## **KELLI NUNES MONTEIRO**

Caracterização óptica, mecânica e superficial após simulação de desgaste de zircônias monolíticas translúcidas

> São Paulo 2021

## **KELLI NUNES MONTEIRO**

# Caracterização óptica, mecânica e superficial após simulação de desgaste de zircônias monolíticas translúcidas

## Versão Corrigida

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia Oral) para obter o título de Doutor em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

São Paulo 2021 Catalogação da Publicação Serviço de Documentação Odontológica Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Monteiro, Kelli Nunes.

Caracterização óptica, mecânica e superficial após simulação de desgaste de zircônias monolíticas translúcidas / Kelli Nunes Monteiro; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2021.

119 p. : fig., tab. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de concentração: Biomateriais. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo. Versão corrigida.

1. Zircônia. 2. Propriedades ópticas. 3. Desgaste. 4. Rugosidade. 5. Polimento dentário. I. Cesar, Paulo Francisco. II. Título.

Fábio Jastwebski – bibliotecário - CRB8/5280

Monteiro K.N. Caracterização óptica e mecânica e superficial após simulação de desgaste de zircônias monolíticas translúcidas. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas.

Aprovado em: 20 / 09 / 2021

## Banca Examinadora

Prof. Dr. Estevan Augusto Bonfante

Instituição: Faculdade de Odontologia de Bauru- FOB-USP

Julgamento: Aprovada

Profa. Dra. Andréa Candido dos Reis

Instituição: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto- FORP-USP

Julgamento: Aprovada

Prof. Dr. Atais Bacchi

Instituição: Faculdade Paulo Picanço- FACPP

Julgamento: Aprovada

Dedico primeiramente a **Deus,** quem tornou e torna tudo possível. "Pela sua dolorosa paixão, tende misericórdia de nós e do mundo inteiro"

Aos meus pais **Izabel Cristina** e **Antônio Carlos** que, estiveram e que estão comigo em todos os momentos, que me apoiam em todas as minhas escolhas. Minha eterna gratidão e amor. O que posso fazer por vocês é muito pouco para retribuir. Parceiros de sonhos que se tornam realidade. Não poderia ter melhores pais nessa vida. Amo vocês.

A minha irmã **Christiane**, minha melhor amiga e companheira de vida, obrigada pelo apoio e tenho a certeza de quem sempre posso contar. Meu porto seguro, sua sabedoria me inspira a ser melhor sempre. Amo você.

#### AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar** agradeço pela orientação, disponibilidade e amizade. Gratidão pelos 10 anos de ensinamento, incentivo e por acreditar na minha capacidade. Obrigada pelo apoio nos momentos em que precisei. Não esquecerei a sua grande contribuição para a minha trajetória na pesquisa. Repito que o senhor terá minha admiração e seus ensinamentos serão levados comigo pelo resto da minha vida.

Aos meus pais e maiores incentivadores **Izabel Cristina** e **Antônio Carlos**, pela paciência, compreensão e apoio durante toda a minha trajetória e por serem meu porto seguro nos momentos difíceis. São os meus amores. E essa conquista sem dúvidas pertence a vocês. Obrigada por estarem sempre ao meu lado e por me ensinarem tanto.

A minha irmã **Christiane**, obrigada por estar aqui em todos os momentos mesmo longe, você pode sempre contar comigo. A sua confiança e amor foram essenciais. Obrigada por tanto amor.

Um agradecimento a minha amiga **Stéphanie Favero** obrigada pelo companheirismo durante esses anos, pelo apoio incondicional, por cada palavra de incentivo e conforto, pelos sorrisos e por permitir que eu participasse dos momentos mais importantes da sua vida. Obrigada por tudo, e por estar sempre pronta para ouvir com toda a paciência o que tenho a dizer. Que seus sonhos se tornem realidade. E conte sempre comigo, sua amizade é muito importante para mim.

Aos Professores do Departamento de Biologia Oral e Biomateriais Dentários da FOUSP, Alyne Simões Gonçalves, Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Josete Barbosa Cruz Meira, Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Paulo Eduardo Capel Cardoso, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga, e Victor Elias Arana-Chavez, por tudo que acrescentaram para meu desenvolvimento profissional.

Aos funcionários e amigos do departamento Biomateriais e Biologia Oral da FOUSP, Rosa Cristina Nogueira (Rosinha), Antônio Carlos Lascala (Sr. Antônio), Douglas, Elidamar Bastos (Eli) e Dona Fran obrigado pelo apoio, por toda ajuda, pelo carinho, amizade e pelas boas conversas. Obrigada a Silvana técnica responsável pelo laboratório do departamento de Dentística pela compreensão e ajuda nos momentos em que precisei. E a **Liz** do LCT-POLI USP obrigada pela ajuda e dedicação.

Aos meus queridos amigos de pós-graduação **Erick de Lima**, obrigada pelo companheirismo e amizade, saudade da nossa convivência; **Lucas Hian**, obrigada por dividir seu conhecimento, conversas, conselhos e momentos de descontração. Ao **Ranulfo Miranda**, obrigada pela ajuda e pela convivência. Aos meus alunos de iniciação **Rafaela Nigro** e **Bruno de Oliveira** obrigada pela colaboração, tenho certeza que terão um futuro brilhante.

Aos colegas que conheci durante a Pós-Graduação **Pedro Albuquerque**, **Diego Manarao**, **Karina Felix e Marlus Pedrosa** obrigada pela amizade, companheirismo meu desejo é de muito sucesso na vida pessoal e profissional.

Aos meus colegas de Bauru e ao Professor **Estevam Bonfante** obrigada pela oportunidade de trabalhar com vocês, ao amigo **Ernesto Benalcázar** por ser tão gentil e prestativo quando precisei meu muito obrigada desejo muito sucesso, você terá um futuro brilhante.

À Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo – FOUSP, pela oportunidade de ser aluna de graduação e pós-graduação, sempre terei orgulho de ser "filha de Montenegro".

Meus agradecimentos para a **Cerâmica Chiarotti** e **Coraperência** pela gentiliza e atenção que tiveram comigo e com esse trabalho, empatia em tempos tão difíceis.

O presente trabalho foi realizado com apoio da **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES)** – Código de Financiamento 001.

Meus sinceros agradecimentos a todos que colaboraram direta ou indiretamente para a realização desse trabalho.

"O ditado de que o tempo é remédio era real pra mim. Enquanto os dias passavam, eu realmente fiquei melhor."

Je Yeong An

#### RESUMO

Monteiro KN.Caracterização óptica e mecânica pós desgaste de zircônias monolíticas translúcidas [Tese] São Paulo. Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2021. Versão Corrigida

**Objetivos**: O estudo avaliou, para quatro diferentes zircônias monolíticas translúcidas, o efeito da microestrutura e do estado da superfície (glazeada versus polida após simulação de ajuste oclusal) nas seguintes respostas: (1) propriedades mecânicas (resistência a flexão biaxial, tenacidade à fratura e dureza Vickers; (2) molhamento de superfície a partir da verificação do ângulo de contato; (3) perda de volume e rugosidade superficial após ensaio de desgaste e (4) parâmetros de translucidez. Materiais e métodos: quatro diferentes blocos de zircônias translúcidas foram utilizadas nesse estudo; Prettau anterior, Lava Plus, Cercon hT e Cercon xT. Foram confeccionados 112 espécimes em formato de disco para cada material, tendo sido todos eles glazeados e parte dos espécimes foram ajustados superficialmente com o uso de pontas diamantadas (simulação de ajuste oclusal) e posteriormente polidos com o uso de ponta de borrachas (simulação de polimento clínico). Os espécimes utilizados nos ensaios de dureza Vickers e tenacidade à fratura foram polidos com o uso de lixas e soluções diamantadas em politriz semiautomática. Parte dos espécimes confeccionados sofreram o ensaio de desgaste. Anteriormente, foram levados a um perfilômetro óptico para determinação de seu perfil topográfico para a determinação da rugosidade e posterior avaliação da perda de volume. Em seguida, os discos foram submetidos ao ensaio de desgaste em uma simuladora da mastigação por meio milhão de ciclos com carga de 30 N e frequência de 2 Hz. Após o ensaio de desgaste, os espécimes foram submetidos novamente à análise topográfica através de perfilometria óptica para determinação da perda de volume e rugosidade superficial. Foram avaliadas também as propriedades mecânicas por meio dos ensaios de resistência a flexão biaxial, tenacidade a fratura e dureza Vickers, e a análise de molhamento de superfície por meio da mensuração do ângulo de contato e caracterização das propriedades de ópticas sobre os parâmetros de translucidez. **Resultados:** na resistência á flexão foi verificado o efeito do estado da superfície, na condição ajuste Cercon hT apresentou o maior valor e o Lava Plus o menor, para a condição glaze não foi encontrada diferença entre os valores de resistência os materiais testados; os valores médios de dureza foram semelhantes para os materiais

testados; as médias de tenacidade à fratura foram significativamente diferentes Lava Plus apresentou o maior valor e o Cercon hT e Prettau o menor que foram semelhantes entre si; para os valores de ângulo de contato foram estatisticamente superiores na condição ajuste para todos os materiais; para os valores médios de rugosidade média foi verificado o efeito do ajuste e posterior polimento para o Cercon hT, após ensaio de desgaste foi verificado o aumento da rugosidade para todos os materiais independente da condição, os valores de Ra para a condição ajuste foi numericamente maior se comparada a condição glaze para todos os materiais, os valores médios de perda de volume após ensaio de desgaste foi significativamente maior para o Lava Plus na condição ajuste, para os demais materiais o estado as superfície não afetou significativamente a perda de volume, para os valores do parâmetro de translucidez os materiais Lava Plus e Prettau tiveram valores menores semelhantes e significativos aos valores de Cercon hT e xT que foram superiores e semelhante entre si, na condição ajuste os materiais Cercon hT e Cercon xT continuaram apresentando valores semelhantes e superiores a Prettau, o Lava Plus após ajuste apresentou valores semelhantes estatisticamente aos valores de PT dos materiais Cercon xT e hT o material Cercon hT apresentou maior valor de resistência após ajuste Conclusão: Houve efeito da microestrutura e do estado de superfície para a resistência à flexão, rugosidade média e para o parâmetro de translucidez; o efeito da microestrutura na tenacidade à fratura, e foi observado o efeito do estado de superfície para os valores do ângulo de contato e na perda de volume.

Palavras chaves: Zircônia. Propriedades ópticas. Desgaste. Rugosidade. Polimento

#### Abstract

Monteiro KN. Optical and mechanical post-wear characterization of translucent monolithic zirconia [Thesis] São Paulo. Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2021. Versão Corrigida

**Objectives**: The study evaluated, for four different translucent monolithic zirconias, the effect of microstructure and surface state (glazed versus polished after occlusal adjustment simulation) on the following responses: (1) mechanical properties (resistance to biaxial bending, fracture toughness, and Vickers hardness; (2) surface wetting from contact angle verification; (3) loss of volume and surface roughness after wear testing and (4) translucency parameters. Materials and methods: four different translucent zirconia blocks Prettau anterior, Lava Plus, Cercon hT, and Cercon xT were used in this study. 112 disc-shaped specimens were made for each material, all of which were glazed and part of the specimens was superficially adjusted using diamond tips (simulation of occlusal adjustment) and later polished with the use of rubber tips (simulation of clinical polishing), with *Vickers* hardness and fracture toughness were polished using sandpaper and diamond solutions in a semi-automatic polishing machine. Part of the specimens made underwent the wear test. Previously, they were taken to an optical perfilometer to determine their topographic profile for the determination of roughness and subsequent evaluation of volume loss. Then, the discs were subjected to a wear test in a chewing simulator for half a million cycles with a load of 30 N and a frequency of 2 Hz. After the wear test, the specimens were again subjected to topographic analysis using optical perfilometry to determine the loss of volume and surface roughness. Mechanical properties were also evaluated by testing biaxial flexural strength, fracture toughness, and Vickers hardness, and surface wetting analysis by measuring the contact angle and characterization of the optical properties on the translucency parameters. Results in flexural strength was verified the effect of the surface state, in the adjustment condition Cercon hT presented the highest value and Lava Plus the lowest, for the glaze condition no difference was found between the strength values of the materials tested; the mean hardness values were similar for the materials tested: the mean fracture toughness was significantly different Lava Plus had the highest value and Cercon hT and Prettau the lowest, which were similar to each other; for the contact angle values were statistically higher in the fit condition for all materials; for the mean values of mean roughness, the effect of the adjustment and subsequent polishing for Cercon hT was verified, after the wear test it was verified the

increase in roughness for all materials regardless of the condition, the Ra values for the adjustment condition were numerically higher if compared to the glaze condition for all materials, the mean values of volume loss after the wear test was significantly higher for Lava Plus in the adjustment condition, for the other materials the surface state did not significantly affect the volume loss, for the values of the translucency parameter the Lava Plus and Prettau materials had similar and significant lower values to the values of Cercon hT and xT which were superior and similar to each other, in the adjustment condition the materials Cercon hT and Cercon xT continued to present similar and superior values to Prettau, the Lava Plus after adjustment showed values statistically similar to the PT values of the mater Cercon xT e hT **Conclusion** there was an effect of microstructure and surface state for bending strength, mean roughness, and the effect of the surface state for the values of the contact angle and the volume loss was observed.

Keywords: Zirconia. Optical Properties. Wear. Roughness. Polishing

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD-CAM	Computer Aided Design - Computer Aided Machining
et al.	e outros/ outras
EDS	espectroscopia por energia dispersiva
FEG	feixe eletrônico por emissão de campo
ISO	International Standard Organization
MEV	microscopia eletrônica de varredura
Ra	rugosidade média
3Y-TZP	zircônia tetragonal policristalina estabilizada por 3% mol de ítria
5Y-PSZ	zircônia tetragonal policristalina estabilizada por 5% mol de ítria
FEG	feixe eletrônico por emissão de campo

## LISTA DE SÍMBOLOS

- K fator de intensidade de tensão
- K<sub>lc</sub> fator de intensidade de tensão crítico
- °C graus Celsius
- MPa mega Pascal
- GPa giga Pascal
- N Newton
- Hz hertz
- g gramas
- µm micrometro
- mm<sup>3</sup> milímetro cúbico

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	31
2	REVISÃO DE LITERATURA	37
2.1	CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS	37
2.1.1	Zircônia	37
2.1.2	Zircônia monolítica translúcida	
2.1.3	Acabamento superficiais	39
2.2	CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL	41
2.2.1	Perfilometria óptica	41
2.2.2	Análise do molhamento de superfície	42
2.3	PROPRIEDADES MECÂNICAS	43
2.4	PROPRIEDADES ÓPTICAS	44
2.5	DESGASTE DOS MATERIAIS CERÂMICOS	46
3	PROPOSIÇÃO	49
4	MATERIAL E MÉTODOS	51
4.1	MATERIAL	51
4.2	MÉTODOS	52
4.2.1	Confecção dos espécimes cerâmicos	52
4.2.1.1	Confecção dos espécimes em formato de discos	52
4.2.2	Acabamento superficial dos espécimes	53
4.2.2.1	Glazeamento	54
4.2.2.2	Ajuste superficial após glazeamento	55
4.2.2.3	Polimento clínico	56
4.2.2.4	Polimento	56
4.2.3	Caracterização do comportamento mecânico	56
4.2.3.1	Resistência à flexão biaxial	56
4.2.3.2	Dureza Vickers	57
4.2.3.3	Tenacidade à fratura	58
4.2.4	Caracterização do comportamento óptico	58
4.2.4.1	Parâmetro de translucidez (PT)	59
4.2.5	Caracterização superficial	60
4.2.5.1	Análise perfilométrica pré-ensaio de desgaste	60
4.2.5.2	Análise do molhamento de superfície	62
4.2.6	Ensaio de desgaste	63

4.2.7	Análise perfilométrica pós ensaio de desgaste	65
4.2.8	Análise de microscopia eletrônica de varredura	66
4.2.9	Análise dos resultados	67
5	RESULTADOS	69
6	DISCUSSÃO	
7	CONCLUSÃO	109
	REFERÊNCIAS	111

## 1 INTRODUÇÃO

O crescente uso dos materiais cerâmicos densamente sinterizados pode ser atribuído à bem-sucedida mimetização da dentição natural por esses materiais. O sucesso clínico dessas cerâmicas se deve a características como as excelentes propriedades mecânicas, boa biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e à flexão, alta estabilidade química e baixa condutividade térmica. (1)

Materiais a base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) são largamente utilizados como materiais para a fabricação de próteses parciais fixas por possuírem excelentes propriedades mecânicas em comparação com outros materiais cerâmicos. Intercorrências clínicas reportadas quanto ao uso da Y-TZP tem sido associadas a questões estéticas, pois estas possuem uma alta opacidade e há também um receio de que esse material cause um desgaste excessivo dos dentes antagonistas, sejam eles dentição natural ou outros materiais restauradores. (2)

A Y-TZP é considerada um tipo de cerâmica única, pois apresenta propriedades mecânicas superiores em comparação com outros tipos de cerâmicas dentárias. Os altos valores de tenacidade à fratura e a elevada resistência à flexão apresentados pela Y-TZP estão associados ao seu mecanismo de tenacificação por transformação de fase. Para garantir a estabilidade da fase tetragonal da zircônia em temperatura ambiente, dopantes são adicionados ao material, mo mais utilizado o óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) a 3% em mol. (3-5)

Os materiais a base de Y-TZP apresentam alta opacidade e coloração esbranquiçada. Dessa forma, para que possam ser utilizados para a construção de uma restauração monolítica, estes materiais precisam passar por modificações microestruturais que os deixem mais translúcidos e com maior variação de cor para propiciar um resultado mais satisfatório em mimetização dos tecidos dentais. Uma forma de produzir Y-TZPs mais translúcidas é por meio da alteração da sua composição química, proporção entre as fases (cúbica e tetragonal), tamanho e distribuição de grãos e diminuição de poros. (6-8)

Para que o material apresente um valor elevado de translucidez, é preciso utilizar pós cerâmicos que apresentem reduzido tamanho de partícula, e tenham menor espalhamento da luz devido a uma maior uniformidade na distribuição dos grãos após a sinterização. A porosidade, quando presente na microestrutura do material afeta a dispersão da luz, pois são pontos de espalhamento que reduzem a translucidez do material. (9)

A presença da alumina na estrutura do material também diminui a translucidez. Uma tentativa de solucionar a opacidade da Y-TZP está relacionada à diminuição do uso de aditivos tais como a alumina na composição das zircônias monolíticas, como é o caso das 3Y-TZPs. (10-12)

Outra forma de produção de zircônias mais translúcidas é por meio do aumento da quantidade da fase cúbica que apresenta menor birrefringência e índice de refração isotrópico que diminui o espalhamento da luz. Neste estudo propõe-se utilizar quatro diferentes materiais que possuem uma maior quantidade de ítria na sua composição, o que possibilita o aumento da fase cúbica na microestrutura, uma desvantagem do aumento da fase cubica é a diminuição da resistência à flexão e da tenacidade à fratura do material devido à incapacidade de transformação da fase cúbica. (12)

As vantagens provenientes da utilização da zircônia monolítica também estão relacionadas ao fato dos preparos protéticos preservarem mais os tecidos dentais. Além disso, esse tipo de restauração monolítica acaba eliminando os problemas relacionados ao lascamento do material de recobrimento. (13)

Restaurações de zircônia com recobrimento de cerâmicas vítreas são suscetíveis a lascamentos e delaminações. Quando em função, as restaurações estão sujeitas a cargas mastigatórias, o que propicia falhas no material de recobrimento. Outros fatores podem também estar relacionados a falhas, como a incompatibilidade térmica dos materiais, o protocolo de resfriamento que pode causar o surgimento de tensões residuais deletérias e a baixa resistência de união da cerâmica de infraestrutura e o material de recobrimento. (14)

O principal método de conformação de peças de zircônia, na área odontológica é o sistema CAD/CAM (*Computer aided-design/Computer aided manufacturing*). Tratase de um método rápido e eficiente que consegue produzir diferentes tipos de restaurações e próteses dentárias (15, 16). A produção de restaurações a partir de blocos parcialmente sinterizados é mais eficiente porque a usinagem é mais rápida devido à baixa dureza do material. O uso da tecnologia CAD/CAM na fabricação das restaurações da zircônia resulta em alta precisão da fabricação das peças protéticas e uma economia no tempo de trabalho. (13)

Após a usinagem em um sistema CAD/CAM, as peças de zircônia já sinterizadas podem necessitar de ajustes oclusais com o uso de pontas diamantadas. Estes ajustes podem gerar defeitos na superfície das restaurações e também podem afetar o desempenho mecânico das restaurações. (13, 17) Os ajustes oclusais realizados com discos e pontas podem induzir danos superficiais como riscos e fissuras. (18)

Os ajustes realizados com pontas diamantadas em materiais cerâmicos também podem propiciar dois efeitos contrários na zircônia, podendo produzir um aumento da resistência do material, pela produção da tensão de compressão, sendo um efeito positivo para a restauração, pois resulta na expansão volumétrica que, por sua vez, impede a propagação dos defeitos e o aumento da tenacidade, exercendo um efeito protetor. Entretanto as pontas diamantadas podem também introduzir defeitos superficiais importantes que podem ter efeito deletério se os mesmos excederem a profundidade da camada compressiva. (19, 20)

A literatura mostra que a rugosidade da superfície também pode influenciar no desgaste abrasivo das superfícies dos dentes antagonistas (21). A rugosidade superficial das restaurações cerâmicas propicia o acúmulo de placa bacteriana, influencia na percepção tátil do paciente e no desgaste dos antagonistas, sejam eles dentição natural ou outro material restaurador. (22)

Defeitos superficiais também podem influenciar as propriedades ópticas das restaurações, pois mudam a forma como a luz interage com o material. A textura das superfícies apresentada pelas restaurações cerâmicas pode modificar as propriedades ópticas dos materiais, pois a reflexão torna-se difusa ao invés de especular. (23, 24)

Procedimentos como o polimento e glazeamento podem ser realizados para a diminuição dos defeitos superficiais em restaurações de zircônia na tentativa de amenizar ou até mesmo evitar a fratura das restaurações como também prevenir a piora do desempenho mecânico e o aumento do desgaste dos antagonistas. (23)

O polimento visa à diminuição da rugosidade superficial por meio da aplicação de uma sequência de instrumentos polidores com abrasividade que é progressivamente diminuída. O polimento da peça cerâmica melhora a longevidade e a estética das restaurações, eliminando os defeitos superficiais. No ambiente oral, o polimento também reduz o risco de acúmulo de biofilme e consequentemente a progressão doença periodontal. (23)

A ação mecânica dos agentes polidores também pode deflagrar a transformação *t-m* da zircônia, o que pode ser considerado uma desvantagem. Entretanto, o fato do polimento ser feito com alta energia pode também aumentar a temperatura superficial da peça cerâmica e causar a reversão da transformação da fase monoclínica para tetragonal. (13)

O glazeamento é um processo no qual se adiciona uma fina camada de vidro na superfície da restauração de zircônia, que visa a diminuir a sua rugosidade. O glaze

pode reduzir o desgaste dos dentes antagonistas e prevenir a degradação a baixas temperaturas. (25) A fina camada de vidro preenche as microtrincas e porosidades superficiais, e os fabricantes oferecem a opção da adição de pigmentos ("maquiagem") para melhorar o aspecto estético final da restauração. (13)

Alguns parâmetros podem ser utilizados para a caracterização da rugosidade dos materiais cerâmicos utilizados na odontologia, como por exemplo, a rugosidade média (Ra), que é a média dos valores absolutos de um perfil em uma linha reta ao longo do comprimento superfície. Esse é o principal parâmetro investigado nas pesquisas odontológicas.

Aponta-se também que a caracterização da molhabilidade superficial do material indica o seu grau de hidrofília superficial. Para a avaliação da molhabilidade dos materiais cerâmicos, a verificação é usualmente realizada pelo método estático da gota séssil, no qual, após o gotejamento do líquido sobre a superfície do material, uma imagem é capturada para posterior medição dos ângulos de contato pelo método *Young-Laplace*. (26)

Os materiais cerâmicos são considerados quimicamente inertes e diferentes fatores podem propiciar o seu desgaste em ambiente oral, como as forças da mastigação, a presença de agentes abrasivos, hábitos parafuncionais, e as características superficiais dos materiais restauradores. (27)

O desgaste severo da restauração cerâmica pode levar à falha prematura da mesma. (28) Os testes de desgaste *in vitro* são utilizados para prever o desgaste de diferentes materiais expostos a diferentes antagonistas. Nos ensaios *in vitro* de desgaste é preciso determinar os parâmetros a serem utilizados como a carga a ser adotada, quantidade e duração de ciclos, formato do espécime e o meio de imersão para a realização do experimento. (29) Com os resultados obtidos em testes que simulam um certo período clinico, é possível sugerir o nível de desgaste das restaurações e seus antagonistas.(30)

O desenvolvimento de novas cerâmicas a base de zircônia para uso monolítico torna-se um desafio tecnológico pois é desejável que apresentem superioridade estética e também durabilidade a longo prazo. (12) O uso das restaurações monolíticas de zircônia translúcida podem trazer vantagens clínicas, portanto informações referentes ao seu uso precisam ser obtidas, considerando as diferentes microestruturas e estados da superfície (glazeadas ou polidas após ajuste oclusal).

Diante do exposto, o objetivo desse estudo foi compreender como as novas zircônias translúcidas para coroas monolíticas se comportam em termos de desgaste,

rugosidade superficial e propriedades ópticas e mecânicas considerando-se diferentes estados de superfície clinicamente relevantes (glaze e polimento intraoral). Essa informação é importante pois poderá ajudar pesquisadores e clínicos a compreenderem o comportamento de desgaste e o comportamento dos materiais após ajustes realizados intraoralmente. Não é de conhecimento dos autores desta tese que essa informação esteja disponível na literatura para os materiais que estão sendo propostos.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

## 2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

Os materiais cerâmicos são bem-sucedidos devido á capacidade de mimetização da dentição natural. Além disso, o sucesso clínico desses materiais também pode ser atribuído a outras características como boas propriedades mecânicas, excelente biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste, alta estabilidade química, baixa condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica similar ao da estrutura dental (31).

#### 2.1.1 Zircônia

Entre os materiais cerâmicos a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) é largamente utilizada como material na confecção de próteses parciais fixas pois possuem excelentes propriedades mecânicas e físico-química em comparação a outros tipos cerâmicos. Intercorrências clínicas reportadas quanto ao uso da Y-TZP têm sido associadas a questões estéticas, pois estas possuem uma alta opacidade e há também um receio de que o material cause um desgaste excessivo das estruturas antagonistas, sejam elas dentição natural ou outros materiais restauradores (2).

A zircônia é um polimorfo que apresenta três fases cristalográficas (tetragonal, monoclínica e cúbica), é considerada um tipo de cerâmica única. Os altos valores de tenacidade à fratura e a elevada resistência à flexão apresentados pela Y-TZPs estão associados ao seu mecanismo de tenacificação por transformação de fase. Para garantir a estabilidade da fase tetragonal da zircônia em temperatura ambiente, dopantes são adicionados a microestrutura do material, sendo o mais utilizado o óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) a 3% em mol. (3-5, 32)

O mecanismo de transformação de fase na Y-TZP é deflagrado quando tensões de tração se acumulam ao redor de um defeito microestrutural do material. Esse acúmulo de tensão estimula a transformação de cristais tetragonais em monoclínicos (T-M), a estrutura cristalina monoclínica apresenta maior volume em comparação a estrutura tetragonal, o que gera uma expansão de 3 a 5% em volume. Essa expansão no volume induz tensões de compressão localizadas ao redor dos defeitos, que se opõem à propagação de trincas evitando assim a sua propagação. (33-36)

Os materiais de Y-TZP apresentam alta opacidade e coloração esbranquiçada, devido ao alto conteúdo cristalino. Dessa forma, para que possa ser utilizada para a fabricação de uma restauração monolítica é desejável que o material apresente menor opacidade, é necessário uma modificação microestrutural que os deixem mais translúcidos e com possibilidade de maior variação de coloração afim de apresentar resultados mais satisfatórios em termos de mimetização dos tecidos dentais. Uma forma de produção de Y-TZPs mais translúcidas é por meio da alteração da sua composição química, tamanho e distribuição de grãos, diminuição de poros e falhas (6-8).

#### 2.1.2 Zircônia monolítica translúcida

Para que o material apresente um valor elevado de translucidez, é preciso utilizar na fabricação das peças pós cerâmicos que apresentem reduzido tamanho de partícula e uniformidade na distribuição dos grãos após a sinterização. A presença da alumina na estrutura do material diminui a translucidez, pois a alumina possui um índice de refração que difere da zircônia, o que resulta no aumento do espalhamento da luz. Uma tentativa de solucionar a opacidade apresentada pelos materiais a base de Y-TZP é relacionada à diminuição do uso de aditivos tais como a alumina na composição das zircônias monolíticas (10, 11).

Diferentes tipos de zircônias podem ser classificadas conforme a sua composição, onde os materiais que possuem 8 a 12% em mol de ítria são atribuídos a eles maior translucidez, são considerados totalmente estabilizados, neste estudo os representantes desse grupo estão o Cercon xT e a Prettau Anterior e os que possuem quantidade de 5%-6% em mol de óxido de ítrio na sua composição são considerados os parcialmente estabilizados os representantes desse grupo os representantes desse grupo neste estudo estão compreendidos os materiais Cercon xT e Lava Plus, o óxido de ítrio é adicionado para a estabilidade da fase cúbica que quando presente no material o torna mais translúcido. (37)

Além das vantagens estéticas provenientes da utilização da Y-TZP monolítica também estão relacionadas vantagens quanto ao seu uso em reabilitações o fato dos

preparos dentais preservarem mais os tecidos dentais durante o preparo para a realização da restauração, o que está alinhado com a filosofia contemporânea de odontologia minimamente invasiva. Com o uso dessa essa categoria de restauração monolítica o problema relacionado ao lascamento do material de recobrimento é eliminado (38).

Restaurações de zircônias não monolíticas necessitam de recobrimento de cerâmicas vítreas e são suscetíveis ao lascamento e delaminações. Em função as restaurações estão sujeitas a cargas mastigatórias, o que propicia possíveis falhas no material de recobrimento, outros fatores também podem ser relacionados a falha, considera-se a incompatibilidade térmica dos materiais, o protocolo de resfriamento que pode propiciar o surgimento de tensões residuais deletérias e também a baixa resistência de união da cerâmica de infraestrutura e o material de recobrimento. (14)

A escolha pelo uso das zircônias monolíticas também pode ser atribuída a facilidade e rapidez da técnica de processamento, a alta sobrevivência clínica e a possibilidade de coloração dos materiais uma exigência estética para a correlação a estrutura dental. (38)

#### 2.1.3 Acabamentos superficiais

O principal método de conformação de peças de Y-TZP, é o sistema CAD/CAM (*Computer aided-design/Computer aided manufacturing*). É um método rápido e eficiente com capacidade de produzir diferentes categorias de restaurações e próteses dentárias (15, 16). A produção de restaurações a partir de blocos parcialmente sinterizados torna-se mais eficiente devido o processo de usinagem ser mais ágil, o material é utilizado na condição pré-sinterizado devido à baixa dureza. Entretanto, a usinagem precisa ser realizada de modo que as restaurações tenham tamanho maior que o tamanho final desejado para a compensação da contração de sinterização das peças durante a sinterização final. O uso da tecnologia CAD/CAM na confecção das restaurações da zircônia resulta em peças protéticas de alta precisão e propicia também uma economia no tempo de trabalho atribuída a rapidez de execução da usinagem (39).

Ressalta-se que após a usinagem em um sistema CAD/CAM, as peças de Y-TZP já sinterizadas podem necessitar de ajustes clínicos oclusais ou para a adaptação de contatos proximais com o uso de pontas diamantadas. Os ajustes com uso de pontas podem gerar defeitos na superfície como a formação de microtrincas, que podem também comprometer o desempenho mecânico da restauração (17, 39). Os ajustes oclusais realizados com discos e pontas podem induzir danos superficiais como riscos e fissura (18).

Procedimentos utilizados para acabamentos superficiais como o polimento e glazeamento são realizados com o objetivo de diminuição dos defeitos superficiais em restaurações de zircônia. Na tentativa de amenizar ou até mesmo evitar uma possível fratura das restaurações esses procedimentos surgem como uma possível prevenção para que não ocorra o insucesso da restauração seja pela diminuição do desempenho mecânico como também o aumento do desgaste dos antagonistas (23).

O polimento visa à diminuição da rugosidade superficial por meio da aplicação de uma sequência de instrumentos polidores com abrasividade que é progressivamente diminuída. Avalia-se que o polimento da peça cerâmica melhora a longevidade e a estética das restaurações devido à eliminação dos defeitos superficiais. No ambiente oral, o polimento também reduz o risco de acúmulo de biofilme e consequentemente o risco para o acometimento de doenças periodontais (23).

O processo de polir a peça pode ser considerada uma microabrasão na superfície da cerâmica, onde os micro riscos formados podem ser preenchidos pelos materiais de polimento e a qualidade do polimento pode ser atribuída a dureza do material que se pretende polir (21).

Os ajustes realizados com o uso de pontas diamantadas em materiais cerâmicos podem originar dois efeitos contrários na zircônia, como um possível aumento na resistência do material, atribuído a produção da tensão de compressão, sendo um efeito positivo para a restauração, pois resulta na expansão volumétrica que, no que lhe concerne, impede a propagação de defeitos e o aumento da tenacidade, exercendo um efeito protetor. Entretanto, o uso das pontas diamantadas podem também introduzir defeitos superficiais importantes de efeito deletério se os mesmos excederem a profundidade da camada compressiva do material (19, 20).

Chun et al (2017) detectou em seu estudo que para uma zircônia monolítica testada que a rugosidade superficial resultante da simulação de ajuste e polimento clínico realizado com o uso de brocas diamantadas e posterior polimento com pontas de borracha, foram encontrados menores valores de rugosidade superficial, em comparação aos demais grupos testados (ajustados com brocas diamantadas sem posterior polimento; glazeados; e o grupo de espécimes sem ajuste e/ou polimento) para estes três últimos grupos os resultados foram similares. Os dados mostraram que para os espécimes testados o sistema de acabamento utilizado conseguiu reduzir

os defeitos gerados durante o procedimento de ajuste. A limitação de estudos que investigam os efeitos dos diferentes sistemas de polimento e ajuste é a padronização dos materiais e o protocolo utilizados para nos estudos (40).

Estão disponíveis no mercado inúmeros sistemas de acabamento e polimento para uso em restaurações cerâmicas, os instrumentos possuem partículas diamantadas de diferentes espessuras e formas para uso em sistema rotativo, onde diferentes sistemas produzem resultados heterogêneos (20).

O glazeamento é um processo o qual uma fina camada de vidro é adicionada à na superfície onde da peça cerâmicas a base de Y-TZP, por exemplo, essa deposição visa diminuir a sua rugosidade superficial. O uso do glaze pode reduzir o desgaste dos dentes antagonistas e atuar na prevenção da degradação a baixas temperaturas (25). A fina camada de vidro preenche as microtrincas e porosidades superficiais, os fabricantes também oferecem a opção da adição de pigmentos nos materiais utilizados no glazeamento das peças, o que possibilita a mais próxima mimetização da dentição natural favorecendo aspecto estético final da restauração (39).

Defeitos superficiais também podem influenciar nas propriedades ópticas apresentadas pelos materiais restauradores pois observa-se que modificam a forma como a luz interage no material. A textura das superfícies apresentada pelas restaurações cerâmicas podem ocasionar a modificação das propriedades ópticas dos materiais, como por exemplo a reflexão torna-se difusa ao invés de especular.

## 2.2 CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL

#### 2.2.1 Perfilomteria óptica

Métodos são utilizados para a avaliação do padrão de rugosidade superficial que pode ser definida como: o conjunto de irregularidades compostas de picos e vales que caracterizam qualquer superfície dos materiais, como por exemplo a análise pode ser realizada pelo uso da perfilometria óptica. Alguns parâmetros são utilizados para a caracterização da rugosidades dos materiais cerâmicos utilizados na odontologia, como por exemplo: a rugosidade média (Ra) que é a média dos valores absolutos de um perfil em uma linha reta ao longo do comprimento superfície esse é o principal parâmetro investigado nas pesquisas odontológicas (41).

Janyavula el al 2013, investigou no seu estudo o efeito de diferentes tratamentos superficiais no ensaio de simulação de desgaste de uma zircônia monolítica e com a utilização de antagonistas de esmalte, os tratamentos selecionados no estudo foram o glaze; polidas com borrachas diamantadas e polidas e posterior camada de glaze, os achados foram que a zircônia polida causou menor desgaste ao esmalte antagonista seguido das glazeadas e polidas e posterior glaze, e para os valores de rugosidade média (Ra) após ensaio de desgaste os menores valores foram atribuídos ao grupo polido seguidos das polidas e posterior glaze e glazeadas, o autor verificou que quando ocorreu a perda do glaze a superfície tornou-se mais áspera e mais abrasiva ao antagonista. O autor ressalta que para o estudo e para as condições analisadas os valores de rugosidade média foram bons preditores do comportamento das cerâmicas quanto ao desgaste do antagonista testado. (42)

#### 2.2.2 Análise do molhamento de superfície

Aponta-se que a caracterização da molhabilidade superficial do material indica a boa compatibilidade biológica que o material possui. Para a avaliação da molhabilidade dos materiais cerâmicos a verificação é usualmente realizada pelo método estático da gota séssil, onde após o gotejamento do líquido sobre a superfície do material, uma imagem é capturada e através da imagem os ângulos são posteriormente calculados pelo método Young-Laplace (26).

Observa-se clinicamente o aumento do uso dos materiais cerâmicos à base de zircônia, mais precisamente as Y-TZPs para uso monolítico em reabilitações que exigem o seu uso subgengival como é o caso das reabilitações protéticas. Outros usos desses materiais estão relacionados a componentes dos elementos que compõem o implante, como também em reabilitações onde seu uso é como coroa protética. Algumas peças protéticas tem suas margens posicionadas abaixo do tecido gengival devido à exigência estética das reabilitações orais, onde se busca a mais próxima mimetização do elemento dental.

Viitaniemi et al (2017) em seu estudo destaca que, para o uso de materiais na região subgengival, é necessário que o mesmo apresente uma excelente biocompatibilidade e baixo risco de acúmulo de microrganismos patógenos presentes na microbiota oral, essas características são de extrema importância para o sucesso clínico da restauração. O biofilme oral possui uma alta complexidade e, caso esteja presente na superfície da restauração, pode propiciar doenças orais como

periimplantite e mucosite peri-implantar. O autor também destaca que, em regiões supragengivais, as superfícies das restaurações que apresentam características hidrofóbicas resultam em menor acúmulo de placa em comparação com as superfícies com características hidrofílicas, características importantes para a longevidade da restauração em ambiente oral. (43)

Fatores como a heterogeneidade das superfícies dos materiais e a rugosidade tendem a influenciar o comportamento de molhabilidade dos materiais sólidos e intervir na energia superficial. (44) Propriedade de superfície dos materiais cerâmicos como a rugosidade, a energia de superfície também podem ser relacionadas ao molhamento de superfície dos materiais.

#### 2.3. PROPRIEDADES MECÂNICAS

A caracterização das propriedades mecânicas dos materiais como a dureza, tenacidade à fratura e a resistência à flexão nos orienta quanto ao nível de desgaste dos materiais e a degradação das superfícies. A resistência à flexão é uma propriedade muito relevante das cerâmicas que são friáveis, e mais frágeis quando submetidas as tensões de tração do que à compressão.

Vila Nova et al 2020, investigou a resistência mecânica de duas zircônias translúcidas, quanto ao uso de diferentes acabamentos superficiais e no envelhecimento (LTD), foram realizadas análises de DRX para a verificação de mudança de fase um dos materiais analisados foi a Prettau Anterior a mesma testada neste presente estudo, os autores orientam que a transformação de fase, pode gerar uma camada protetora para o material, e que tamanho dos grãos, a sinterização final, a e a transformação de fase resultam no aumento dos valores de resistência; para as zircônias de alto teor de ítria foi observada raras transformações de fase; e o tipo de polimento que mais influenciou a resistência foram as borrachas polidoras diamantadas, promoveram uma uniformidade devido à transformação (T-M) que gerou uma tensão residual que resultou no aumento da resistência, os autores entenderam que os sistemas acabamentos podem introduzir defeitos que diminuem a resistência e que o uso de sistemas de polimento/ajuste específicos para a zircônia se torna fundamental, pois o material apresenta altos valores de dureza que dificulta alcançar o polimento sem o uso de materiais diamantados. (45)

Chougule et al 2017, verificaram para uma zircônia monolítica (Lava Plus) os valores de resistência à flexão após ajuste com o uso de pedras diamantada, e que

posteriormente foram adotados dois tipos de acabamento superficial, o uso de polidores diamantados e a aplicação da camada de glaze. O grupo após desgaste e posterior aplicação do glaze apresentou maior média de resistência se comparados ao grupo controle (apenas desgastado) seguido do grupo polido com borrachas diamantadas Os autores acreditam que a camada de vidro preencheu as falhas e que por fim resultou no aumento da resistência. (46)

A resistência das cerâmicas também pode ser caracterizada através dos valores de tenacidade à fratura, onde os valores de K<sub>IC</sub> que é um valor critico de intensidade de fratura, relaciona o tamanho do defeito e a tensão aplicada, é a resistência do material ao crescimento da trinca, a verificação da tenacidade ocorre pela medição do tamanho da trinca resultante da endentação realizada durante o ensaio em durômetro, como, por exemplo, o uso de um indentador *Vickers*. (47) Os valores obtidos indicam o desempenho clinico a longo prazo, é uma característica clinicamente significativa.

Os testes de dureza *in vitro* são relevantes clinicamente, pois os efeitos deletérios advindos do desgaste dos materiais, envolvem não só fatores estéticos mas também a movimentação dentária, a redução da dimensão vertical, a redução da capacidade mastigatória e também a fadiga dos músculos envolvidos na mastigação. (48) Os valores de dureza podem também relacionar-se com a temperatura de sinterização final dos materiais, a magnitude da granulometria, ao aumento da densidade e a reduzida presença de porosidade.

A caracterização das propriedades mecânica dos materiais como a dureza, tenacidade à fratura e resistência à flexão nos orienta na previsibilidade do nível de desgaste e na degradação das superfícies a longo prazo.

#### 2.4 PROPRIEDADES ÓPTICAS

Propriedades ópticas, tais como transmissão de luz e reflectância possuem papéis importantes na estética final das restaurações, pois se destaca que a translucidez do material pode assegurar uma aparência natural para a restauração, é um fator importante que afeta a aparência final da restauração, pois a dentição natural possui alta translucidez (49).

A zircônia é um material restaurador utilizado por décadas, e a sua escolha é preterida devido à estética que o material apresenta principalmente quanto ao uso das cerâmicas a base de Y-TZP para uso monolítico translúcida, a necessidade estética
da translucidez é desejável para a mimetização da estrutura dental no comprimento de luz visível de 400-700 nm. (50).

A aparência natural das restaurações é um aspecto desafiador para a Odontologia. A escolha da cor comparada com a dentição natural se torna difícil, pois a dentição natural possui características ópticas complexas, o que torna também complexo o manuseio dos materiais restauradores e a obtenção da excelência estética. Sistemas de seleção de cores, guias e dispositivos eletrônicos auxiliam na escolha de cores dos materiais restauradores para a correta correspondência da dentição natural (47).

A estrutura dos materiais cerâmicos afeta a estética global das restaurações, e tem sido observado que a translucidez pode ser afetada pela condição dos ciclos de queima, presença de estruturas cristalinas, condição superficial, presença de poros, tamanho de grãos, defeitos microestruturais que ocasionam vacâncias de O<sub>2</sub> espessura das peças, o tipo de cimento utilizado, acabamento superficial, a resistência ao desgaste, o estado do dente remanescente e a composição da cerâmica como, por exemplo, aditivos e corantes de diferentes índices de birrefringência se comparados aos grãos de zircônia (49, 51-53)

A birrefringência que é anisotrópica difere a sua direção cristalográfica nos materiais a base de Y-TZP quando no encontro dos limites do contorno dos grãos, que possuem diferentes direções cristalográficas, a luz é refletida e refratada nesses limites, a esse fenômeno é atribuído a redução da translucidez (37).

Tem sido observado que o tamanho de partícula semelhante ao comprimento de onda é a razão mais importante associada ao evento de espalhamento da luz. Partículas de zircônia apresentam um tamanho um pouco maior que o comprimento da luz visível, essas partículas podem dispersar a luz através da matriz, fator que atribui o efeito de opacidade ao material, a opacidade não é uma característica desejável as restaurações. Na tentativa da correspondência da estética da estrutura dental é realizada a coloração do material e a maior transmissão da luz é desejável para que o material apresente maior translucidez (46). A quantidade de luz absorvida pelo material é fortemente relacionada a quantidade de conteúdo cristalino e ao tamanho da partícula que compõe o material. Assim materiais que possuem maior conteúdo cristalino e menor tamanho de partícula (grão) apresentam maior opacidade (51).

Destaca-se que a espessura das restaurações também influencia nos valores de translucidez, a recomendação de espessuras das restaurações de zircônias translúcidas para uso monolítico é de 0,3 - 2,0 mm, maiores espessuras aumentam a capacidade de mascaramento e diminuem a translucidez final da peça.(54)

O sistema CIELab\* é utilizado para medição de cor e foi desenvolvido pela Commision Internationale de l'Eclairage (CIE) em meados de 1976 e 1978 quando, pela primeira vez, foi possível expressar a cor através de números e calcular as diferenças entre elas de modo que correspondesse a percepção visual, trata-se de um sistema tridimensional, destaca-se dois importantes padrões para a interpretação da diferença de cor, a percepção que é a menor diferença de cor percebida por 50% dos observadores e a aceitabilidade que é a menor diferença de cor aceita clinicamente por 50% dos observadores.(55, 56)

A cor então passou a ser expressa por três coordenadas: valor (L\*) ou grau de luminosidade do objeto, também conhecido como escala de cinza, sendo os valores mais altos referentes às cores mais claras e os mais baixas mais escuras tendo como extremos o branco e o preto. E finalmente os parâmetros a\* e b\*, que indicam as cores (+ a\*) vermelho, (-a\*) verde, (+b\*) amarelo e (-b\*) azul (50, 57).

# 2.5 DESGASTE DOS MATERIAIS CERÂMICOS

O desgaste pode ser descrito como a perda gradual de matéria quando em função e com a interação de um antagonista, seja ele a dentição natural ou material restaurador. Os materiais cerâmicos no que lhe concerne são considerados quimicamente inertes e diversos fatores podem propiciar o seu desgaste em ambiente oral, tais como as forças exercidas durante a mastigação, a presença de agentes abrasivos, hábitos parafuncionais, e as características superficiais dos materiais utilizados. As zircônias são constituídas de cristais embutidos em matriz vítrea, onde o maior conteúdo cristalino atribui maior resistência ao desgaste do material, o desgaste se dá por fratura onde ocorre o desprendimento dos cristais o que torna a superfície mais rugosa. (58)

O desgaste severo de restaurações cerâmicas pode levar à falha prematura dos materiais. (27, 56, 57) Fisiologicamente as forças mastigatórias variam de 20-200 N e quando em parafunção os valores das forças variam em torno de 200–800 N.(58)

Testes de desgaste *in vitro* são utilizados para prever o comportamento de desgaste quando diferentes materiais são expostos a diferentes antagonistas e para determinadas condições. Nos ensaios *in vitro* de desgaste é preciso determinar os parâmetros a serem utilizados como a carga a ser adotada, quantidade e duração de

46

ciclos, o formato dos espécimes e o meio de imersão para a realização do experimento (29).

Testes de simulação de desgaste possibilitam a previsibilidade do nível de desgaste das restaurações frente a seus antagonistas, as informações obtidas são importantes para o desenvolvimento de novos materiais. A escolha do antagonista utilizado é importante para a validação dos testes *in vitro*, como é o caso da esteatita que é comumente utilizada em testes laboratoriais, o material é descrito como um análogo, pois apresenta valores de dureza similar ao esmalte dental e seu uso é justificado para a padronização durante o ensaio.(59)

Durante a simulação do desgaste, uma alta tensão de tração ocorre durante o processo de contato deslizante repetido na superfície das peças, induzida na superfície do material, que propicia um mecanismo denominado desgaste por fadiga que na presença de umidade favorece o crescimento lento de trincas (SCG).(60)

A rugosidade superficial da superfície também pode resultar do desgaste abrasivo das superfícies dos dentes antagonistas (21). A rugosidade na superfície das restaurações cerâmicas pode viabilizar o acúmulo de placa bacteriana, e influenciam também na percepção tátil do paciente e no desgaste dos antagonistas, sejam eles dentição natural ou outro tipo de material restaurador (22).

Alves *et al* 2019, avaliou em seu estudo o efeito de quatro diferentes acabamentos superficiais (controle [sem tratamento]; glaze; polidos com uso de pontas de borrachas diamantadas e polidas com posterior glaze) em uma zircônia (3Y-TZP), na simulação de um ensaio de desgaste, os antagonistas utilizados foram pistões de esteatita. Foram investigados valores médios de rugosidade, perda de volume e molhabilidade de superfície. Os achados foram que após ensaio de desgaste, para as médias de rugosidade os espécimes glazeados apresentaram os menores valores médios e sem diferença para o grupo polido e posterior glaze; os valores de ângulo de contato encontrados foram menores que 90°, que caracteriza a superfície hidrofílica. Os autores relataram também que o grupamento glaze foi o que apresentou menor desgaste para o antagonista e sem diferença para o desgaste do antagonista para o grupo controle e polida e posterior glaze (59).

A proposta deste projeto de pesquisa foi observar para as quatro diferentes zircônias translúcidas para uso monolítico o efeito da microestrutura e de dois diferentes acabamentos superficiais (glaze e ajuste com posterior polimento clínico) nos valores de resistência á flexão biaxial, nos parâmetros de translucidez e na

molhabilidade da superfície. Foi avaliar também os parâmetros de rugosidade e perda de volume para os efeitos da microestrutura e dos dois diferentes acabamentos superficiais após ensaio de desgaste clinicamente relevante. Para os valores de tenacidade a fratura e dureza *Vickers* o efeito da microestrutura foi avaliado em espécimes polidos em politriz semiautomática e uso de lixas diamantadas.

# 3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo principal determinar o efeito da microestrutura e do estado da superfície (glazeada *versus* polida após simulação de ajuste oclusal) nas propriedades mecânicas, ópticas e de superfície de quatro diferentes tipos de zircônias translúcidas para uso monolítico.

Especificamente, este estudo teve como primeiro objetivo determinar a dureza Vickers e a tenacidade à fratura de quatro tipos de zircônias translúcidas com superfície polida.

O segundo objetivo foi avaliar, para esses mesmos quatro materiais, o efeito da sua microestrutura e do estado de superfície (glazeada versus polida após simulação de ajuste oclusal) nos seguintes parâmetros:

- Resistência à flexão biaxial. A hipótese nula é que a microestrutura e o estado de superfície não afetam a resistência à flexão dos materiais testados.
- II. Molhamento de superfície a partir da verificação do ângulo de contato. A hipótese nula é que a microestrutura e o estado de superfície não afetam os valores de ângulo de contato aferidos pela análise do molhamento de superfície.
- III. Rugosidade média (Ra) mensurada antes e após ensaio de desgaste realizado em um simulador da mastigação. A hipótese nula é que a microestrutura, o estado de superfície e o momento da mensuração (antes e após desgastes) não afetam os valores médios de Ra. A rugosidade média (Ra) também foi determinada para os antagonistas de esteatita, apenas após o ensaio de desgaste, em função do material testado e da condição de superfície.
- IV. Perda de volume por meio da análise perfilométrica após ensaio de desgaste realizado em um simulador da mastigação. A hipótese nula é

que a microestrutura e o estado de superfície não afetam a perda de volume aferida por meio da análise perfilométrica após ensaio de desgaste. Também foi avaliada a perda de volume dos antagonistas de esteatita para as quatro cerâmicas avaliadas e para as duas condições de superfície estudadas.

V. Propriedades ópticas a partir do parâmetro de translucidez (PT). A hipótese nula é que a microestrutura e estado de superfície não afetam os valores de PT.

# 4 MATERIAL E MÉTODOS

## 4.1 MATERIAL

Para a confecção dos espécimes, foram utilizados quatro diferentes tipos de zircônias comerciais translúcidas: Cercon hT (pré-colorida na cor A2), e Cercon xT (pré-colorida na cor A3), Prettau Anterior e Lava Plus. As indicações para o uso são fabricação de restaurações monolíticas em sistema CAD-CAM. O nome, fabricante e a composição de cada material estão apresentados na Tabela 4.1.

Nome comercial	Fabricante	Composição (% em peso)
Cercon hT	Dentsply Sirona	Óxido de zircônio; óxido de ítrio 5%; óxido de háfnio <3%;óxido de alumínio e óxido de silício <1%.
Cercon xT	Dentsply Sirona	Óxido de zircônio; óxido de ítrio 9%; óxido de háfnio <3%; óxido de alumínio e óxido de silício <1%.
Prettau Anterior	Zirkonzanh	Óxido de zircônio; óxido de ítrio < 12%; óxido de háfnio <12%; óxido de alumínio <1%; óxido de silício máx 0,02%; óxido de ferro máx 0,02% e óxido e sódio máx 0,02%.
Lava Plus	3M ESPE	Óxido de zircônio; óxido de ítrio (5-6%), óxido de háfnio <5%: óxido de alumínio.

Tabela 4.1 - Características e composições dos materiais utilizados no estudo

Fonte: O autor

Para o acabamento de superfície, foi utilizado o glaze Glaze Prettau Plus (Zirkonzahn, Bolzano, Itália). O ajuste oclusal foi realizado com o uso de pontas diamantadas cilíndricas de granulação média e fina Zir Prep FG (Jota, Rüthi, Suiça) e posterior polimento com uma sequência de borrachas polidoras diamantadas Zir Gloss (Jota, Rüthi, Suiça).

## 4.2 MÉTODOS

## 4.2.1 Confecção dos espécimes cerâmicos

Os espécimes foram confeccionados no formato de discos a partir de blocos de zircônia monolítica parcialmente sinterizadas com indicação de uso para usinagem via *CAD-CAM* (Tabela 4.1).

4.2.1.1 Confecção de espécimes em formato de discos

Os espécimes foram confeccionados a partir de blocos de zircônia monolítica parcialmente sinterizadas. Foram realizados o corte e o arredondamento dos blocos de modo a transformá-los em cilindros com o auxílio de lixas diamantadas ALLIED High Tech Products, Califórnia, Estados Unidos) em politriz semiautomática Automet 2000 (Buehler, Lake Buff, Estados Unidos) e posteriormente foi realizado o corte dos mesmos para obter discos de 14,0 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura em cortadeira semiautomática ISOMET 1000 (Buehler, Lake Buff, Estados Unidos) com auxílio de discos diamantados.

Posteriormente as superfície dos espécimes foram lixadas com o auxílio de lixas diamantadas de 220µm (ALLIED High Tech Products, Califórnia, Estados Unidos) em politriz semiautomática Automet 2000 (Buehler, Lake Buff, Estados Unidos) para a manutenção do paralelismo das mesmas. Após o corte, os discos foram sinterizados (Tabela 4.2) no forno Spot 110 (Zircar Ceramics, Nova Iorque, Estados Unidos) de acordo com as recomendações dos fabricantes.

Após a sinterização final, os espécimes apresentaram dimensões de 12,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura. Posteriormente a sinterização os espécimes foram limpos em lavadora ultrassônica (Kondentech, São Carlos, Brasil) imersos em álcool isopropílico por 10 min.

Materiais	Prettau Anterior	Cercon hT	Cercon xT	Lava Plus
Temperatura (°C)	1500	1500	1500	1450
Tempo de queima (Horas)	2	2	2	2
Taxa de aquecimento (°C/min.)	8	8	8	10

Fonte: O autor

## 4.2.2 Acabamento superficial dos espécimes

O acabamento superficial de glazeamento foi aplicado em todos os espécimes. Posteriormente, uma parte dos espécimes glazeados passou por um tratamento superficial que simula um ajuste oclusal com o uso de pontas diamantadas cilíndricas de granulação média e fina Zir Prep FG (Jota, Rüthi, Suíça) e posterior polimento com uma sequência de pontas de borrachas polidoras diamantadas Zir Gloss (Jota, Rüthi, Suíça), simulando um polimento intraoral. Os processos foram realizados com umidade para evitar o superaquecimento da peça.

Os espécimes utilizados na caracterização mecânica para os ensaios de tenacidade à fratura e dureza Vickers foram polidos com em politriz semiautomática e não foram previamente glazeados. As quantidade de espécimes e condições confeccionadas para o projeto estão descritas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Condição e quantidade dos espécimes utilizados nos ensaios para cada um dos materiais propostos

Ensaio e/ou caracterização	Acabamento superficial	Quantidade(n)
Desistâncie à flovão	Glaze	10
	Acabamento superficial   Glaze   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Polimento   Glaze   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Glaze   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Glaze   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Antagonistas para especimes   glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Antagonistas para espécimes   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento   Antagonistas para espécimes   Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	10
Dureza Vickers e tenacidade à fratura	Polimento	10
Malhamanta da aunarfísia	Glaze	5
	Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	5
Análise das propriedades	Glaze	10
ópticas	Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	10
Análico porfilomátrico	Glaze	8
Analise periliometrica	Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	8
Análise perfilométrica dos	Antagonistas para especimes glazeados	8
antagonistas de esteatita	Antagonistas para espécimes Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	8
Enacio do docaceto	Glaze	16
	Glaze + Ajuste Oclusal + Polimento	16

Fonte: O autor

4.2.2.1 Glazeamento

Os espécimes foram glazeados com o Glaze Prettau Plus (Zirkonzahn, Bolzano, Itália). O glaze em pasta foi aplicado na superfície dos espécimes com o auxílio de um pincel pelo de Marta (Kota, Cotia, Brasil). A composição do glaze está apresentada na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Composição do glaze Prettau Plus (informações fornecidas pelo fabricante)

Nome	Fabricante	Composição
Glaze Prettau Plus	Zirkonzahn	SiO <sub>2</sub> , K <sub>2</sub> O, ZnO, Li <sub>2</sub> O (60-80%), MgO, CeO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e glicol (20-40%)

Fonte: O autor

Após a aplicação do glaze na superfície dos espécimes, foi realizada uma queima em forno Kerampress (Kota,Cotia,Brasil) de acordo com os dados da Tabela 4.5.

Queima glaze Prettau Plus	
Temperatura inicial (°C)	300~350
Tempo de pré-secagem (min.)	8
Taxa de elevação (°C)	35 ~55
Temperatura final (°C)	750
Início do vácuo (°C)	300 ~350
Final do vácuo (°C)	750
Manter em vácuo (min.)	5
Resfriamento (min.)	4~5

Tabela 4.5 - Ciclo de queima do glaze

Fonte: O autor

4.2.2.2 Ajuste superficial após glazeamento

Após a aplicação do glaze, parte dos espécimes teve a superfície desgastada (simulação do ajuste oclusal) com uso de pontas diamantadas de granulação média e granulação fina (Zir Prep FG – Jota, Rüthi,Suíça) e de uma caneta de alta rotação (Turbina Extra Torque 505C – Kavo Kerr, São Paulo, Brasil). Para a padronização do desgaste dos espécimes, os mesmos foram marcados com uso de pincel marcador atômico e o desgaste aconteceu até o desaparecimento da marcação (60, 61).

Figura 4.1 - Pontas diamantadas de granulações média e granulação fina Zir Prep. FG – Jota



Fonte: O autor



Após o ajuste superficial com o uso de pontas diamantadas, as superfícies dos espécimes foram polidas utilizando sequência de borrachas polidoras diamantadas Zir Gloss (Jota, Rüthi, Suíça) para uso em caneta de baixa rotação (contra ângulo 500-Kavo Kerr, São Paulo, Brasil), simulando o polimento intraoral. O procedimento foi realizado em dois passos de acordo com a recomendação do fabricante.





Fonte: O autor

## 4.2.2.4 Polimento

A preparação dos espécimes para os ensaios de dureza *Vickers* e tenacidade à fratura (n=10) para cada um dos materiais utilizados no estudo, após a sinterização tiveram suas superfícies polidas em politriz semiautomática Ecomet 3 (Buelher, Lake Bluff, Estados Unidos) com sequência de discos diamantados de granulações de 45, 15, 6 e 3µm (ALLIED High Tech Products, Califórnia, EUA) e solução diamantada de 1µm (Buelher, Lake Bluff, Estados Unidos).

## 4.2.3 Caracterização do comportamento mecânico

4.2.3.1 Resistência à flexão (biaxial)

Para o teste de resistência a flexão biaxial foram utilizados 10 espécimes para

cada uma das condições e materiais selecionados (Tabela 3.3), foi utilizado um dispositivo do tipo pistão sobre 3 esferas em máquina de ensaio universal EMIC-DL 20000 (INSTRON, Paraná, Brasil).

Os espécimes foram fraturados imersos em água destilada com sistema de aquecimento para a manutenção da temperatura a 37°C, com uma taxa de carregamento de 0,5 mm/min. A resistência à flexão foi calculada pela equação 1 de acordo com a ISO 6872-2008. (62)

$$\sigma_f = \frac{-0.2387 F (X - Y)}{w^2}$$
 Equação 1

Onde  $\sigma_f$  = resistência à flexão biaxial, F = carga no momento da fratura, w = espessura do espécime e X e Y são determinados pelas seguintes equações 2 e 3

$$X = (l + v) \cdot \ln\left(\frac{B}{C}\right)^2 + \left(\frac{l - v}{2}\right) \cdot \left(\frac{B}{C}\right)^2 \qquad \text{Equação 2}$$

$$Y = (l+v)\left[1 + ln\left(\frac{A}{C}\right)^{2}\right] + (1-v).\left(\frac{A}{C}\right)^{2} \qquad \text{Equação 3}$$

Onde v = coeficiente de Poisson, A = raio do círculo formado pelas esferas de apoio (4 mm), B = raio da ponta do pistão (1,7 mm) e C = raio do espécimes

#### 4.2.3.2 Dureza Vickers

Os valores de dureza *Vickers* foram realizados nos espécimes (n= 10). Foram realizadas 4 impressões, e os valores médios foram utilizados. O equipamento utilizado foi o durômetro BVR (Reicherter, Buheler, Lake Bluff, EUA) com o uso de um

indentador *Vickers*, a carga utilizada foi de 98 N e o tempo de permanência de 15 s. A equação utilizada para o cálculo de dureza (Equação 4).

$$HV = 0,1891 \frac{L}{d^2}$$
 Equação 4

Onde L= carga em N e d= média comprimento das diagonais de impressão (em mm).

#### 4.2.3.3 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura, K<sub>lc</sub>, foi determinada pelo método IF (*identation fracture*) (63), em durômetro (Reicherter, Buelher, Lake Bluff, EUA). Foram realizadas 4 indentações com indentador *Vickers* com carga de 98 N por 15 s. (63)

Para o cálculo da tenacidade à fratura (K<sub>Ic</sub>) foram medidas as diagonais das indentações (2a) e as trincas formadas ao redor das mesmas (2c) através da equação (Equação 5):

$$K_{IC} = 0,0016 \left(\frac{E}{H}\right)^{0.5} \cdot \left(\frac{L}{c^{1.5}}\right)$$
 Equação 5

Onde:  $K_{lc}$  – tenacidade à fratura; P – carga de indentação; c – tamanho da trinca; E – módulo de Young (GPa) e H – dureza (GPa).

#### 4.2.4 Caracterização do comportamento óptico

Para a caracterização das propriedades ópticas dos materiais, foi utilizado um espectrofotômetro de bancada CM-3700d (Konica Minolta, Tóquio, Japão) equipado com uma esfera de integração e fonte de luz (lâmpada de xenônio).

Para a calibração do equipamento foram utilizados dois acessórios: uma placa de calibração branca CM-A90 (Konica Minolta, Tóquio, Japão) e uma caixa de calibração preta CM-A94 (Konica Minolta, Tóquio, Japão). A caixa de calibração preta calibra o zero absoluto, sendo que o acessório absorve a luz emitida durante a

calibração, já a placa de calibração branca é utilizada para configurar o equipamento na calibração ideal.

Os espécimes foram colocados sobre cartões (Leneta Company, Nova Jersey, Estados Unidos) de fundo preto (L\*=27,12; a\*=0,12; b\*=-0,41) e branco (L\*=94,45; a\*=1,23; b\*=4,11) e para atenuar o efeito da reflexão em contato com o cartão foi utilizada uma substância acoplante de glicerol com índice de refração de 1,48.

Para a mensuração dos valores das coordenadas colorimétricas CIEL\*a\*b\* com comprimento de onda de 360-740 nm e no intervalo de 10 nm com a norma CIE foi considerado o iluminante D65 e padrão do ângulo de visualização de 8° (64). Os parâmetros foram medidos de acordo com a *Commission Internationale de l'Eclairage* (CIE) 1976 L\*a\*b\* *color space* (CIELAB). (64)

4.2.4.1 Parâmetro de translucidez (PT)

O parâmetro de translucidez (PT) que indica a capacidade de mascaramento do material foi obtido por meio do cálculo do parâmetro de diferença de cor ( $\Delta E_{00}$ ), utilizando a fórmula CIEDE2000 (65) determinado pela seguinte equação (Equação 6):

$$\Delta \boldsymbol{E_{00}} = \left[ \left( \frac{\Delta L'}{K_{\rm L} S_{\rm L}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta C'}{K_{\rm C} S_{\rm C}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta H'}{K_{\rm H} S_{\rm H}} \right)^2 + R_{\rm T} \left( \frac{\Delta C'}{K_{\rm c} S_{\rm C}} \right) \left( \frac{\Delta H'}{K_{\rm H} S_{\rm H}} \right) \right]^{1/2} \qquad \text{Equação 6}$$

Onde  $\Delta L'$ ,  $\Delta C' \in \Delta H'$  são as diferenças de luminosidade, saturação e matiz dos espécimes analisados.  $R_T$  é chamada função de rotação é a interação entre as diferenças de croma e matiz na região azul.  $S_L$ ,  $S_C \in S_H$  são a ponderação das funções e  $K_L$ ,  $K_C$ ,  $K_H$  são os termos corretos a serem ajustado de acordo com as condições experimentais. Os fatores paramétricos  $K_L$ ,  $K_C$ ,  $K_H$  serão fixados em 1.

No estudo, o cálculo das diferenças de  $\Delta E_{00}$  foi realizado por meio da comparação da média padrão das coordenadas L\*, a\* e b\* obtidas em fundo branco e fundo preto, onde L\* corresponde a luminosidade, e as coordenadas colorimétricas a\* que corresponde a cromaticidade ao longo do eixo vermelho-verde e b\* cromaticidade ao longo do eixo amarelo-azul respectivamente, posteriormente os valores das coordenadas colorimétricas CIEL\*a\*b\* aferidas pelo espectrofotômetro

foram enviadas para um computador e analisadas por um *software* OnColor (CyberChome Inc, Carolina do Sul, Estados Unidos).

## 4.2.5 Caracterização da superfície

#### 4.2.5.1 Análise perfilométrica pré-ensaio de desgaste

Os espécimes cerâmicos foram analisados quanto à rugosidade superficial anteriormente ao ensaio de desgaste. Os perfil topográfico desses espécimes também foi colhido para posterior cálculo de perda de volume. Para os antagonistas de esteatita utilizados no ensaio de desgaste, foram selecionados 8 espécimes para cada material e acabamento superficial testado (Tabela 3.3). Entretanto, os antagonistas tiveram apenas o seu perfil topográfico registrado antes do ensaio de desgaste para posterior determinação da perda de volume. A rugosidade dos espécimes antagonistas não foi registrada anteriormente ao ensaio de desgaste.

Os espécimes tiveram as suas superfícies escaneadas em perfilômetro óptico Proscan 2100 (Seatron, Reino Unido), o sensor utilizado foi o S3/011 de resolução de 0,005 mm no qual feixes a laser escanearam a superfície da peça, obtendo assim imagens do perfil topográfico.

Foram realizadas cinco varreduras em cada dos discos analisados e superfície dos antagonistas testados, uma área de varredura de 4 mm de comprimento (eixo x) e 4 mm de largura (eixo y), o "step-size" que é a distância entre os pontos foi definido em 0,002 mm (eixo x) e 0,100 mm (eixo y), e para o número de "steps" que são os números de pontos aferidos nos eixos foi utilizado o valor de 2000. O tempo decorrido na varredura para cada espécime foi de aproximadamente 7,5 min.

Antes do início do teste foi realizado o cálculo para a escolha do comprimento da amostragem (*cut-off*) para os espécimes analisados. A configuração da varredura dos espécimes analisados foram utilizadas seguindo as recomendações da ISO 4288-1996. (66)

Um valor médio para cada amostra foi obtido a partir das cinco medidas realizadas em cada um dos espécimes testados, posteriormente foi obtida a média para cada grupo analisado.

As imagens foram analisadas com o uso do software Proscan Application V 2.0.17 (Seatron, Reino Unido). O escaneamento permitiu realizar a análise e a caracterização da topografia da superfície, gerando dados relacionados aos parâmetros de rugosidade média (Ra), as superfícies dos espécimes também foram escaneados para obtenção da topografia para o posterior cálculo de perda de volume.

Figura 4.3 - Imagem 2D da superfície analisada após acabamento de superfície pré-ensaio de desgaste registradas pelo programa Proscan



Fonte: O autor

Figura 4.4 - Imagem topográfica da superfície obtida em perfilômetro óptico pré- ensaio de desgaste



Fonte: O autor

Figura 4.5 - Imagem 3D da superfície analisada após acabamento de superfície pré- ensaio de desgaste



Fonte: O autor

#### 4.2.5.2 Análise do molhamento de superfície

Cinco espécimes de cada material e condição foram mensurados quanto ao molhamento de superfície dado pela medição dos ângulos de contato em [°] (Tabela 3.3). Foi utilizada a metodologia da gota séssil com o uso de um goniômetro DSA25 (Kruss, Alemanha) na qual um microscópio de baixa potência produziu uma imagem definida e que posteriormente o registro da gota formada foi capturado e o perfil da gota foi determinado pelo *software* Advance (Kruss, Alemanha) e o ângulo de contato foi calculado pelo método *Young-Laplace.* 

Para a análise foi utilizada água destilada, gotejada a um volume de 1 μm<sup>3</sup> na superfície do material cerâmico. Foram realizadas 10 medições para cada espécime. Cada medição foi realizada após 5 segundos do gotejamento.

Figura 4.6 - Gota de água na superfície do material



Fonte: O autor

Figura 4.7 - Imagem da aferição do ângulo de contato pelo software Advance na superfície do material



Fonte: O autor

## 4.2.6 Ensaio de desgaste

Após obtenção das imagens do perfil topográfico dos discos, 16 espécimes de cada material e condição foram submetidos à simulação de desgaste em máquina simuladora da mastigação Mechatronik GmbH CS 4.8 (SD Mechatronik, Feldkirchen Alemanha).

Nessa máquina, (Figura 4.8) o movimento foi produzido por dois motores de passo que permitiram realizar movimentos verticais e horizontais controlados por computador entre o espécime e o antagonista, em cada câmara de teste. Foram utilizados dispositivos metálicos (12 mm de diâmetro), e os espécimes foram colocados no centro do dispositivo.

O movimento de desgaste foi iniciado com o espécime ( $\emptyset$  = 12 mm e 1,0 mm de espessura) já em contato com o antagonista de esteatita (Cerâmica Chiarotti,

Jaguariúna, Brasil) para que a carga (30 N) fosse aplicada sem impacto no espécime. A força adotada compreende os valores aceitos para a mastigação fisiológica que varia de 10 a 120 N.(67) O antagonista deslizou 4 mm sobre o espécime e retornava ao ponto inicial, totalizando um deslocamento de 12 mm (Figura 4.9).

Foram realizados 500.000 ciclos com frequência de 2,0 Hz e, durante os ensaios, os espécimes ficaram imersos em água destilada a 37°C. Neste estudo a quantidade de ciclos estima de dois a cinco anos em função clínica.(68) A frequência adotada no estudo foi utilizada para a simulação da frequência mastigatória que varia de 0,94 Hz a 2,17 Hz. (69)



Figura 4.8 - Máquina simuladora da mastigação Mechatronik GmbH CS 4.8

Fonte: O autor





## 4.2.7 Perfilometria pós-ensaio de desgaste

Os espécimes e seus antagonistas tiveram as suas superfícies escaneadas em Perfilômetro óptico Proscan 2100 (Seatron Reino Unido), após ensaio de desgaste, os mesmos parâmetros descritos anteriormente no item 4.2.1.1 (Perfilometria préensaio de desgaste) novamente utilizados.

Posteriormente, as imagens foram analisadas com o uso do software Proscan Application V 2.0.17 (Seatron, Reino Unido). O escaneamento permitiu realizar a análise e a caracterização da topografia da superfície, gerando dados relacionados aos parâmetros de rugosidade média (Ra).

Para os antagonistas o valor de Ra também foi obtido. Os dados de topografia obtidos após degaste permitiram o cálculo de perda de volume para todos os espécimes.

Os escaneamentos obtidos pré e pós ensaio de desgaste foram comparadas no *PROFORM SOFTWARE* (Seatron, Reino Unido).

Figura 4.10 - Imagens escaneadas pelo software PROFORM na comparação das imagens capturadas (a) antes do ensaio de desgaste e (b) imagem escaneada após ensaio de desgaste



Fonte: O autor

Figura 4.11 - Imagens escaneadas pelo software PROFORM na comparação das imagens capturadas (c) sobreposição das imagens pós e pré-ensaio de desgaste e (d) imagem sobreposta resultante.



Fonte: O autor

## 4.2.8 Análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Espécimes de cada material e de cada uma das condições analisadas no estudo foram submetidos à análise microscópica por fonte de emissão de campo -

FEG (*Field Emisson Gun*). Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura modelo Quanta 650FEG (FEI, Oregon, Estados Unidos) e também foi realizada análise por EDS (espectroscopia de energia dispersiva) pelo sistema EDS Quantax (Bruker, Massachusetts, Estados Unidos). Foram obtidas informações referentes a composição dos materiais por análise qualitativa, sendo que às duas análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT-Poli USP).

## 4.2.9 Análise dos resultados

Os dados obtidos no estudo foram verificados quanto a sua normalidade através do teste de Shapiro-Wilk (p>0,05). Posteriormente, os resultados de resistência à flexão biaxial, análise perfilométrica (perda de volume), rugosidade média (Ra) dos antagonistas, análise de molhamento superficial e caracterização óptica obtidos foram tratados estatisticamente com análise de variância de dois fatores (ANOVA), sendo que os fatores analisados foram: material e acabamento superficial e teste de Tukey com nível global de significância de 5%, com o uso software Minitatab (Minitab, LLC, Pensilvânia, EUA).

Os valores médios de dureza Vickers e tenacidade à fratura foram tratados por análise de variância de um fator (ANOVA) e posterior teste de Tukey ( $\alpha$  =0,05).

Valores obtidos através da análise perfilométrica (rugosidade média - Ra) para os materiais testados foram analisados estatisticamente com a análise de variância de medidas repetidas (ANOVA) de três fatores (material, acabamento superficial e desgaste) com o uso do software Minitab e posterior teste de Tukey com nível global de significância de 5%.

## 5 **RESULTADOS**

# 5.1 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

#### 5.1.1. Resistência à flexão biaxial

Os dados dos valores médios de resistência à flexão biaxial foram submetidos a análise descritiva, teste de normalidade (p>0,05) e posterior teste de análise de variância (ANOVA) de dois fatores e teste de Tukey para contraste de médias.

O fator material (p=0,000) foi estatisticamente significativo. Nota-se na Tabela 5.1 que a maior média encontrada foi apresentada pelo material Cercon hT (716,3  $\pm$  171,9 MPa), a qual foi significativamente superior às médias dos outros materiais, os quais obtiveram médias semelhantes entre si.

Tabela 5.1 - Valores de resistência à flexão biaxial e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em MPa exceto para o coeficiente de variação em função do fator material. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Resistência à flexão (MPa)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	348,8 ± 140,1 <sup>B</sup>	40	361,2
Lava Plus	403,2 ± 211,6 <sup>B</sup>	52	382,3
Cercon hT	716,3 ± 171,9 <sup>A</sup>	24	740,0
Cercon xT	335,8 ± 153,1 <sup>в</sup>	46	293,0

Fonte: O autor

O fator acabamento superficial (glaze e após simulação de ajuste oclusal) não foi estatisticamente significativo (p=0,075), portanto não houve diferença estatística entre os valores de resistência para as duas condições analisadas (Tabela 5.2).

Tabela 5.2 - Valores de resistência à flexão biaxial e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em MPa exceto para o coeficiente de variação em função do fator acabamento superficial. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Resistência à flexão (MPa)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Glaze	487,2 ± 143,0 <sup>A</sup>	29	475,2
Ajuste	414,8 ± 288,0 <sup>A</sup>	70	229,9

Fonte: O autor

Para as médias de resistência à flexão obtidas, a interação material *versus* condição da superfície foi significativa (p=0,000). Isso significa que o efeito do estado de superfície foi distinto para cada material estudado. De fato, ao se observar a Tabela 5.3 e Figura 5.1, nota-se que o ajuste oclusal simulado seguido de polimento teve um efeito diretamente oposto para os materiais Lava Plus e Cercon hT. Enquanto para o primeiro o ajuste resultou em queda significativa de mais da metade do valor de resistência, o segundo teve sua média de resistência aumentada em cerca de 60% após o desgaste e polimento. Já para o material Prettau e Cercon xT, o ajuste seguido de polimento não afetou significativamente os valores de resistência à flexão mensurados.

Apesar de o fator material ter sido estatisticamente significativo, a Tabela da interação mostra que, na verdade, para a condição glaze, todos os materiais obtiveram valores semelhantes de resistência, e as diferenças estatísticas entre eles se encontram nas comparações realizadas entre os espécimes ajustados. Dessa forma, comparando as médias obtidas apenas na condição ajuste, o material Cercon hT obteve média significativamente superior às das outras três cerâmicas, as quais obtiveram médias semelhantes entre si.

Tabela 5.3 - Valores de resistência à flexão biaxial (MPa) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em MPa exceto para o coeficiente de variação em função da interação dos fatores material e condição. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05).

Material	Condição	Resistência à flexão biaxial (MPa)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	Glaze	410,4 ± 72,9 <sup>B,C</sup>	18	389,4
	Ajuste	333,1 ± 152,0 <sup>C</sup>	45	283,5
Lava Plus	Glaze	577,5 ± 150,9 <sup>B</sup>	26	510,7
	Ajuste	228,8 ± 44,2 <sup>C</sup>	19	219,0
Cercon hT	Glaze	576,5 ± 103,4 <sup>B</sup>	18	530,9
	Ajuste	856,0 ± 83,4 <sup>A</sup>	10	828,4
Cercon xT	Glaze	384,5 ± 132,1 <sup>B,C</sup>	35	296,5
	Ajuste	287,1 ± 171,2 <sup>C</sup>	60	227,0

Fonte: O autor

Figura 5.1 - Resistência à flexão (MPa) em função do fator interação (material x acabamento superficial) Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)



Fonte: O autor

# 5.1.2. Dureza Vickers e tenacidade à fratura

Observou-se que para os valores de dureza Vickers e tenacidade à fratura, foram testados 10 espécimes dos quatro diferentes materiais testados. Os dados foram submetidos a análise descritiva, teste de normalidade onde (p>0,05) e posterior teste de análise de variância (ANOVA) de um fator e teste de Tukey.

Ao analisarmos os valores de dureza (Tabela 5.4 e figura 5.2), nota-se que não houve efeito do material, dado que não foram encontradas diferenças estaticamente significativas para as médias dos materiais testados (p = 0,189).

Tabela 5.4 - Valores de média de dureza *Vickers* e respectivos desvios-padrão em função do fator material e os parâmetros estatísticos, valores em GPa exceto para o coeficiente de variação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Dureza Vickers (GPa)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	13,2 ± 1,1 <sup>A</sup>	9	13,4
Lava Plus	13,4 ± 0,5 <sup>A</sup>	4	13,2
Cercon hT	13,8 ± 0,6 <sup>A</sup>	4	13,9
Cercon xT	13,8 ± 0,9 <sup>A</sup>	7	13,8

Fonte: O autor

Figura 5.2 – Médias de dureza Vickers (GPa) em função do fator material Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)



Fonte: O autor

Os dados de tenacidade à fratura apresentaram normalidade (p=0,079). As médias estão apresentados na Tabela 5.5 e Figura 5.3. Foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre as médias obtidas (p=0,000), indicando o efeito da microestrutura na tenacidade dos materiais.

Para os valores de tenacidade à fratura, em MPa.m<sup>1/2</sup>, verificou-se que o Lava Plus (4,7 ± 0,4 MPa.m<sup>1/2</sup>) apresentou média significativamente maior do que a média obtida pelo material Cercon hT, (4,1 ± 0,2 MPa.m<sup>1/2</sup>) a qual foi significativamente maior do que as médias dos materiais Prettau e Cercon xT ( $3,3 \pm 0,3 = 3,1 \pm 0,3$  MPa.m<sup>1/2</sup> respectivamente) as quais foram semelhantes entre si.

73

Tabela 5.5 - Valores de média de tenacidade à fratura e respectivos desvios-padrão em função do fator material e os parâmetros estatísticos, valores em (MPa.m<sup>1/2</sup>) exceto para o coeficiente de variação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Tenacidade à fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	3,3 ± 0,3 <sup>C</sup>	10	3,3
Lava Plus	4,7 ± 0,4 <sup>A</sup>	8	4,7
Cercon hT	4,1 ± 0,3 <sup>B</sup>	8	4,0
Cercon xT	3,1 ± 0,2 <sup>C</sup>	7	3,1

Fonte: O autor





Fonte: O autor

# 5.2 CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE

## 5.2.1 Molhamento de superfície (ângulo de contato)

As materiais foram testados quanto aos valores do ângulo de contato antes e

após simulação de ajuste oclusal e posterior polimento. Os dados foram submetidos a análise descritiva, teste de normalidade onde (p>0,05) e posterior teste de análise de variância (ANOVA) de dois fatores e teste de Tukey.

O fator material não foi estatisticamente significativo (p=0,423) e não foram encontradas diferenças entre os valores médios para os ângulos de contato (Tabela 5.6) sendo assim não foi observado o efeito do tipo de material nos valores de ângulo de contato.

Tabela 5.6 - Valores de média de ângulo de contato [°] e respectivos desvios-padrão em função do fator material e os parâmetros estatísticos, valores em [°] exceto para o coeficiente de variação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Ângulo de contato [°]	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	26,4 ± 6,12 <sup>A</sup>	38	24,4
Lava Plus	29,8 ± 10,8 <sup>A</sup>	36	23,2
Cercon hT	26,5 ± 13,8 <sup>A</sup>	52	25,9
Cercon xT	31,7 ± 13,0 <sup>A</sup>	41	30,4

Fonte: O autor

O fator estado de superfície foi estatisticamente significativo (p=0,000) para as médias de ângulo de contato. A condição ajuste resultou em maior média (38,0  $\pm$  20,6°) em comparação com o valor obtido para a condição glaze (19,2  $\pm$  22,5°), como observado na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Valores de média de ângulo de contato [°] e respectivos desvios-padrão em função do fator estado de superfície e os parâmetros estatísticos, valores em [°] exceto para o coeficiente de variação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Ângulo de contato [°]	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Ajuste	38,0° ± 20,6 <sup>A</sup>	21	38,9
Glaze	19,2° ± 22,5 <sup>в</sup>	22	20,7

Fonte: O autor

A interação material *versus* estado de superfície (p=0,000) também foi estatisticamente significativa. A Tabela 5.8 de interação e Figura 5.4 confirmou o resultado estatístico encontrado para o fator estado de superfície, pois independentemente do material analisado, o ângulo de contato foi sempre

estatisticamente superior para a condição ajuste em comparação com a superfície glazeada.

75

Entretanto, a comparação entre as médias de ângulo de contato dos quatro materiais foi diferente dependendo do estado de superfície analisado. Para espécimes glazeados, os materiais Prettau, Lava Plus e Cercon xT obtiveram médias semelhantes. Já a Cercon hT obteve média de ângulo de contato significativamente menor do que as médias dos materiais Prettau e Lava Plus. Já para espécimes ajustados, as médias dos materiais Lava Plus, Cercon xT e Cercon hT foram estatisticamente semelhantes. O material Prettau ajustado teve média de ângulo de contato significativamente menor do que as médias dos materiais Prettau ajustado teve média de ângulo de contato significativamente semelhantes. O material Prettau ajustado teve média de ângulo de contato significativamente menor do que as médias obtidas para Cercon xT e Cercon hT.

Tabela 5.8 - Valores dos ângulos de contato e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em [°] exceto para o coeficiente de variação em função da interação material x condição de superfície. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05).

Material	Condição de superfície	Ângulo de contato [°]	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Drottou	Glaze	21,8 ± 2,0 <sup>C</sup>	9	21,2
Flettau	Ajuste	$ \begin{array}{c c} \hat{A}ngulo \ de \ contato \\ \hline [°] \\ \hline 21,8 \pm 2,0 \ ^{C} \\ \hline 31,1 \pm 5,2 \ ^{B} \\ \hline 22,0 \pm 2,1 \ ^{C} \\ \hline 37,6 \pm 10,4 \ ^{A,B} \\ \hline 13,4 \pm 2,9 \ ^{D} \\ \hline 39,6 \pm 3,6 \ ^{A} \\ \hline 19,7 \pm 3,2 \ ^{C,D} \\ \hline 43,7 \pm 4,9 \ ^{A} \\ \end{array} $	17	32,3
	Glaze	22,0 ± 2,1 <sup>C</sup>	10	22,2
Lava Flus	Ajuste 37,6 ±	37,6 ± 10,4 <sup>A,B</sup>	28	41,4
Cercon hT	Glaze	13,4 ± 2,9 <sup>D</sup>	22	12,3
Cercontin	n hT Glaze 13,4 ± 2,9 <sup>D</sup> Ajuste 39,6 ± 3,6 <sup>A</sup>	9	40,3	
Cercon xT	Glaze	19,7 ± 3,2 <sup>C,D</sup>	16	21,8
	Ajuste	43,7 ± 4,9 <sup>A</sup>	11	47,0

Fonte: O autor





Fonte: O autor

## 5.2.2 Rugosidade

Os espécimes foram analisados antes e após ensaio de desgaste para a observação do efeito do degaste e dos dois diferentes acabamentos superficiais adotados no estudo na superfície dos materiais. Para a análise, os dados de rugosidade Ra (rugosidade média) foram submetidos a uma análise descritiva, teste de normalidade onde (p>0,05) e análise de variância de três fatores de medidas repetidas (ANOVA) e posterior teste de Tukey.

O fator material não foi significativa para as médias de Ra (p=0,628). Já os outros dois fatores (condição da superfície, p=0,000 e para a condição antes e pós ensaio de desgaste, p=0,000) foram estatisticamente significativos. A interação tripla entre os fatores (material, condição superficial e condição antes e após ensaio de desgaste) também foi estatisticamente significativa (p=0,000).

Os valores médios aferidos para Ra para o fator material, não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre as médias obtidas para os quatro materiais utilizados no estudo (Tabela 5.9).

Tabela 5.9 - Valores médios de Ra e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do fator material. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	1,38 ± 0,86 <sup>A</sup>	68	1,2
Lava Plus	1,14 ± 0,64 <sup>A</sup>	70	1,0
Cercon hT	1,26 ± 0,64 <sup>A</sup>	64	1,0
Cercon xT	1,36 ± 0,35 <sup>A</sup>	44	1,3

Fonte: O autor

Com relação ao fator acabamento superficial (Tabela 5.10), o maior valor médio de Ra foi atribuído aos espécimes após simulação de ajuste oclusal e posterior polimento, e esta diferença foi estatisticamente significativa.

Tabela 5.10 - Valores médios de Ra e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do fator acabamento superficial. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Glaze	0,9 ± 0,8 <sup>B</sup>	58	1,6
Ajuste	1,7 ± 0,5 <sup>A</sup>	50	0,8

Fonte: O autor

Com relação ao fator pré ou pós desgaste, nota-se que média de rugosidade média (Ra) para a condição após ensaio de desgaste foi significativamente maior do que (1,72  $\pm$  0,77  $\mu$ m) em comparação com a média obtida na análise perfilométrica pré-ensaio de desgaste (0,82  $\pm$  0,50  $\mu$ m) apresentado na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 - Médias de Ra em μm e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em μm exceto para o coeficiente de variação em função do fator condição. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Condição Ra (µm)		Coeficiente de variação (%)	Mediana
Pré desgaste	0,82 ± 0,50 <sup>B</sup>	50	1,6
Pós desgaste	1,72 ± 0,77 <sup>A</sup>	58	0,8

Fonte: O autor

A Tabela 5.12 apresenta interação tripla entre os fatores material, acabamento superficial e condição antes e após ensaio de desgaste. A primeira informação relevante observada nessa Tabela é que o *kit* de polimento utilizado nesse estudo somente conseguiu devolver o mesmo nível de polimento obtido com o glaze para o material Cercon hT, visto que o valor de Ra para essa material na condição pré-desgaste glazeado ( $0,68 \pm 0,29 \mu$ m) foi semelhante àquele obtido para a condição pré-desgaste ajustado ( $0,88 \pm 0,65 \mu$ m). Já para as outras três cerâmicas estudadas, o kit de polimento utilizado não conseguiu restituir o mesmo nível de rugosidade dos materiais glazeados, dado que os valores de Ra obtidos nas condições pré-desgaste/ajustados para os materiais Prettau, Lava Plus e Cercon xT (respectivamente,  $1,31 \pm 0,34 \mu$ m,  $1,00 \pm 0,58 \mu$ m e  $1,26 \pm 0,23 \mu$ m) foram significativamente maiores do que os valores obtidos na condição pré-degaste/glazeado ( $0,38 \pm 0,32 \mu$ m,  $0,42 \pm 0,12 \mu$ m e  $0,63 \pm 0,20 \mu$ m).

O desgaste realizado neste estudo em um simulador de mastigação com antagonista de esteatita resultou em aumento significativo da rugosidade para todos os materiais estudados, independentemente da condição superficial, tenha sido ela glazeada ou após ajuste oclusal seguido de polimento.

Apesar da simulação da mastigação resultar em aumento significativo da rugosidade para todos os grupos experimentais, a Tabela 5.13 e Figura 5.6 mostra que, independentemente do material estudado, os grupos glazeados sempre partiram de valores de rugosidade menores se comparados aos valores pré-desgaste dos ajustados. Portanto, os valores de rugosidade final dos grupos glazeados foram significativamente inferiores quando comparados com os valores de Ra finais obtidos após o desgaste para os grupos que sofreram a simulação de ajuste oclusal. Mesmo para o material Cercon hT, o qual não teve a rugosidade alterada após ajuste oclusal na condição pré-desgaste, a realização de uma simulação de mastigação gerou para a este material um valor de Ra  $(2,33 \pm 0,54 \ \mu m)$  que foi mais que o dobro do valor de Ra obtido para a condição glazeada após desgaste  $(1,14 \pm 0,36 \ \mu m)$ .

Tabela 5.13 - Valores médios de Ra e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do fator interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Acabament o superficial	Condição	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
	Glaze	Pré desgaste	$0,38 \pm 0,32$ <sup>H</sup>	84	0,3
Drottou		Pós desgaste	1,27 ± 0,47 <sup>C,D,E</sup>	1	1,5
Prettau	Ajuste	Pré desgaste	1,31 ± 0,34 <sup>C,D</sup>	26	1,2
		Pós desgaste	2,55 ± 0,79 <sup>A</sup>	31	2,5
Lava Plus	Glaze	Pré desgaste	0,42 ± 0,12 <sup>H</sup>	30	0,4
		Pós desgaste	$1,06 \pm 0,28$ <sup>C,D,E,F</sup>	26	1,0
	Ajuste	Pré desgaste	$1,00 \pm 0,58$ <sup>D,E,F,G</sup>	58	0,9
		Pós desgaste	2,09 ± 0,82 <sup>B</sup>	39	2,3
Cercon hT	Glaze	Pré desgaste	$0,68 \pm 0,29$ <sup>F,G,H</sup>	43	0,61
		Pós desgaste	1,14 ± 0,36 <sup>C,D,E</sup>	32	1,08
	Ajuste	Pré desgaste	$0,88 \pm 0,65 ^{E,F,G}$	74	0,6
		Pós desgaste	2,33 ± 0,54 <sup>A,B</sup>	23	2,1
Cercon xT	Glaze	Pré desgaste	0,63 ± 0,20 <sup>G,H</sup>	31	0,6
		Pós desgaste	1,46 ± 0,51 <sup>C</sup>	35	1,4
	Ajuste	Pré desgaste	1,26 ± 0,23 <sup>C,D,E</sup>	19	1,2
		Pós desgaste	1,92 ± 0,42 <sup>B</sup>	22	1,9

Fonte: O autor





Com relação aos valores médios de rugosidade média (Ra) após ensaio de desgaste observados para os antagonistas de esteatita, nota-se que para o fator material (Tabela 5.14) os valores não foram estatisticamente significativos (p=0,628).

Tabela 5.14 - Valores médios de rugosidade média (Ra) dos antagonistas de esteatita (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do material. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	2,0 ± 1,3 <sup>A</sup>	62	1,5
Lava	1,7 ± 0,8 <sup>A</sup>	44	1.6
Cercon hT	1,8 ± 0,7 <sup>A</sup>	36	1.6
Cercon xT	1,7 ± 0,8 <sup>A</sup>	46	1,4

Fonte: O autor

Fonte: O autor
O fator tipo de ajuste superficial (Tabela 5.15) foi estatisticamente significativo (p=0,002) e a média para a condição ajuste foi maior (2,1 ± 0,9  $\mu$ m) e estatisticamente diferente que a da condição glaze (1,5 ± 0,8  $\mu$ m).

Tabela 5.15 - Valores médios de Ra dos antagonistas de esteatita e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do fator acabamento superficial. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Glaze	2,1 ± 0,9 <sup>A</sup>	44	1,9
Ajuste	1,5 ± 0,8 <sup>B</sup>	49	1,4

Fonte: O autor

A interação do material *versus* tipo de acabamento superficial (Tabela 5.16 e Figura 5.8) foi estatisticamente significativa (p<0,05). Nota-se que, para os materiais Lava Plus, Cercon hT e Cercon xT a condição da superfície não afetou o valor de rugosidade de forma significativa. Entretanto, para o material Prettau, o antagonista de esteatita apresentou rugosidade significativamente superior (2,6 ± 1,4 µm) na condição ajuste em comparação com a rugosidade obtida na condição glaze (1,5 ± 0,8 µm).

Tabela 5.16 - Valores médios de rugosidade média (Ra) dos antagonistas de esteatita e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função da interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material testado	Condição de superfície	Ra (µm)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	Glaze	1,5 ± 0,8 <sup>B</sup>	55	1,2
TTellau	Ajuste	2,6 ± 1,4 <sup>A</sup>	54	1,9
Lava Plus	Glaze	1,3 ± 0,6 <sup>B</sup>	46	1,0
	Ajuste	$2,2 \pm 0,6^{A,B}$	28	2,1
Cercon hT	Glaze	$1,8 \pm 0,6^{A,B}$	34	1,6
Cerconni	Ajuste	$1,9 \pm 0,7^{A,B}$	38	1,7
Cercon xT	Glaze	1,8 ± 1,0 <sup>A,B</sup>	55	1,4
	Ajuste	1,8 ± 0,7 <sup>A,B</sup>	39	1,6





Fonte: O autor

### 5.3 PERDA DE VOLUME

Para a análise dos valores médios de perda de volume em mm<sup>3</sup> os dados de foram submetidos a uma análise descritiva, teste de normalidade onde (p>0,05) sido utilizada a análise de variância de três fatores (ANOVA) e teste de Tukey. Os dois fatores analisados não foram estatisticamente significativos para as condições analisadas (acabamento superficial, p=0,275, e material, p=0,278). Já à interação entre esses dois fatores foi estatisticamente significativa (p=0,006).

As médias obtidas para o fator material não foi estatisticamente significativa, e não se observou efeito dos materiais nos valores de perda de volume (Tabela 5.17).

Tabela 5.17 - Valores médios de perda de volume (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função da interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Perda de volume (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	$1,0 \pm 0,4^{A}$	43	1,0
Lava	1,6 ± 1,3 <sup>A</sup>	79	1,0
Cercon hT	1,1 ± 1.0 <sup>A</sup>	65	1,0
Cercon xT	1,0 ± 0,6 <sup>A</sup>	41	1,2

Os valores das médias analisados para o tipo de acabamento superficial também não apresentaram diferença estatística como observado na Tabela 5.18.

Tabela 5.18- Valores de média de perda de volume (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos, valores em µm exceto para o coeficiente de variação em função do fator estado de superfície. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Perda de volume (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Ajuste	1,3 ± 0,9 <sup>A</sup>	74	1,03
Glaze	1,4 ± 0,9 <sup>A</sup>	62	1,04

Fonte: O autor

A interação entre os fatores material e acabamento superficial está apresentada na Tabela 5.19 e na Figura 5.9. Nota-se que o efeito do estado de superfície na perda de volume foi diferente para dos diferentes materiais. Para Prettau, Cercon hT e Cercon xT, o estado de superfície (glaze ou ajustado) não afetou significativamente os valores de perda de volume. Apenas para o material Lava Plus, houve uma perda de volume significativamente maior (aumento de mais de três vezes) para os espécimes que sofreram simulação de ajuste oclusal seguido de polimento (2,5 ± 1,2 mm<sup>3</sup>) em comparação com os espécimes glazeados (0,7 ± 0,4 mm<sup>3</sup>)

Condição de Perda de volume Coeficiente de Material Mediana superfície  $(mm^3)$ variação (%)  $1,0 \pm 0,1^{A,B}$ Ajuste 68 1,0 Prettau  $0.9 \pm 0.6^{A,B}$ Glaze 1,1 6  $2,5 \pm 1,2^{A}$ 50 8,0 Ajuste Lava Plus  $0,7 \pm 0,4^{B}$ Glaze 49 2,6  $1,0 \pm 0,1^{A,B}$ Ajuste 59 1,9 Cercon hT 2,1 ± 1,3 <sup>A,B</sup> Glaze 12 1,0  $0.9 \pm 0.6^{A,B}$ 67 Ajuste 1,4 Cercon xT  $1,3 \pm 0,1^{A,B}$ Glaze 8 1,0

Tabela 5.19 - Valores de média de perda de volume (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão em função da interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)





Fonte: O autor

Com relação aos valores médios de perda de volume dos antagonistas de esteatita, tanto os fatores estudados quanto a sua interação não foram estatisticamente significativas como mostrado nas Tabelas 5.20, 5.21, 5.22 e Figura 5.10.

Tabela 5.20 - Valores médios de perda de volume dos antagonistas de esteatita (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos em função da interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Perda de volume (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	0,21 ± 0,10 <sup>A</sup>	49	0,24
Lava	0,28 ± 0,12 <sup>A</sup>	42	0,34
Cercon hT	0,22 ± 0,09 <sup>A</sup>	40	0,20
Cercon xT	0,21 ± 0,10 <sup>A</sup>	49	0,21

Fonte: O autor

Tabela 5.21- Valores de média de perda de volume dos antagonistas de esteatita (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos em função do fator estado de superfície. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Acabamento superficial	Perda de volume (mm³)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Ajuste	0,25 ± 0,09 <sup>A</sup>	54	0,19
Glaze	0,21 ± 0,12 <sup>A</sup>	37	0,25

Tabela 5.22 - Valores de média de perda de volume dos espécimes antagonistas de esteatita (mm<sup>3</sup>) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos em função da interação. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Condição de superfície	Perda de volume (mm³)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Brottou	Glaze	0,23 ± 0,10 <sup>A</sup>	44	0,3
Flettau	Ajuste	0,20 ± 0,12 <sup>A</sup>	60	0,2
Lava Plus	Glaze	0,33 ± 0,08 <sup>A</sup>	25	0,4
	Ajuste	0,24 ± 0,15 <sup>A</sup>	62	0,3
Corcon hT	Glaze	0,18 ± 0,07 <sup>A</sup>	42	0,2
Cerconini	Ajuste	0,25 ± 0,09 <sup>A</sup>	35	0,3
Coroon vT	Glaze	0,25 ± 0,04 <sup>A</sup>	18	0,3
CEICOITXT	Ajuste	0,17 ± 0,13 <sup>A</sup>	77	0,1

Fonte: O autor

Figura 5.10 - Valores médios de perda de volume em mm<sup>3</sup> na interação (material x condição superficial). Os valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes



Fonte: O autor

# 5.4 CARACTERIZAÇÃO ÓPTICA

Para os materiais utilizados neste estudo, analisaram-se as propriedades ópticas a partir do parâmetro de translucidez (PT). Os valores foram submetidos a

análise descritiva, teste de normalidade onde (p>0,05) e análise de variância de dois fatores (ANOVA) e posterior teste de *Tukey*.

### 5.4.1 Parâmetro de translucidez (PT)

O parâmetro de translucidez foi medido a partir dos valores médios de  $\Delta E_{00}$ , de acordo com a análise estatística realizada, o fator material foi estatisticamente significativo (p=0,000), enquanto que o fator estado de superfície não apresentou significância estatística (p=0,723). Já interação entre esses dois fatores foi estatisticamente significativa (p=0,042).

Observando-se os valores obtidos para o fator material (Tabela 5.23), nota-se que os materiais Cercon hT ( $6,3 \pm 0,7$ ) e Cercon xT ( $6,8 \pm 1,2$ ), obtiveram valores semelhantes e estaticamente maiores do que os valores obtidos para Prettau ( $4,0 \pm 0,8$ ) e Lava Plus ( $4,3 \pm 1,3$ ), os quais também foram estatisticamente semelhantes.

Tabela 5.23 - Valores do parâmetro de translucidez (PT) e respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos em função do fator material. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05)

Material	Parâmetro de translucidez (PT)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Prettau	4,0 ± 0,8 <sup>B</sup>	19	4,0
Lava Plus	4,3 ± 1,3 <sup>B</sup>	28	3,9
Cercon hT	6,3 ± 0,7 <sup>A</sup>	11	6,4
Cercon xT	6,8 ± 1,2 <sup>A</sup>	18	6,8

Fonte: O autor

Com relação ao fator condição de superfície, a condição pós simulação de ajuste oclusal  $(5,4 \pm 1,5)$  resultou em média semelhante à condição glaze  $(5,3 \pm 1,6)$  observado na Tabela 5.24; portanto, não foi observado efeito do acabamento superficial no parâmetro de translucidez (PT).

Tabela 5.24 - Valores médios do parâmetro de translucidez (PT) e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos em função do estado de superfície. Valores com mesma letra indicam semelhança estatística (p>0,05

Acabamento superficial	Parâmetro de translucidez (PT)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Glaze	5,3 ± 1,6 <sup>A</sup>	30	6,7
Ajuste	5,4 ± 1,5 <sup>A</sup>	29	6,5

Fonte: O autor

Ao se observar a interação material versus condição de superfície (Tabela 5.25 e Figura 5.11), nota-se que, como dito acima, nenhum dos materiais teve seu parâmetro de translucidez afetado pela condição superficial. Entretanto, a classificação dos materiais conforme o parâmetro de translucidez foi diferente nas condições glaze e ajuste. Na condição glaze, os materiais Lava Plus e Prettau obtiveram valores de PT semelhantes e inferiores aos valores obtidos para Cercon xT e hT, os quais tiveram valores de PT também semelhantes. Após a realização do ajuste oclusal, os materiais Cercon xT e hT continuaram apresentando valores de PT semelhantes e superiores ao valor obtido para a Prettau. Entretanto, esses valores da Cercon xT e hT se igualaram estatisticamente ao valor de PT do material Lava Plus após a realização do ajuste oclusal.

Tabela 5.25 - Valores médios do parâmetro de translucidez (PT) para a interação material x estado de superfície e seus respectivos desvios-padrão e os parâmetros estatísticos. Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p<0,05)

Material	Condição de superfície	Parâmetro de translucidez (PT)	Coeficiente de variação (%)	Mediana
Drottou	Glaze	4,2 ± 0,8 <sup>C</sup>	19	4,3
Fleilau	Ajuste	3,9 ± 0,8 <sup>C</sup>	20	3,8
	Glaze	3,8 ± 0,6 <sup>C</sup>	16	3,7
Lava Plus	Ajuste	5,0 ± 1,4 <sup>B,C</sup>	28	5,6
Coroon hT	Glaze	6,4 ± 0,7 <sup>A,B</sup>	15	6,5
Cercon m	Ajuste	6,3 ± 0,8 <sup>A,B</sup>	22	6,5
Cercon xT	Glaze	6,9 ± 1,0 <sup>A</sup>	11	6,9
	Ajuste	6,6 ± 1,5 <sup>A</sup>	13	6,2





5.5 ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Observando as superfícies dos espécimes glazeados em aumento de 1000x (Figura 5.12) realizado por FEG é possível observar a homogeneidade da superfície, e também a imagem sugestiva da presença de alguns poros na superfície.

Na análise da composição química por EDS (Figura 5.13) para os espécimes glazeados foram identificados os elementos sílicio (Si), sódio (Na), cério (Ce) e o Y (ítrio), justificados pela composição das zircônias e pela composição do material utilizado para o glazeamento dos espécimes.

Figura 5.12 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes glazeados dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (c) Lava Plus



vac mode HV det WD spot mag ☐ HPW High vacuurg 15.00 kV BSED 13.8 mm 5.0 1.000 x 276 um

High vacuum 15.00 kV BSED 13.7 mm 5.0 1 000 x 276 µm

50 µm



Fonte: O autor

Ao observarmos as imagens que representam os materiais que receberam a camada de glaze e posterior ajuste, foi possível observar que (Figura 5.14) para todos os materiais uma descontinuidade da camada de glaze sobre a superfície ocasionada pelo acabamento superficial adotado. Além disso, notam-se riscos em todas as superfícies mesmo após o processo de polimento com o kit utilizado.

Figura 5.14 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes após ajuste dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (d) Lava Plus



A Figura 5.15 apresenta as análises de EDS dos materiais (b) Cercon xT e (c) Cercon hT, indicando a presença de elementos como o Er (érbio) e o Co (cobalto) nesses materiais. Esses elementos são representados por imagens de menor contraste na superfície (Figura 5.14). Esses mesmos elementos não foram observados para os materiais (a) Prettau e (d) Lava Plus, os elementos Er e Co são utilizados para coloração dos materiais Cercon xT e Cercon hT sendo adicionados durante a sua fabricação. Os outros elementos encontrados na análise de EDS são descritos pelos fabricantes como constituintes da composição desses materiais.



Figura 5.15 -. Análise da composição química dos elementos químicos presentes nos materiais após ajuste superficial (a) Prettau ,(b) Cercon xT,(c) Cercon hT e (d) Lava Plus.

Fonte: O autor

Nas imagens obtidas para os elementos glazeados após ensaio de desgaste (Figura 5.16) é possível detalhar que existem ranhuras superficiais. Nota-se que, conforme o deslizamento do antagonista na superfície ocorreu, houve a retirada da camada de glaze. É possível observar também a direção do deslizamento do antagonista e evidenciou-se a retirada da camada de vidro na área do deslizamento. Nas bordas da região desgastada, é possível visualizar uma área do glaze intacto.

Em maior aumento, foi possível observar para os mesmos materiais glazeados, a formação de crateras com possíveis resíduos provenientes do desgaste na região de deslize do antagonista (Figura 5.17). Figura 5.16 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes glazeados após ensaio de desgaste dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (c) Lava Plus



Fonte: O autor

Figura 5.17 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes glazeados após ensaio de desgaste dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (c) Lava Plus.



Fonte: O autor

No grupo dos espécimes ajustados após ensaio de desgaste na Figura 5.18 notam-se os riscos criados pelo movimento de deslize do antagonista na superfície do material. Em maior aumento, destaca-se que, para os espécimes ajustados, também foram encontrados espaços de desgaste com remoção de material resultante do movimento do antagonista na superfície (Figura 5.19).

Figura 5.18 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes ajustados após ensaio de desgaste dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (c) Lava Plus



Fonte: O autor

Figura 5.19 – Imagens de micrografia da superfície dos espécimes ajustados após ensaio de desgaste dos quatro materiais testados. Onde (a) Prettau, (b) Cercon xT; (c) Cercon hT e (c) Lava Plus



Fonte: O autor

Os antagonistas também tiveram a sua superfície analisada através da microscopia eletrônica de varredura (Figura 5.20) e as observações foram que: (a) antes do desgaste, o material não possui uma superfície homogênea, pois podemos visualizar a imagem sugestiva de poros e/ou detritos na superfície; na imagem (b) uma visão superior da região de contato do antagonista com o material testado, onde o topo foi desgastado e planificado durante o ensaio e há riscos na superfície; na imagem (c) nota-se detalhe da superfície do material antagonista desgastado, em (d) presença de poros e possíveis detritos resultantes do ensaio de desgaste em (e) e (f) detalhe dos riscos formados após ensaio de desgaste.

Figura 5.20 – Imagens de micrografia da superfície dos antagonistas de esteatita (a) superfície antes do desgaste; (b) a superfície do antagonista após ensaio de desgaste; (c) borda do espécime; (d) superfície do antagonista após desgaste, (e) detalhe dos riscos na superfície e (f) matriz do material



### 6. DISCUSSÃO

Este estudo investigou o efeito das diferentes microestruturas dos materiais testados e o estado de superfície (glazeada e polida após ajuste simulação de ajuste oclusal) em quatro zircônias translúcidas para uso monolítico de diferentes composições na resistência à flexão biaxial. Baseados nos resultados obtidos para os valores médios de resistência, na interação foi evidenciado o efeito da microestrutura e o estado de superfície na resistência mecânica.

Para o material Lava Plus foi evidenciado uma redução significativa após ajuste e posterior polimento, o que para os outros materiais o efeito foi oposto. Para o efeito do ajuste e posterior polimento foi possível concluir que onde o uso de pontas diamantadas introduziram defeitos superficiais importantes de efeito deletério.(70) Parâmetros utilizados nos procedimentos de ajuste e posterior polimento como a velocidade, tempo de utilização e a presença ou ausência de resfriamento durante o procedimento podem propiciar o surgimento de possíveis fissuras e microfraturas fatores que comprometem o desempenho mecânico da cerâmica, os efeitos podem ser prejudiciais caso a profundidade do defeito ultrapasse a camada de compressão do material. (19, 20)

O material Cercon hT apresentou aumento significativo de cerca de 60% na resistência após simulação de ajuste e posterior polimento. Para os materiais Cercon xT e Prettau. Anterior não foi observado o efeito do estado da superfície na resistência. O efeito dos acabamentos superficiais na resistência do material Cercon hT pode ser relacionado ao fato que a adoção dos ajustes clínicos com uso de pontas diamantadas e posterior polimento com borrachas diamantadas fornece energia para os cristais de zircônia, pela geração de calor e força de atrito o que resulta na transformação de fase, o que denota então uma maior resistência ao material, através da geração da tensão de compressão, proporcionando um efeito positivo, impedindo a propagação de defeitos, atribuindo uma proteção ao material. (71) Para o material Lava Plus a simulação de ajuste e posterior polimento foi observado efeito deletério, visto que a resistência do material apenas glazeado, possivelmente foi gerado defeitos superficiais como riscos e microfraturas que comprometeram a resistência do material (17)

Os dados de resistência obtidos pelos demais materiais na condição após simulação de ajuste clínico oclusal, aponta que o uso dos materiais de ajuste e polimento não causaram danos na superfície das cerâmicas, visto que o uso dos instrumentos de ajuste/polimento não causaram alterações significativas nos valores de média obtidos. (39)

Khayat et al 2018, verificou para um tipo de zircônia parcialmente estabilizada e diferentes tipos de acabamento superficial (glaze e uso de pontas diamantadas e posterior polimento), o achado foi que os valores de rugosidade após ajuste e polimento foi similar aos valores apresentado pelos espécimes apenas glazeados, os autores apontaram que possivelmente os defeitos gerados pelo ajuste afetaram somente a camada superficial, pois não foi observado efeito nas médias de resistência à flexão, não foram afetados após ajuste e posterior polimento. (20), apesar da limitação do estudo onde um único tipo de zircônia foi testada os achados relacionados à resistência a flexão apontam semelhança aos efeitos observados neste estudo.

Constatou-se que para os valores de dureza dos materiais não foram encontradas diferenças significativas entre os valores médios, para os materiais com superfície polida em politriz semiautomática com uso de lixas diamantadas. Os valores médios de dureza dos materiais podem relacionar-se ao comportamento do material frente ao desgaste e o quanto este pode ser abrasivo frente a dentição natural (71). A dureza é uma propriedade física associada a rigidez e a resistência mecânica associada a capacidade de transformação de fase, características intimamente relacionadas ao sucesso clínico e as taxas de sobrevivência das restaurações a longo prazo (72).

Este estudo encontrou resultados de dureza semelhantes numericamente aos achados encontrados por Zhang et al 2019, os valores de tenacidade à fratura para as diferentes cerâmicas testadas, para os materiais que possuem equivalente composição foram registrados em MPa.m<sup>1/2</sup> para 5Y-PSZ (4,1 ± 0,2) que e para as 3Y-TZPs (5,1± 0,3), o autor verificou que o aumento no teor de ítria resultou na diminuição dos valores médios de resistência à flexão e tenacidade à fratura, e ressaltou que não capacidade de transformação da fase cúbica pode ter sido a responsável dos valores de dureza encontrados (74).

Os resultados desse estudo confirmam os achados encontrados por Sen e Isler (2019), onde os autores registraram os valores de dureza Vickers de três diferentes zircônias monolíticas e também não encontraram diferenças significativas para os valores médios de dureza, os autores salientaram que os resultados encontrados

100

podem ser atribuídos ao tipo de material utilizado para a realização do acabamento superficial, ao tamanho dos grãos e a quantidade de fases apresentada pelos materiais. Valores médios de dureza para os materiais que possuem composição análoga foram semelhante numericamente aos valores encontrados para os materiais testados neste estudo, para as 3Y-TZP ( $12,46 \pm 114$ ) e para 5Y-PSZ ( $13,12 \pm 92$ ). (73)

Verificou-se que os valores médios de tenacidade à fratura, o maior valor médio foi atribuído ao material Lava Plus e o menor ao Cercon xT. O menor valor atribuído ao Cercon xT pode relacionar ao fato do material possuir uma maior quantidade de fase cúbica é considerada uma zircônia totalmente estabilizada que possui uma maior quantidade de ítria acima de 8% em mol, possuindo uma maior quantidade de fase cúbica e também a quantidade de corante presente na sua microestrutura, fatores que podem contribuir para a diminuição do desempenho mecânico do material dada pela não capacidade de transformação da fase cúbica (49). Os resultados encontrados para o material Prettau Anterior é possível relacionar com a prováveis defeitos gerados durante a preparação dos espécimes, anterior ao teste os materiais foram cortados e polidos em politriz semiautomática com uso de lixas diamantadas, o que ocasionalmente essa ação pode ter gerado um defeito importante na estrutura da cerâmica e a sugestão da presença de falhas geradas durante o processamento, são fatores que se relacionam com a tenacidade que é a resistência do material ao crescimento de trincas, visto que a tenacidade é uma propriedade intrínseca apresentada pelos materiais, falhas de processamento também são associadas aos valores de tenacidade à fratura (44)

Foram investigados o efeito da microestrutura e do estado de superfície que é o tipo de acabamento superficial adotado (glaze e após simulação de ajuste e acabamento oclusal clínico) nos valores de molhamento de superfície. Os valores de molhamento de superfície dos quatro diferentes materiais, medidos através do ângulo de contato, os valores dos ângulos de contato para os espécimes ajuste e posterior polimento foram maiores se comparados aos valores da condição glazeada.

Al-Haj et al (2018) analisaram o efeito de diferentes acabamentos superficiais em uma zircônia monolítica, os maiores valores médios dos ângulos de contato encontrados foram atribuídos aos espécimes polidos com borrachas diamantadas utilizadas para polimento de peças cerâmicas, os resultados foram similares aos resultados encontrados neste estudo onde os maiores valores médios para ângulo de contato foram atribuídos aos espécimes após ajuste com uso de ponta diamantada e posterior polimento com borrachas diamantadas. (72) A zircônia possui um conteúdo cristalino e os procedimentos de ajuste/polimento são dependentes de fatores tais como o tamanho dos grãos, velocidade e magnitude da aplicação da carga e a condutividade térmica, materiais de maior tamanho de grão apresentam dificuldade superior durante a adoção dos procedimentos de ajuste e polimento, fato exemplificado pela possibilidade dos grãos se soltarem durante a execução do processo de ajuste posterior polimento.

Zucuni et al 2019 avaliaram diferentes sistemas de polimento e o efeito dos mesmos na superfície de zircônias parcialmente estabilizadas para os valores de rugosidade média. Para os espécimes glazeados os valores encontrados foram inferiores aos obtidos para os espécimes após ajuste com brocas diamantadas e posterior polimento, evidenciando que para nenhum dos sistemas testados de ajuste/polimento foi observada a capacidade de devolver a lisura superficial apresentada pelo grupo apenas glazeado. (73) A zircônia é um material que apresenta dificuldade no polimento, pois a sua composição é altamente cristalina e densa com elevada dureza, portanto se faz necessário o uso de pontas e borrachas diamantadas nos sistemas de polimento. (74, 75) Os nossos resultados confirmam essa suposição, três dos materiais testados o nível de rugosidade não foi restabelecido após o uso do kit de polimento.

Para todos os materiais testados após ensaio de desgaste os valores médios de rugosidade tiveram um aumento significativo. A observação dos valores de rugosidade é importante no comportamento dos materiais cerâmicos durante o ensaio de desgaste, superfícies que apresentam menores níveis de rugosidade tendem a permanecer mais lisas durante o ensaio, devido à ocorrência da redução do atrito sobre a superfície do antagonista; para as superfícies de maiores níveis de rugosidade fica evidenciado o desgaste abrasivo, onde se observa a remoção dos grãos e a presença de riscos e fissuras na área de deslizamento (área de desgaste). Aponta-se que para os valores de rugosidade média encontrados, os espécimes após ajuste e anterior ao ensaio de desgaste apresentaram maiores valores de rugosidade se comparados aos valores apresentados dos espécimes apenas glazeados.(77)

Afrisany et al (2019) também avaliaram em seu estudo o efeito de diferentes ajustes oclusais em espécimes de zircônias, nos valores de rugosidade média após ensaio de simulação de desgaste de meio milhão de ciclos com antagonista de esteatita, um dos materiais selecionados é o mesmo material utilizado neste presente estudo o Lava Plus, os diferentes ajustes selecionados foram: ajustados (pontas diamantadas); polidos; glazeados; e polidos e glazeados após ajuste, o autor destaca que na condição após ajuste e simulação de desgaste as médias de rugosidade média (Ra) foram maiores significativamente aos valores aferidos anteriormente ao teste. Verificou-se também através da microscopia que a camada de glaze foi removida durante o ensaio de simulação de desgaste (68), o que confirma os achados encontrados no presente estudo, que mostrou que as maiores médias de Ra foram apresentadas pelos materiais após ensaio de desgaste que apresentaram um aumento significativo dos valores de rugosidade, onde os espécimes ajustados apresentaram valores médios de rugosidade superior aos glazeados e que a após desgaste continuaram apresentando valores médios de rugosidade superior, os espécimes tornaram-se mais rugosos após desagaste.

Os resultados encontrados diferem os achados de Preis et al 2015 que demostrou os efeitos das propriedades das superfícies (rugosidade, composição e transformação superficial) após simulação de ajuste clínicos e posterior simulação de desgaste de três diferentes zircônias monolíticas. Os achados foram que após ajuste clínico a rugosidade superficial foi aumentada e que o polimento reduziu a rugosidade superficial, e o desgaste não induziu a uma transformação de fase superficial e influenciou pouco a rugosidade apresentada pelo material após o teste, que pode ter sido comprometida pela transferência de material do antagonista (esferas de esteatita) que se alojaram nas possíveis ranhuras apresentadas pelo material durante o ensaio de desgaste (76), um fato importante a ser ressaltado é a diferença dos materiais testados, os tipos e o comportamento dos materiais de ajuste/polimento, utilizados e a padronização do ensaio. A transferência do material antagonista pode indicar o aumento da rugosidade do antagonista após ensaio de desgaste.

Os ensaios de simulação de desgaste *in vitro* dos materiais cerâmicos são realizados para previsibilidade da longevidade de uma restauração no ambiente oral, uma aproximação clínica, pois em ambiente oral as restaurações são expostas a mudanças de temperatura, umidade e forças mastigatórias, nas máquinas simulatórias de mastigação tenta-se uma aproximação clínica. No ambiente oral as forças mastigatórias, propiciam rugosidade na superfície, devido ao aumento da tensão interna do material durante a mastigação que resulta no surgimento de microfissuras e a diminuição da resistência. (77)

Clinicamente o comportamento das restaurações *in situ* evidencia que para as superfícies mais rugosas durante a mastigação tornam-se mais rugosas e para as superfícies glazeadas a camada de vidro é removida, observa-se então que a homogeneidade da superfície é essencial para a prevenção do desgaste da

restauração e do seu antagonista, o que direciona o profissional clínico atentar-se para a correta escolha do ajuste superficial. Os achados do estudo dos valores de rugosidade média para os antagonistas de esteatita, os valores dos antagonistas dos espécimes ajustados/polidos foram superiores significativamente aos valores do grupo glazeado. E para do material Prettau os valores de Ra dos antagonistas na condição ajuste foi significativamente maior.

O ajuste oclusal propicia uma superfície áspera e posteriormente se faz necessário a realização do polimento/alisamento da superfície, a aplicação da camada de glaze e o polimento são alternativas para a remoção e/ou atenuação da rugosidade resultante do processo de ajuste (71). O glazeamento gera um superfície mais lisa e na observação das imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura apenas os espécimes glazeados, apresentaram regularidade e homogeneidade da superfície, o contrário das superfícies após ajuste e polimento, o ajuste clínico oclusal resultou na remoção da camada de glaze, foi possível observar superfícies irregulares, presença de arranhões.

Na observação dos valores do parâmetro de translucidez (PT) obtido através do cálculo de  $\Delta E_{00}$ , não foram observados efeitos significativos da condição superficial. Os maiores valores médios dos parâmetros de translucidez foram encontrados para os materiais Cercon xT e Cercon hT, os dois materiais apresentam possuem maior tamanho de grão, uma maior quantidade de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ítria) e quantidade de fase cúbica que por sua vez atribui uma transmissão mais uniforme da luz dada pela não birrefringência apresentada pela fase cúbica, denotando uma maior translucidez ao material. (78) Materiais que possuem maior tamanho de grão apresentam menor aglomeração de grãos e dispersão de luz incidente, o que atribui maior translucidez. (79)

Os tratamentos superficiais adotados no estudo não tiveram influência nos valores dos parâmetros de translucidez o que indica que a utilização do glaze e as pontas diamantadas e posterior polimento com borrachas diamantadas não alterou a dispersão da luz.

Reyes et al 2020 realizou a verificação dos valores de translucidez e da resistência a flexão de quatro diferentes tipos de zircônia e duas cerâmicas de dissillicato de lítio, os resultados mostraram que os maiores valores médios foram atribuídos aos tipos cerâmicos de maior quantidade em mol de ítria e maior quantidade de fase cúbica, porém os valores não foram superiores aos apresentados pelos materiais de dissilicato de lítio, os autores apontaram que a maior quantidade de fase cúbica resulta no menor espalhamento de luz o que denota maior translucidez, o que inversamente ocorre para os materiais de menor quantidade de ítria e presença e de fase cúbica. Para os valores de resistência mecânica os resultados foram inversamente proporcionais, para os materiais de maior translucidez foram encontrados os menores valores de médio de resistência à flexão biaxial onde a média variou de 470 a 507,6 MPa.(80) As informações dos valores de translucidez corrobam com os dados obtidos neste estudo onde a maior translucidez foi atribuída aos materiais de maior quantidade de ítria e fase cúbica, para os valores de resistência os resultados foram distintos, pois ao analisarmos os materiais de menor translucidez eles não apresentaram valores de resistência mecânica superiores, em comparação aos materiais mais translúcidos, esse achado pode ser entendido que o efeito dos tratamentos superficiais nos valores de resistência mecânica biaxial.

O fato do material Lava Plus ter apresentado valor estatisticamente semelhante ao material Cercon xT, demonstra que para o material o sistema de polimento conseguiu devolver a lisura superficial, entende-se que os defeitos superficiais foram removidos após a modificação da textura promovida pelo procedimento de ajuste com uso de pontas diamantadas, visto que os valores para o mesmo material na condição glaze apresentou-se numericamente inferior e estatisticamente diferente, entende-se que quando uma superfície apresenta irregularidades a incidência da luz é então alterada comprometendo a translucidez. (81) A translucidez é um dos principais parâmetros para avaliar se o material possui a capacidade de atender à exigência estética das restaurações para a mimetização da estrutura dental, é considerado fundamental para a predileção na escolha do material.

Os valores de perda de volume mostraram-se que na interação dos fatores materiais e acabamento superficial o efeito e a diferença significativa foi observada apenas para o material Lava Plus onde a maior média observada foi atribuída a condição ajuste e a menor para a condição glaze, para os demais fatores material e acabamento não foram observadas diferenças significativas e efeito nos valores de perda de volume dos quatro diferentes cerâmicas monolíticas translúcidas testadas.

O valor da perda de volume é uma quantificação da área onde ocorreu o deslizamento do antagonista na superfície da peça na simulação da mastigação em simuladora mecânica (81). A metodologia de desgaste por deslizamento é realizada em ensaios laboratoriais para a avaliação das resistências ao desgaste dos materiais restauradores, encontra-se uma limitação dos movimentos realizados durante o ensaio, mas que é de fato reprodutível. A escolha dos antagonistas de esteatita é uma

alternativa ao esmalte dental. (83) Superfícies rugosas apresentam maiores tensões residuais e os grãos tendem a se desprender o que explica a maior suscetibilidade das superfícies rugosas ao desgaste, fator que é mais crítico para as cerâmicas que possuem grão de maior tamanho.

Os valores médios da perda de volume para os antagonistas de esteatita não foram encontradas diferenças entres os valores para os materiais testados e para os diferentes acabamentos superficiais. Para os materiais cerâmicos é desejável que tenham resistência ao desgaste e também não cause excesso de desgaste ao seu antagonista, devido ao alto valor de dureza de cerca de 10 GPa, os resultados obtidos para os valores de perda de volume dos antagonistas aponta que o desgaste dos materiais cerâmicos pode ser relacionado com a microestrutura que o antagonista apresenta. É relevante mencionar que pode acontecer uma imprecisão durante o e escaneamento da superfície após ensaio de simulação de desgaste, valores baixos de perda de volume podem não ser detectáveis em perfilometria óptica onde há sobreposição de imagens, uma alternativa é o uso de um escâner de alta precisão.(82) Esperava-se que os valores de rugosidade média e os valores perda de volume tivessem uma correspondência e isso não foi observado após a verificação dos valores obtidos.

As imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura da superfície onde o glaze foi aplicado revelaram uma superfície plana e regular e totalmente coberta pelo glaze. O mesmo não foi revelado nas superfícies após procedimento de ajuste de superfície, visto que as imagens revelaram que a camada de glaze aplicada anteriormente foi removida e a superfície apresentou riscos ocasionados pelo uso das pontas diamantadas. Na análise de EDS para os espécimes glazeados foi identificado uma maior quantidade do elemento de Si (silício) que é um dos elementos de conteúdo vítreo presente no glaze aplicado sobre a superfície.

Nas imagens, também foi possível identificar aglomerados de elementos que diferem na composição dos materiais, o que ocorreu com os materiais Cercon hT e Cercon xT e que não estão presentes nos outros dois (Lava Plus e Prettau), confirmado por análise por EDS, são os elementos Co (cobalto) e Er (érbio). A presença dos elementos em questão se deve ao fato que os materiais Cercon xT e Cercon hT possuem coloração, o que justifica a presença desses elementos. Os pigmentos são adicionados durante a fabricação dos blocos e interferem na coloração final, podem ser elementos de transição como é o caso do Co (cobalto) e terras raras como o Er (érbio), são adicionados em pequenas quantidades de forma isolada ou

associada, é importante lembrar que esses elementos podem interferir nas características ópticas e no comportamento mecânicos dos materiais, pois são aditivos e durante o processo de sinterização pode reagir de diversas formas e até mesmo interferir na estabilização de fase.(83)

Registrou-se para os espécimes glazeados após simulação de desgaste, a não homogeneidade da superfície. Foram identificados riscos atribuídos ao movimento de arraste do antagonista na superfície do material testado, e a ausência da camada de glaze na região de deslizamento. O contato durante o ensaio de desgaste pode acarretar aparecimento de trincas e fissuras na superfície. (82)

Para às quatro diferentes zircônias após a avaliação da perda de volume em perfilometria óptica, os antagonistas de esteatita não apresentaram diferenças para os fatores analisados, aponta-se um desgaste semelhante após meio de milhão de ciclos no ensaio de simulação de desgaste. A microscopia dos espécimes antagonistas mostrou-se plana na região que ficou em contato com espécime de zircônia, evidenciando o desgaste do topo do material de esteatita. É possível realizar a comparação ao observarmos a imagem do antagonista anterior ao ensaio de desgaste, foi também verificado nas imagens a presença de riscos, lascamentos e poros.

Importante destacar que os ajustes e o polimentos das peças foram realizados manualmente, diversos são os fatores que podem interferir no polimento intraoral a velocidade dos motores de rotação, a força utilizada durante a execução do procedimento, a geometria da restauração, a região da restauração (que pode dificultar o acesso do profissional) e a experiência do profissional clínico. Durante o ajuste oclusal, as peças são arranhadas como foi observado neste estudo através dos valores de rugosidade média e posteriormente confirmada através das imagens de microscopia eletrônica, e os achados após ensaio de dureza indicam que as cerâmicas tornam-se mais rugosas em função.

Com os valores obtidos da perda de volume dos antagonistas de esteatita, destaca-se que a dureza dos materiais cerâmicos testados aparentemente não foram deletérios para o desgaste dos espécimes de esteatita. Considerando as limitações de um estudo *in vitro*, como o uso de espécimes não anatômicos, novas investigações são necessárias para observar o efeito das diferentes zircônias translúcidas e dos dois diferentes kits de acabamento/polimento superficial em restaurações. Este trabalho revelou também que o ajuste seguido de polimento com uso de borrachas irá produzir uma superfície mais rugosa se comparada a superfície apenas glazeada, essa

informação é importante para o profissional clínico quando na utilização dos mesmos materiais restauradores e dos sistemas de ajuste e polimento na prática clínica.

## 7 CONCLUSÕES

Com base nas metodologias utilizadas neste estudo e considerando os resultados obtidos, foi possível concluir que:

- 1. Com relação à resistência à flexão, o efeito do estado de superfície foi distinto para cada material estudado. O ajuste oclusal simulado seguido de polimento teve um efeito diametralmente oposto na resistência dos materiais Lava Plus e Cercon hT. Enquanto para o primeiro o ajuste resultou em queda significativa de mais da metade do valor de resistência, o segundo teve sua média de resistência aumentada em cerca de 60% após o desgaste e polimento. Já para os materiais Prettau e Cercon xT, o ajuste seguido de polimento não afetou significativamente os valores de resistência à flexão mensurados. Além disso, a classificação dos materiais estudados para os valores de resistência, foi distinta para os dois estados de superfície analisados. Enquanto na condição glaze, todos os materiais obtiveram valores semelhantes de resistência, na condição ajuste, o material Cercon hT obteve média significativamente superior às das outras três cerâmicas, as quais obtiveram médias semelhantes entre si.
- 2. Com relação à dureza Vickers e tenacidade à fratura, os dados mostraram que os materiais estudados apresentam dureza semelhante e tenacidade à fratura significativamente diferente. O Lava Plus apresentou média de tenacidade significativamente maior do que a média obtida pelo material Cercon hT, a qual foi significativamente maior do que as médias dos materiais Prettau e Cercon xT, as quais foram semelhantes entre si.
- Com relação ao ângulo de contato, os resultados indicaram que, independentemente do material analisado, o ângulo de contato foi sempre estatisticamente superior para a condição ajuste em comparação com a superfície glazeada.
- 4. Com relação à rugosidade, os resultados demonstraram que o kit de polimento utilizado nesse estudo somente conseguiu devolver o mesmo nível de polimento obtido com o glaze para o material Cercon hT. Já para as outras

três cerâmicas estudadas, o kit de polimento utilizado não conseguiu restituir o mesmo nível de rugosidade dos materiais glazeados. Além disso, o desgaste realizado neste estudo em um simulador de mastigação com antagonista de esteatita resultou em aumento significativo da rugosidade para todos os materiais estudados, independentemente da condição superficial. Apesar da simulação da mastigação resultar em aumento significativo da rugosidade para todos os grupos experimentais, os resultados mostraram que, independentemente do material estudado, os grupos glazeados sempre partiram de valores de rugosidade menores se comparados aos valores pré-desgaste dos grupos ajustados. Portanto, os valores de rugosidade final dos grupos glazeados foram significativamente inferiores quando comparados com os valores de Ra finais obtidos após o desgaste para os grupos que sofreram a simulação de ajuste oclusal.

- 5. Com relação à perda de volume após desgaste, os resultados indicaram que o efeito do estado de superfície na perda de volume foi diferente para dos diferentes materiais. Para Prettau, Cercon hT e Cercon xT, o estado de superfície (glaze ou ajustado) não afetou significativamente os valores de perda de volume. Apenas para o material Lava Plus, houve uma perda de volume significativamente maior (aumento de mais de três vezes) para os espécimes que sofreram simulação de ajuste oclusal seguido de polimento em comparação com os espécimes glazeados.
- 6. Com relação ao parâmetro de translucidez, os resultados indicaram que nenhum dos materiais teve seu parâmetro de translucidez afetado pela condição superficial. Entretanto, a classificação dos materiais conforme o parâmetro de translucidez foi diferente nas condições glaze e ajuste. Na condição glaze, os materiais Lava Plus e Prettau obtiveram valores de PT semelhantes e inferiores aos valores obtidos para Cercon xT e hT, os quais tiveram médias de PT também semelhantes. Após a realização do ajuste oclusal, os materiais Cercon xT e hT continuaram apresentando valores de PT semelhantes e superiores ao valor obtido para a Prettau. Entretanto, esses valores da Cercon xT e hT se igualaram estatisticamente ao valor de PT da Lava Plus após a realização do ajuste oclusal.

1. Moradabadi A, Roudsari SE, Yekta BE, Rahbar N. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. Mater Sci Eng C Mater Biol Appl. 2014 Jan 1;34:311-7. doi:10.1016/j.msec.2013.09.015. Epub 2013 Sep 26. PMID: 24268263.

2. Buciumeanu M, Queiroz JRC, Martinelli AE, Silva FS, Henriques B. The effect of surface treatment on the friction and wear behavior of dental Y-TZP ceramic against human enamel. J Prosthet Dent. 2015 Feb;113(2):114-21. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.08.013. Epub 2014 Oct 29. PMID: 25444289

3. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007. Epub 2007 Jul 19. PMID: 17659331.

4. Ilie N, Stawarczyk B. Quantification of the amount of blue light passing through monolithic zirconia with respect to thickness and polymerization conditions. The Journal of Prosthetic Dentistry. 2015;113(2):114-21.

5. Oh G-J, Lee K, Lee D-J, Lim H-P, Yun K-D, Ban J-S, et al. Effect of metal chloride solutions on coloration and biaxial flexural strength of yttria-stabilized zirconia. Met. Mater. Int., Vol. 18, No. 5 (2012), pp. 805~812 doi: 10.1007/s12540-012-5009-4

6. Dangra Z, Gandhewar M. The use of newer high translucency zirconia in aesthetic zone. Case Rep Dent. 2014;2014:432714. doi: 10.1155/2014/432714. Epub 2014 Mar 4. PMID: 24715994; PMCID: PMC3970083.

7. Zurek AD, Alfaro MF, Wee AG, Yuan JCC, Barao VA, Mathew MT, et al. Wear Characteristics and Volume Loss of CAD/CAM Ceramic Materials. J Prosthodont. 2019 Feb;28(2):e510-e518. doi: 10.1111/jopr.12782. Epub 2018 Mar 6. PMID: 29508487.

8. Abi-Rached FO, Martins SB, Campos JA, Fonseca RG. Evaluation of roughness, wettability, and morphology of an yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic after different airborne-particle abrasion protocols J Prosthet Dent. 2014 Dec;112(6):1385-91. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.07.005. Epub 2014 Sep 23. PMID: 25258266.

9. Pekkan G, Pekkan K, Bayindir BC, Ozcan M, Karasu B. Factors affecting the translucency of monolithic zirconia ceramics: A review from materials science perspective. Dent Mater J. 2020 Jan 31;39(1):1-8. doi: 10.4012/dmj.2019-098. Epub 2019 Aug 10. PMID: 31406098.

10. Cho MS, Yu B, Lee YK. Opalescence of all-ceramic core and veneer materials Dent Mater. 2009 Jun;25(6):695-702. doi: 10.1016/j.dental.2008.11.013. Epub 2009 Jan 14. PMID: 19147214

11. da Silva LH, de Lima E, Hochman M, Özcan M, Cesar PF. Monolithic Zirconia for Prosthetic Reconstructions: Advantages and Limitations. Curr Oral Health Rep (2017) 4:197–200 doi 10.1007/s40496-017-0153-z

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

13. Zucuni CP, Guilardi LF, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Fatigue strength of yttria-stabilized zirconia polycrystals: Effects of grinding, polishing, glazing, and heat treatment. J Mech Behav Biomed Mater. 2017 Nov;75:512-520. doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.06.016. Epub 2017 Jun 15. PMID: 28843883

14. Ottoni R, Borba M. Comportamento mecânico e clínico de próteses monolíticas à base de zircônia: revisão de literatura Cerâmica 64 (2018) 547-552 doi. 10.1590/0366-69132018643722340

15. Davidowitz G, Kotick PG. The use of CAD/CAM in dentistry. Dent Clin North Am. 2011 Jul;55(3):559-70, ix. doi: 10.1016/j.cden.2011.02.011. PMID: 21726690.

16. Batson ER, Cooper LF, Duqum I, Mendonça G. Clinical outcomes of three different crown systems with CAD/CAM technology. Dent Clin North Am. 2011 Jul;55(3):559-70, ix. doi: 10.1016/j.cden.2011.02.011. PMID: 21726690.

17. Chun EP, Anami LC, Bonfante EA, Bottino MA. Microstructural analysis and reliability of monolithic zirconia after simulated adjustment protocols. Dent Mater. 2017 Aug;33(8):934-943. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.024. Epub 2017 Jun 9. PMID: 28606409.

18. Al-Haj Husain N, Camilleri J, Ozcan M. Effect of polishing instruments and polishing regimens on surface topography and phase transformation of monolithic zirconia: An evaluation with XPS and XRD analysis. J Mech Behav Biomed Mater. 2016 Dec;64:104-12. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.07.025. Epub 2016 Jul 28. PMID: 27497266.

19. Pereira GKR, Silvestri T, Camargo R, Rippe MP, Amaral M, Kleverlaan CJ, 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. 2016 Jun;63:70-7. doi: 10.1016/j.msec.2016.02.049. Epub 2016 Feb 22. PMID: 27040197.

20. Khayat W, Chebib N, Finkelman M, Khayat S, Ali A. Effect of grinding and polishing on roughness and strength of zirconia. J Prosthet Dent. 2018 Apr;119(4):626-631. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.04.003. Epub 2017 Jul 8. PMID: 28689911.

21. Pott P-C, Hoffmann JP, Stiesch M, Eisenburger M. Polish of interface areas between zirconia, silicate-ceramic, and composite with diamond-containing systems. J Adv Prosthodont. 2018 Aug;10(4):315-320. doi: 10.4047/jap.2018.10.4.315. Epub 2018 Aug 17. PMID: 30140399; PMCID: PMC6104505.

22. Naumova EA, Schneider S, Arnold WH, Piwowarczyk A. Wear Behavior of Ceramic CAD/CAM Crowns and Natural Antagonists. Materials (Basel). 2017 Feb 28;10(3):244. doi: 10.3390/ma10030244. PMID: 28772602; PMCID: PMC5503368.

23. Mohammadi-Bassir M, Babasafari M, Rezvani MB, Jamshidian M. Effect of coarse grinding, overglazing, and 2 polishing systems on the flexural strength, surface roughness, and phase transformation of yttrium-stabilized tetragonal zirconia. J Prosthet Dent. 2017 Nov;118(5):658-665. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.12.019. Epub 2017 Apr 3. Erratum in: J Prosthet Dent. 2019 Feb;121(2):365. PMID: 28385438.

24. Kim HK, Kim SH, Lee JB, Ha SR. Effects of surface treatments on the translucency, opalescence, and surface texture of dental monolithic zirconia ceramics. J Prosthet Dent. 2016 Jun;115(6):773-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.11.020. Epub 2016 Jan 23. PMID: 26809221.

25. Oblak C, Kocjan A, Jevnikar P, Kosmac T. The effect of mechanical fatigue and accelerated ageing on fracture resistance of glazed monolithic zirconia dental bridges. Journal of the European Ceramic Society. 2017;37(14):4415-22.

26. Khaskhoussi A, Calabrese L. Effect of the Compositions on the Biocompatibility of New Alumina-Zirconia-Titania Materials (Basel). 2020 Mar 18;13(6):1374. doi: 10.3390/ma13061374. PMID: 32197510; PMCID: PMC7142750.

27. Fathy SM, Swain MV. In-vitro wear of natural tooth surface opposed with zirconia reinforced lithium silicate glass ceramic after accelerated ageing. Dent Mater. 2018 Mar;34(3):551-559. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.010. Epub 2018 Feb 1. PMID: 29361309.

28. Guo J, Tian B, Wei R, Wang W, Zhang H, Wu X, et al. Investigation of the timedependent wear behavior of veneering ceramic in porcelain fused to metal crowns during chewing simulations. J Mech Behav Biomed Mater. 2014 Dec;40:23-32. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.08.006. Epub 2014 Aug 19. PMID: 25194522.

29. Wu Y-Q, Arsecularatne JA, Hoffman M. Attrition-corrosion of human dental enamel: A review. Biosurface and Biotribology. 2017;3(4):196-210. doi. 10.1016/j.bsbt.2017.12.001

30. Handa K, Murakami N, Yamazaki T, Takahashi H, Wakabayashi N. The ballon-disk cyclic wear of CAD/CAM machinable dental composite and ceramic materials. J Oral Sci. 2017 Dec 27;59(4):589-596. doi: 10.2334/josnusd.16-0833. Epub 2017 Nov 17. PMID: 29151459.

31. Vicari CB, Magalhaes BO, Griggs JA, Borba M. Fatigue Behavior of Crystalline-Reinforced Glass-Ceramics. J Prosthodont. 2019 Jan;28(1):e297-e303. doi: 10.1111/jopr.12739. Epub 2018 Jan 3. PMID: 29315956.

32. Sen N, Sermet IB, Cinar S. Effect of coloring and sintering on the translucency and biaxial strength of monolithic zirconia. J Prosthet Dent. 2018 Feb;119(2):308.e1-308.e7. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.08.013. Epub 2017 Nov 15. PMID: 29150133

33. Amaral M, Cesar PF, Bottino MA, Lohbauer U, Valandro LF. Fatigue behavior of Y-TZP ceramic after surface treatments. J Mech Behav Biomed Mater. 2016 Apr;57:149-56. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.042. Epub 2015 Dec 15. PMID: 26717249.

34. Lawson S. Environmental degradation of zirconia ceramics. Journal of the European Ceramic Society. 1995;15(6):485-502. doi. 10.1016/0955-2219(95)00035-S.

35. Hannink RH, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconiacontaining ceramics. J. Am. Ceram. Soc., 83 [3] 461–87 (2000) doi 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x

36. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hubsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. Acta Biomater. 2010 Dec;6(12):4547-52. doi: 10.1016/j.actbio.2010.07.025. Epub 2010 Jul 23. PMID: 20656076.

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

38. Longhini D, Rocha C, de Oliveira L, Olenscki N, Bonfante E, Adabo G. Mechanical Behavior of Ceramic Monolithic Systems With Different Thicknesses. Oper Dent. 2019 Sep/Oct;44(5):E244-E253. doi: 10.2341/18-083-L. Epub 2019 Jul 2. PMID: 31265354

39. Zucuni CP, Guilardi Luís F, Rippe Marilia P, Pereira GKalil R, Valandro Luiz F. Fatigue strength of yttria-stabilized zirconia polycrystals: Effects of grinding, polishing, glazing, and heat treatment. J Mech Behav Biomed Mater. 2017 Nov;75:512-520. doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.06.016. Epub 2017 Jun 15. PMID: 28843883.

40. Steiner R, Beier US, Heiss-Kisielewsky I, Engelmeier R, Dumfahrt H, Dhima M. Adjusting dental ceramics: An in vitro evaluation of the ability of various ceramic polishing kits to mimic glazed dental ceramic surface. J Prosthet Dent. 2015 Jun;113(6):616-22. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.12.007. Epub 2015 Mar 18. PMID: 25794914.T

41. Tang X, Luo H, Bai Y, Tang H, Nakamura T, Yatani H. Influences of multiple firings and aging on surface roughness, strength and hardness of veneering ceramics for zirconia frameworks. J Dent. 2015 Sep;43(9):1148-1153. doi: 10.1016/j.jdent.2015.06.006. Epub 2015 Jun 25. PMID: 26116766

42. Janyavula S, Lawson N, Cakir D, Beck P, Ramp L, Burgess J. The wear of polished and glazed zirconia against enamel. The Journal of prosthetic dentistry. 2013;109:22-9. J Prosthet Dent. 2013 Jan;109(1):22-9. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60005-0. PMID: 23328193.

43. Viitaniemi L, Abdulmajeed A, Sulaiman T, Söderling E, Närhi T. Adhesion and Early Colonization of S. Mutans on Lithium Disilicate Reinforced Glass-Ceramics, Monolithic Zirconia and Dual Cure Resin Cement. Eur J Prosthodont Restor Dent. 2017 Dec 1;25(4):228-234. doi:10.1922/EJPRD\_01711Viitaniemi07. PMID: 29182216.

44. Luz A, Ribeiro S, Pandolfelli V. Use of the wettability in the investigation of the corrosion behaviour of the refractory materials. Cerâmica. 2008;54(330):174-83. doi. 10.1590/S0366-69132008000200007

45. Vila-Nova TEL, de Carvalho IHG, Moura DMD, Batista AUD, Zhang Y, Paskocimas CA, et al. Effect of finishing/polishing techniques and low temperature degradation on the surface topography, phase transformation and flexural strength of ultra-translucent ZrO2 ceramic. Dent Mater. 2020 Apr;36(4):e126-e139. doi: 10.1016/j.dental.2020.01.004. Epub 2020 Jan 31. PMID: 32008750; PMCID: PMC7103507.

46. Chougule KJ, Wadkar AP. An In vitro Comparative Evaluation of Flexural Strength of Monolithic Zirconia after Surface Alteration Utilising Two Different Techniques. J Clin Diagn Res. 2017 Aug;11(8):ZC20-ZC23. doi: 10.7860/JCDR/2017/25177.10361. Epub 2017 Aug 1. PMID: 28969267; PMCID: PMC5620914.

47. Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Wiskott HA. Fractographic ceramic failure analysis using the replica technique. Dent Mater. 2007 Nov;23(11):1397-404. doi: 10.1016/j.dental.2006.12.002. Epub 2007 Jan 31. PMID: 17270267; PMCID: PMC2077838.

48. Ho TK, Satterthwaite JD, Silikas N. The effect of chewing simulation on surface roughness of resin composite when opposed by zirconia ceramic and lithium disilicate ceramic. Ceramic. Dent Mater. 2018 Feb;34(2):e15-e24. doi: 10.1016/j.dental.2017.11.014. Epub 2017 Nov 27. PMID: 29175160.

49. Tuncel I, Eroglu E, Sari T, Usumez A. The effect of coloring liquids on the translucency of zirconia framework. J Adv Prosthodont. 2013 Nov;5(4):448-51. doi: 10.4047/jap.2013.5.4.448. Epub 2013 Nov 28. PMID: 24353884; PMCID: PMC3865201.

50. Vichi A, Louca C, Corciolani G, Ferrari M. Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. Dent Mater. 2011 Jan;27(1):97-108. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.018. Epub 2010 Nov 30. PMID: 21122905.

51. Coşkun Akar G, Pekkan G, Çal E, Eskitaşçıoğlu G, Özcan M. Effects of surfacefinishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems. J Prosthet Dent. 2014 Aug;112(2):314-21. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.09.033. Epub 2014 Feb 8. PMID: 24513427.

52. Pekkan G, Özcan M, Subaşı MG. Clinical factors affecting the translucency of monolithic Y-TZP ceramics. Odontology. 2020 Oct;108(4):526-531. doi: 10.1007/s10266-019-00446-2. Epub 2019 Aug 10. PMID: 31401706.

53. Pekkan G, Ozcan M, Subasi MG. Clinical factors affecting the translucency of monolithic Y-TZP ceramics. Odontology. 2020 Oct;108(4):526-531. doi: 10.1007/s10266-019-00446-2. Epub 2019 Aug 10. PMID: 31401706.

54. Saker S, Özcan M. Effect of surface finishing and polishing procedures on color properties and translucency of monolithic zirconia restorations at varying thickness. J Esthet Restor Dent. 2021 Sep;33(6):953-963. doi: 10.1111/jerd.12681. Epub 2020 Nov 14. PMID: 33188586.

55. Manziuc M-M, Gasparik C, Burde AV, Colosi HA, Negucioiu M, Dudea D. Effect of glazing on translucency, color, and surface roughness of monolithic zirconia materials. J Esthet Restor Dent. 2019 Sep;31(5):478-485. doi: 10.1111/jerd.12493. Epub 2019 Jun 2. PMID: 31155848

56. Della Bona A, Nogueira AD, Pecho OE. Optical properties of CAD-CAM ceramic systems. J Dent. 2014 Sep;42(9):1202-9. doi: 10.1016/j.jdent. 2014.07.005. Epub 2014 Jul 12. PMID: 25019364

57. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's restorative dental materials, 13/e: Elsevier; 2006.

58. Lawson NC, Janyavula S, Cakir D, Burgess JO. An analysis of the physiologic parameters of intraoral wear: a review. J. Phys. D: Appl. Phys. 46 (2013) 404007 (9pp) doi 10.1088/0022-3727/46/40/404007
59. Alves LMM, Contreras LPC. The Wear Performance of Glazed and Polished Full Contour Zirconia. Brazilian Dental Journal 2019;30(5):511-8..doi. 10.1590/0103-6440201902801

60. Zucuni CP, Pereira GKR, Valandro LF. Grinding, polishing and glazing of the occlusal surface do not affect the load-bearing capacity under fatigue and survival rates of bonded monolithic fully-stabilized zirconia simplified restorations. Braz Dent J. 2019 Oct 7;30(5):511-518. doi: 10.1590/0103-6440201902801. PMID: 31596336.

61. Guilardi LF, Pereira GKR, Gündel A, Rippe MP, Valandro LF. Surface micromorphology, phase transformation, and mechanical reliability of ground and aged monolithic zirconia ceramic. J Mech Behav Biomed Mater. 2020 Mar;103:103528. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103528. Epub 2019 Nov 11. PMID: 31743822.

62. International Organization for S, Technical Committee Iso/Tc D, European Committee for S, Technical Committee CENTCD, British Standards I. Dentistry : ceramic materials (ISO 6872:2008). London; Brussels: BSI ; European Committee for Standardization; 2008.

63. Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. Journal of the American Ceramic Society. 1981;64(9):533-8.

64. Committee CT. Colorimetry. CIE Pub No 15.3. Vienna, Austria: CIE Central Bureau. 2004.

65. Sharma G, Wu W, Dalal EN. The CIEDE2000 color-difference formula: Implementation notes, supplementary test data, and mathematical observations. Color Research & Application: Endorsed by Inter-Society Color Council, The Colour Group (Great Britain), Canadian Society for Color, Color Science Association of Japan, Dutch Society for the Study of Color, The Swedish Colour Centre Foundation, Colour Society of Australia, Centre Français de la Couleur. 2005;30(1):21-30.

66. ISO E. 4288. 1996. Geometrical product specifications (GPS) Surface texture Profile method Rules and procedures for the assessment of surface texture International Organization for Standardization, Geneva.

67. Steiner M, Mitsias ME, Ludwig K, Kern M. In vitro evaluation of a mechanical testing chewing simulator. Dent Mater. 2009;25(4):494-9. doi:10.1016/j.dental.2008.09.010

68. Alfrisany NM, Shokati B, Tam LE, De Souza GM. Simulated occlusal adjustments and their effects on zirconia and antagonist artificial enamel Dent Mater. 2009 Apr;25(4):494-9. doi: 10.1016/j.dental.2008.09.010. Epub 2008 Nov 25. PMID: 19036423..

69. Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. J Adv Prosthodont. 2019 Jun;11(3):162-168. doi: 10.4047/jap.2019.113.162. Epub 2019 Jun 26. PMID: 31297175; PMCID: PMC6609759

70. Quinn G. A NIST recommended practice guide: fractography of ceramics and glasses.. J Mech Behav Biomed Mater. 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008. Epub 2016 Jan 20. PMID: 26849030.

71. Mai HN, Hong SH, Kim SH, Lee DH. Effects of different finishing/polishing protocols and systems for monolithic zirconia on surface topography, phase transformation, and biofilm formation. J Adv Prosthodont. 2019;11(2):81-7. doi.org/10.4047/jap.2019.11.2.81

72. Al-Haj Husain N, Ozcan M. A Study on Topographical Properties and Surface Wettability of Monolithic Zirconia after Use of Diverse Polishing Instruments with Different Surface Coatings. J Prosthodont. 2018 Jun;27(5):429-442. doi: 10.1111/jopr.12515. Epub 2016 Jul 28. PMID: 27469615.

73. Zucuni CP, Dapieve KS, Rippe MP, Pereira GKR, Bottino MC, Valandro LF. Influence of finishing/polishing on the fatigue strength, surface topography, and roughness of an yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals subjected to grinding J Mech Behav Biomed Mater. 2019 May;93:222-229. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.02.013. Epub 2019 Feb 13. PMID: 30831358.

74. KOU W, MOLIN M, SJÖGREN G. Surface roughness of five different dental ceramic core materials after grinding and polishing. J Oral Rehabil. 2006 Feb;33(2):117-24. doi: 10.1111/j.1365-2842.2006.01546.x. PMID: 16457671.

75. Huh Y-H, Park C-J, Cho L-R. Evaluation of various polishing systems and the phase transformation of monolithic zirconia. J Prosthet Dent. 2016 Sep;116(3):440-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.01.021. Epub 2016 Apr 7. PMID: 27061631

76. Preis V, Schmalzbauer M, Bougeard D, Schneider-Feyrer S, Rosentritt M. Surface properties of monolithic zirconia after dental adjustment treatments and in vitro wear simulation. J Dent. 2015 Jan;43(1):133-9. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.011. Epub 2014 Aug 28. PMID: 25174949.

77. Wiedenmann F, Böhm D, Eichberger M, Edelhoff D, Stawarczyk B. Influence of different surface treatments on two-body wear and fracture load of monolithic CAD/CAM ceramics. Clin Oral Investig. 2020 Sep;24(9):3049-3060. doi: 10.1007/s00784-019-03173-8. Epub 2019 Dec 13. PMID: 31836916

78. Jerman E, Lümkemann N, Eichberger M, Zoller C, Nothelfer S, Kienle A, et al. Evaluation of translucency, Marten's hardness, biaxial flexural strength and fracture

toughness of 3Y-TZP, 4Y-TZP and 5Y-TZP materials. Dent Mater. 2021 Feb;37(2):212-222. doi: 10.1016/j.dental.2020.11.007. Epub 2020 Nov 29. PMID: 33267975.

79. Liu Y-C, Lin T-H, Lin Y-Y, Hu S-W, Liu J-F, Yang C-C, et al. Optical properties evaluation of rapid sintered translucent zirconia with two dental colorimeters. Journal of Dental Sciences, doi 10.1016/j.jds.2021.05.014

80. Reale Reyes A, Dennison JB, Powers JM, Sierraalta M, Yaman P. Translucency and flexural strength of translucent zirconia ceramics. The Journal of Prosthetic Dentistry. 2021. J Prosthet Dent. 2021 Jul 22:S0022-3913(21)00336-X. doi: 10.1016/j.prosdent.2021.06.019. Epub ahead of print. PMID: 34303523

81. Ji M, Zhang H, Xu J, Li C, Yu D, Chen M, et al. Toward the mechanisms of surface texturing on the wear behavior of dental zirconia ceramics under dry and saliva lubricated conditions. Wear. 2021:203845. doi. 10.1016/j.wear.2021.203845

82. Vardhaman S, Borba M, Kaizer MR, Kim D, Zhang Y. Wear behavior and microstructural characterization of translucent multilayer zirconia. Dent Mater. 2020 Nov;36(11):1407-1417. doi: 10.1016/j.dental.2020.08.015. Epub 2020 Sep 19. PMID: 32958309; PMCID: PMC7969479.