v. 41, n. 8, p. 631-7, Sep 2010.

BORBA, M. et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*, v. 27, n. 7, p. 710-21, Jul 2011.

BORGES, M. A. P. A. M. R., DOS SANTOS, H. E. S.; DOS ANJOS, M. J. CARLOS; ELIAS, N. Oral degradation of Y-TZP ceramics. *Ceramics International*, v. 45, n. 8, p. 9955-9961, 1 June 2019 2019.

Celtra Duo®. Celtra block for cerec and inlab. Dentsply Indústria e Comércio Ltda, DeguDent GmbH, Hanau, Wolfgang, Alemanha (2014).

CHEVALIER J, G. L., DEVILLE S. . Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res*, p. 37:1-32., 2007.

CHEVALIER, J. G., L. DEVILLE, S. Low-temperature degradation of zircônia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res*, v. 37, p. 1-32, 2007.

CORAZZA, P. H. et al. Influence of CAD-CAM diamond bur deterioration on surface roughness and maximum failure load of Y-TZP-based restorations. *Am J Dent*, v. 28, n. 2, p. 95-9, Apr 2015.

CURTIS, A. R.; WRIGHT, A. J.; FLEMING, G. J. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, v. 34, n. 3, p. 195-206, Mar 2006.

DE JAGER, N.; FEILZER, A. J.; DAVIDSON, C. L. The influence of surface roughness on porcelain strength. *Dent Mater*, v. 16, n. 6, p. 381-8, Nov 2000.

DENRY, I. L.; HOLLOWAY, J. A. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 76, n. 2, p. 440-8, Feb 2006.

DENRY, I.; KELLY, J. R. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, v. 24, n. 3, p. 299-307, Mar 2008.

DENRY, I.; KELLY, J. R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*, v. 93, n. 12, p. 1235-42, Dec 2014.

EDELHOFF, D.; BRIX, O. All-ceramic restorations in different indications: a case series. *J Am Dent Assoc*, v. 142 Suppl 2, p. 14S-9S, Apr 2011.

ELSAKA, S. E.; ELNAGHY, A. M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 908-14, Jul 2016.

FASBINDER, D. J.; NEIVA, G. F. Surface Evaluation of Polishing Techniques for New Resilient CAD/CAM Restorative Materials. *J Esthet Restor Dent*, v. 28, n. 1, p. 56-66, Jan-Feb 2016.

FERRARI, M.; VICHI, A.; ZARONE, F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. *Dent Mater*, v. 31, n. 3, p. e63-76, Mar 2015.

FISCHER, H.; RENTZSCH, W.; MARX, R. R-curve behavior of dental ceramic materials. *J Dent Res*, v. 81, n. 8, p. 547-51, Aug 2002.

FURTADO DE MENDONCA, A. et al. Microstructural and Mechanical Characterization of CAD/CAM Materials for Monolithic Dental Restorations. *J Prosthodont*, Aug 18 2018.

GARVIE, P. A. et al. Roles of Medication Responsibility, Executive and Adaptive Functioning in Adherence for Children and Adolescents With Perinatally Acquired HIV. *Pediatr Infect Dis J*, v. 36, n. 8, p. 751-757, Aug 2017.

GARVIE, R. C. H., R. H. PASCOE, R.T. Ceramic steel. *Nature*, v. 258, p. 703-704, 1975.

GEHRT, M. et al. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. *Clin Oral Investig*, v. 17, n. 1, p. 275-84, Jan 2013.

GIORDANO, R. Materials for chairside CAD/CAM-produced restorations. *J Am Dent Assoc*, v. 137 Suppl, p. 14S-21S, Sep 2006.

GOMES, R. S. et al. Misfit and fracture load of implant-supported monolithic crowns in zirconia-reinforced lithium silicate. *J Appl Oral Sci*, v. 25, n. 3, p. 282-289, May-Jun 2017.

- GUAZZATO, M. et al. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, v. 33, n. 1, p. 9-18, Jan 2005.
- GUESS, P. C. et al. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am*, v. 55, n. 2, p. 333-52, ix, Apr 2011.
- GUILARDI, L. F. et al. Surface micro-morphology, phase transformation, and mechanical reliability of ground and aged monolithic zirconia ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 65, p. 849-856, Jan 2017.
- HANNINK, R. H. J. K., P.M. MUDDLE, B.C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 83, p. 461-487, 2000.
- HJERPPE, J. et al. Surface roughness and the flexural and bend strength of zirconia after different surface treatments. *J Prosthet Dent*, v. 116, n. 4, p. 577-583, Oct 2016.
- HOLAND, W. et al. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res*, v. 53, n. 4, p. 297-303, 2000.
- INOKOSHI, M. et al. Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater*, v. 30, n. 6, p. 669-78, Jun 2014.
- ISERI, U. et al. Comparison of different grinding procedures on the flexural strength of zirconia. *J Prosthet Dent*, v. 107, n. 5, p. 309-15, May 2012.
- ISO-6872. International Organization for Standardization, ISO/CD 6872. Dentistry ceramic materials; 2015. <https://www.iso.org/standard/41385.html>.
- JING, Z. et al. Effect of multistep processing technique on the formation of micro-defects and residual stresses in zirconia dental restorations. *J Prosthodont*, v. 23, n. 3, p. 206-12, Apr 2014.
- KARAKOCA, S.; YILMAZ, H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 91, n. 2, p. 930-7, Nov 2009.
- KELLY, J. R. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am*, v. 48, n. 2, p. viii, 513-30, Apr 2004.
-

KELLY, J. R.; DENRY, I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*, v. 24, n. 3, p. 289-98, Mar 2008.

KIM, J. W. et al. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res*, v. 89, n. 1, p. 91-5, Jan 2010.

KOSMAC, T. et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*, v. 15, n. 6, p. 426-33, Nov 1999.

KOSMAC, T. et al. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res*, v. 53, n. 4, p. 304-13, 2000.

LAND, C. Porcelain Dental Art. *Dent Cosmos*, v. 45, p. 615-620, 1903.

LARSSON, C.; VULT VON STEYERN, P. Implant-supported full-arch zirconia-based mandibular fixed dental prostheses. Eight-year results from a clinical pilot study. *Acta Odontol Scand*, v. 71, n. 5, p. 1118-22, Sep 2013.

LAWSON, N. C.; BANSAL, R.; BURGESS, J. O. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. *Dent Mater*, v. 32, n. 11, p. e275-e283, Nov 2016.

LAWSON, N. C.; BURGESS, J. O. Gloss and Stain Resistance of Ceramic-Polymer CAD/CAM Restorative Blocks. *J Esthet Restor Dent*, v. 28 Suppl 1, p. S40-5, Mar 2016.

LAZAR, D. R. et al. Y-TZP ceramic processing from coprecipitated powders: a comparative study with three commercial dental ceramics. *Dent Mater*, v. 24, n. 12, p. 1676-85, Dec 2008.

LUGHI, V.; SERGO, V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater*, v. 26, n. 8, p. 807-20, Aug 2010.

MAERTEN, A. et al. Characterizing the transformation near indents and cracks in clinically used dental yttria-stabilized zirconium oxide constructs. *Dent Mater*, v. 29, n. 2, p. 241-51, Feb 2013.

MAKHIJA, S. K. et al. Dentist material selection for single-unit crowns: Findings from the National Dental Practice-Based Research Network. *J Dent*, v. 55, p. 40-47, Dec 2016.

MIURA, S. et al. Clinical evaluation of zirconia-based all-ceramic single crowns: an up to 12-year retrospective cohort study. Clin Oral Investig, v. 22, n. 2, p. 697-706, Mar 2018.

MONACO, C. et al. Clinical evaluation of tooth-supported zirconia-based fixed dental prostheses: a retrospective cohort study from the AIOP clinical research group. Int J Prosthodont, v. 28, n. 3, p. 236-8, May-Jun 2015.

MOTRO, P. F.; KURSOGLU, P.; KAZAZOGLU, E. Effects of different surface treatments on stainability of ceramics. J Prosthet Dent, v. 108, n. 4, p. 231-7, Oct 2012.

MURILLO-GOMEZ, F.; PALMA-DIBB, R. G.; DE GOES, M. F. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. Dent Mater, v. 34, n. 6, p. 944-955, Jun 2018.

NAKAMURA, K. et al. The influence of low-temperature degradation and cyclic loading on the fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns. J Mech Behav Biomed Mater, v. 47, p. 49-56, Jul 2015.

OH, W. S.; DELONG, R.; ANUSAVICE, K. J. Factors affecting enamel and ceramic wear: a literature review. J Prosthet Dent, v. 87, n. 4, p. 451-9, Apr 2002.

PAPANAGIOTOU, H. P. et al. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. J Prosthet Dent, v. 96, n. 3, p. 154-64, Sep 2006.

PEREIRA, G. et al. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. J Mech Behav Biomed Mater, v. 45, p. 183-92, May 2015.

PEREIRA, G. K. et al. Effect of grinding with diamond-disc and -bur on the mechanical behavior of a Y-TZP ceramic. J Mech Behav Biomed Mater, v. 37, p. 133-40, Sep 2014.

PEREIRA, G. K. et al. Mechanical behavior of a Y-TZP ceramic for monolithic restorations: effect of grinding and low-temperature aging. Mater Sci Eng C Mater Biol Appl, v. 63, p. 70-7, Jun 2016.

PEREIRA, G. K. R. et al. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. J Mech Behav Biomed Mater, v. 61, p. 45-54, Aug 2016.

PEREIRA, G. K. R. et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 55, p. 151-163, Mar 2015.

PEREIRA, G. K. R. et al. The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analyses. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 63, p. 417-442, Oct 2016.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, v. 20, n. 1, p. 1-25, Jan 1999.

PIEGER, S.; SALMAN, A.; BIDRA, A. S. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent*, v. 112, n. 1, p. 22-30, Jul 2014.

PJETURSSON, B. E. et al. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: Single crowns. *Clin Oral Implants Res*, v. 18 Suppl 3, p. 73-85, Jun 2007.

PJETURSSON, B. E. et al. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater*, v. 31, n. 6, p. 624-39, Jun 2015.

PJETURSSON, B. E. et al. Corrigendum to "All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs" [*Dental Materials* 31 (6) (2015) 624-639]. *Dent Mater*, v. 33, n. 1, p. e48-e51, Jan 2017.

PREIS, V. et al. Surface properties of monolithic zirconia after dental adjustment treatments and in vitro wear simulation. *J Dent*, v. 43, n. 1, p. 133-9, Jan 2015.

QUINN, J. B. et al. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. *Dent Mater*, v. 21, n. 10, p. 920-9, Oct 2005.

QUIRYNEN, M. et al. An in vivo study of the influence of the surface roughness of implants on the microbiology of supra- and subgingival plaque. *J Dent Res*, v. 72, n. 9, p. 1304-9, Sep 1993.

RAMOS NDE, C. et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 870-8, Jul 2016.

RAUCH, A. et al. Clinical survival of chair-side generated monolithic lithium disilicate crowns: 10-year results. *Clin Oral Investig*, v. 22, n. 4, p. 1763-1769, May 2018.

REN, L.; JANAL, M. N.; ZHANG, Y. Sliding contact fatigue of graded zirconia with external esthetic glass. *J Dent Res*, v. 90, n. 9, p. 1116-21, Sep 2011.

RIQUIERI, H. et al. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. *Dent Mater*, v. 34, n. 10, p. 1483-1491, Oct 2018.

RIZO-GORRITA, M. et al. Comparison of Cytomorphometry and Early Cell Response of Human Gingival Fibroblast (HGFs) between Zirconium and New Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramics (ZLS). *Int J Mol Sci*, v. 19, n. 9, Sep 11 2018.

SABRAH, A. H. et al. Full-contour Y-TZP ceramic surface roughness effect on synthetic hydroxyapatite wear. *Dent Mater*, v. 29, n. 6, p. 666-73, Jun 2013.

SAILER, I. et al. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res*, v. 18 Suppl 3, p. 86-96, Jun 2007.

SAILER, I. et al. 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*, v. 31, n. 6, p. 603-23, Jun 2015.

SAILER, I. et al. Corrigendum to "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)" [*Dental Materials* 31 (6) (2015) 603-623]. *Dent Mater*, v. 32, n. 12, p. e389-e390, Dec 2016.

SATO, T. P. et al. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic. *Oper Dent*, v. 41, n. 3, p. 284-92, May-Jun 2016.

SAX, C.; HAMMERLE, C. H.; SAILER, I. 10-year clinical outcomes of fixed dental prostheses with zirconia frameworks. *Int J Comput Dent*, v. 14, n. 3, p. 183-202, 2011.

SCHERRER, S. S. et al. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. *Dent Mater*, v. 33, n. 6, p. 599-620, Jun 2017.

SCHWARZ, S. et al. Survival and chipping of zirconia-based and metal-ceramic implant-supported single crowns. *Clin Implant Dent Relat Res*, v. 14 Suppl 1, p. e119-25, May 2012.

SCHWINDLING, F. S.; RUES, S.; SCHMITTER, M. Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns. *J Prosthodont Res*, v. 61, n. 3, p. 344-349, Jul 2017.

SEDDA, M. et al. Flexural resistance of Cerec CAD/CAM system ceramic blocks. Part 2: Outsourcing materials. *Am J Dent*, v. 27, n. 1, p. 17-22, Feb 2014.

SEN, N.; US, Y. O. Mechanical and optical properties of monolithic CAD-CAM restorative materials. *J Prosthet Dent*, v. 119, n. 4, p. 593-599, Apr 2018.

SILVA, L. H. D. et al. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Braz Oral Res*, v. 31, n. suppl 1, p. e58, Aug 28 2017.

SILVA, N. R. et al. Comparative reliability analyses of zirconium oxide and lithium disilicate restorations in vitro and in vivo. *J Am Dent Assoc*, v. 142 Suppl 2, p. 4S-9S, Apr 2011.

SONG, X. F.; REN, H. T.; YIN, L. Machinability of lithium disilicate glass ceramic in in vitro dental diamond bur adjusting process. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 53, p. 78-92, Jan 2016.

STEFANESCU, C. et al. Survival Rates and Complications for Zirconia-Based Fixed Dental Prostheses in a Period up to 10 Years: A Systematic Review. *Eur J Prosthodont Restor Dent*, v. 26, n. 2, p. 54-61, May 30 2018.

TASKONAK, B. et al. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater*, v. 24, n. 8, p. 1077-82, Aug 2008.

THOLEY, M. J.; SWAIN, M. V.; THIEL, N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dent Mater*, v. 25, n. 7, p. 857-62, Jul 2009.

TRAINI, T. et al. The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material. *Dent Mater J*, v. 35, n. 5, p. 748-755, Oct 1 2016.

ULUSOY, M.; TOKSAVUL, S. Fracture resistance of five different metal framework designs for metal-ceramic restorations. *Int J Prosthodont*, v. 15, n. 6, p. 571-4, Nov-Dec 2002.

VICHI, A. et al. Effect of Finishing and Polishing on Roughness and Gloss of Lithium Disilicate and Lithium Silicate Zirconia Reinforced Glass Ceramic for CAD/CAM Systems. *Oper Dent*, v. 43, n. 1, p. 90-100, Jan/Feb 2018.

VITA SUPRINITY®, Technical and scientific documentation, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany, 2014.

WASSELL, R. W.; WALLS, A. W.; STEELE, J. G. Crowns and extra-coronal restorations: materials selection. *Br Dent J*, v. 192, n. 4, p. 199-202, 205-11, Feb 23 2002.

WENDLER, M. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. *Dent Mater*, v. 33, n. 1, p. 99-109, Jan 2017.

ZHANG, Y.; KIM, J. W. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater*, v. 25, n. 6, p. 781-90, Jun 2009.

ZHANG, Y.; LI, M. Optimization of ceramic strength using elastic gradients. *Acta Materialia*, v. 57, p. 2721-2729, 2009.

ZHANG, Y.; SUN, M. J.; ZHANG, D. Designing functionally graded materials with superior load-bearing properties. *Acta Biomater*, v. 8, n. 3, p. 1101-8, Mar 2012.

ZIMMERMANN, M. et al. Indirect zirconia-reinforced lithium silicate ceramic CAD/CAM restorations: Preliminary clinical results after 12 months. *Quintessence Int*, v. 48, n. 1, p. 19-25, 2017.

ZUCUNI, C. P. et al. CAD/CAM machining Vs pre-sintering in-lab fabrication techniques of Y-TZP ceramic specimens: Effects on their mechanical fatigue behavior. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 71, p. 201-208, Jul 2017.