

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Rafael Boaretto Lorencet

**EFEITO DO PROTOCOLO DE USINAGEM EM
CAD/CAM NO COMPORTAMENTO DE FADIGA DE
ZIRCÔNIA TRANSLÚCIDA**

Passo Fundo

2021

Rafael Boaretto Lorencet

**EFEITO DO PROTOCOLO DE
USINAGEM EM CAD/CAM NO
COMPORTAMENTO DE FADIGA
DE ZIRCÔNIA TRANSLÚCIDA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do prof. Dr. Paula Benetti.

Passo Fundo

2021

Folha reservada para
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.
Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

Folha reservada para
Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.
Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

BIOGRAFIA DO AUTOR

FORMAÇÃO UNIVERSITÁRIA

Rafael Boaretto Lorencet, nascido em 15 de maio de 1990;
Graduado pela Universidade de Passo Fundo-UPF em janeiro de 2017 – Passo Fundo-RS;
Especialista em Dentística pelo CEOM-IMED em outubro de 2019 – Passo Fundo-RS;
Mestrado 2019 – Atual, PPGOdonto-UPF – Passo Fundo – RS.

TÍTULOS CIENTÍFICOS

Artigo científico publicado em 2017 na Revista da Faculdade de Odontologia – UPF

Lorencet, R., Facenda, J., Lago, C., & Corazza, P. (2017). Influência da manipulação da resina composta na resistência adesiva à dentina. Revista Da Faculdade De Odontologia - UPF, 22(2). <https://doi.org/10.5335/rfo.v22i2.7140>

ATUAÇÃO PROFISSIONAL

Atendimento clínico em consultório próprio Dr. Rafael Lorencet Odontologia Estética – Nova Prata RS;

Atendimento clínico em consultórios: Clínica Carlin) de Passo Fundo e Clínica Vita e Salute São Domingos do Sul – RS;

Professor convidado no curso de Pós-graduação em Dentística – IMED – Passo Fundo – 2020.

OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter me guiado até aqui e poder seguir em frente para conquistar meus objetivos e resultados;

Aos meus amigos e colegas por estarem ao meu lado e contribuírem com meu crescimento pessoal e profissional;

Aos meus familiares, com sua humildade e incentivo proporcionariam-me o início e a trajetória da minha carreira;

Aos meus professores, desde a primeira série, professora Rosimeri e todos os da minha trajetória, escola estadual em Prótásio Alves, a faculdade de Odontologia–UPF, os professores da especialização em Dentística do CEOM, até a minha orientadora no PPGOdonto UPF, professora Paula Benetti, com um currículo e conhecimento enorme e uma humildade maior ainda;

À Capes-CNPQ, pelo incentivo à pesquisa em proporcionar bolsa de estudos para a produção de material científico e contribuir com o crescimento da ciência e a humanidade;

Aos meus mentores, professor Marcos Bittencourt; com uma simplicidade em ajudar e acolher as pessoas que tem potencial de crescimento, pois foi isso que ele viu em mim, em momentos que eu nem percebia. Professor Bruno Carlini, professor de grande respeito e admiração que me acolheu para ser colega em sua clínica e fazer parte do quadro de docentes da pós-graduação em Dentística da Imed;

A minha psicóloga Cristina, que pode me fazer descobrir o que existia de melhor em mim e desempenhar um

conhecimento voltado pra meu bem estar e crescimento pessoal e profissional;

Bolsa PIBIC/CNPq e CAPES, Edital Fapergs/CAPES 06/2018 – Programa de Internacionalização da Pós-Graduação no RS (n. 19/2551-0000677-2), CNPq n. 302587/2017-9 e n. 460094/2014-9, Laboratório de Prótese Coral (Passo Fundo, RS), Dentsply Sirona Brasil.

SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR	5
OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS	7
SUMÁRIO	9
LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE FIGURAS	12
LISTA DE ABREVIATURAS	14
RESUMO	15
ABSTRACT	17
1. INTRODUÇÃO	19
2. REVISÃO DE LITERATURA	23
2.1. Aplicabilidade de cerâmicas a base de zircônia em reabilitações	23
2.2 Evolução das cerâmicas a base de zircônia	25
2.3 Usinagem em CAD/CAM	35
2.4 Comportamento de fadiga	36
2.5 Resistência à danos	37
3. PROPOSIÇÃO	40
4. MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1. Materiais utilizados	41
4.2. Confeção dos Corpos-de-Prova	41
4.3 Análise de danos e rugosidade	44
4.4 Teste de resistência à flexão biaxial	45
4.5 Teste de resistência à fadiga	46

4.6 Análise de falha.....	48
5. RESULTADOS.....	48
5.1 Rugosidade e resistência à flexão biaxial.....	48
5.2 Sobrevivência em fadiga.....	49
5.3 Análise de danos.....	51
5.4 Análise da superfície de fratura.....	52
6. DISCUSSÃO.....	54
7. CONCLUSÕES.....	57
9. REFERÊNCIAS.....	58
ARTIGO À SER SUBMETIDO.....	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resistência à flexão biaxial e rugosidade da zircônia translúcida nos diferentes grupos experimentais...	48
Tabela 2. Média do número de ciclos até a falha por fadiga com respectivos intervalos de confiança (CI 95%) para os grupos experimentais.	50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Pré-visualização da produção dos corpos de prova – Sistema InLab – Sirona.	42
Figura 2. Processo de usinagem da zircônia na fase verde.	42
Figura 3. Fresa 0.5 ZrO ₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento	42
Figura 4. Fresa 1.0 ZrO ₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento	43
Figura 5. Fresa 2.5 ZrO ₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento	43
Figura 6. Leitura da rugosidade utilizando rugosímetro de contato.	45
Figura 7. Amostra posicionada no dispositivo de flexão biaxial.	46
Figura 8. Configuração do teste de fadiga em flexão biaxial.	47
Figura 9. Curvas de sobrevivência dos dois grupos experimentais após fadiga.	50
Figura 10. Superfície do corpo de prova do grupo FXR. Observa-se linhas circulares concêntricas deixadas pela passagem das brocas de usinagem.	51
Figura 11. Imagens da superfície dos CPs dos grupos experimentais. Além das linhas circulares concêntricas é possível observar lascamentos localizados nas bordas dos discos.	52

Figura 12. Imagens de fratura da zircônia translúcida no protocolo N (normal). A seta branca indica o local de origem de fratura. 53

LISTA DE ABREVIATURAS

MEV - microscópio eletrônico de varredura

ZI - zircônia de estrutura

ANOVA – Análise de Variância

°C – Graus Celcius

CP - Corpos-de-prova

CAD/CAM - Computer aided design/computer aided manufacturing

CET - Coeficiente de Expansão Térmica

KIC - Tenacidade à fratura

m – Módulo de Weibull

MPa – Megapascal

mm – Milímetro

n – Tamanho da amostra por grupo experimental

N – Newton

PPF – Prótese parcial fixa

Y-PSZ - Zircônia tetragonal estabilizada por ítria

Y-TZP - Zircônia parcialmente estabilizada por ítria

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito do protocolo de usinagem por CAD/CAM no comportamento de fadiga de uma zircônia translúcida (5Y-PSZ). Foram produzidos corpos-de-prova (CPs) em CAD/CAM na forma de disco com 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro, seguindo três protocolos de usinagem (n=15): suave (S), normal (N) e rápido (R). Os parâmetros de rugosidade Ra, Rq e Rz de cada grupo foram obtidos por rugosímetro de contato e analisados por Kruskal-Wallis e teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$). Os CPs foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=5) e ensaio de fadiga (n=10) em água a 37° C, 60 N, 2 Hz, por $1,5 \times 10^6$ ciclos. O número de ciclos até a falha foi registrado. Os dados de fadiga foram analisados com análise de sobrevivência Kaplan-Meier ($\alpha=0,05$). Os CPs fraturados foram analisados sob microscopia ótica. Quanto à Ra e Rq, o protocolo S obteve a maior mediana e o protocolo R obteve a menor (p=0,001). A média de σ_f para o grupo S foi de 359,2MPa, para N de 358 MPa e para R de 306 MPa. Os grupos N e R

foram testados em fadiga. Não foi observada diferença estatística entre as curvas de sobrevivência dos grupos experimentais ($p=0,444$). O tempo médio de sobrevivência em fadiga para N foi de 790.453 ciclos e para R foi de 892.653 ciclos. A superfície dos CPs submetida às tensões de tração foi determinada como local de origem da fratura. Concluiu-se que, apesar de resultarem em características topográficas diferentes, os protocolos de usinagem em CAD/CAM não influenciam o comportamento de fadiga da zircônia translúcida.

Palavras-chave: zircônia, usinagem, CAD-CAM, resistência à flexão, fadiga

ABSTRACT¹

The aim of this study was to evaluate the effect of the CAD/CAM milling protocol on the fatigue behavior of a translucent zirconia (5Y-PSZ). Disc-shaped specimens (SP) with 1.2 mm thick and 12 mm in diameter were produced in CAD/CAM following three machining protocols (n=15): smooth (S), normal (N) and fast (F). Roughness parameters Ra, Rq and Rz of each group were obtained by contact profilometer and analyzed by Kruskal-Wallis and Student-Newman-Keuls test ($\alpha=0.05$). The SP were submitted to the biaxial flexural strength test (σ_f) (n=5) and fatigue test (n=10). The fatigue test was performed in water at 37° C, 60 N, 2 Hz, for 1.5×10^6 cycles. The number of cycles for failure was recorded. Fatigue data were analyzed with Kaplan-Meier survival curves analysis ($\alpha=0.05$). Fractured SP were analyzed under optical microscopy. Regarding topography, S protocol had the highest median of Ra and Rq, while R protocol presented the lowest ($p=0.001$). The mean σ_f for the S group was 359.2MPa, for N was 358 MPa

¹ Effect of the CAD/CAM milling protocol on the fatigue behavior of translucent zirconia

and for R was 306 MPa. Groups N and R were tested in fatigue. There was no statistical difference between the survival curves of the experimental groups ($p=0.444$). The mean fatigue survival time for N was 790.453 cycles and for R was 892,653 cycles. The surface of the SP subjected to tensile stresses was observed as the fracture origin site. It was concluded that although different CAD/CAM milling protocols result in different topographic characteristics, they have no influence on the fatigue behavior of the translucent zirconia

Keywords: zirconia, milling, CAD-CAM, flexural strength, fatigue

1. INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas proporcionam restaurações com alta resistência mecânica e estética. As zircônias policristalinas de 1ª geração são compostas basicamente por óxido de zircônia estabilizada por 3mol% de óxido de ítrio para estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente. Essa composição resulta em uma cerâmica com resistência semelhante ao metal, permite maior passagem de luz, contudo é menos translúcida que as cerâmicas vítreas, limitando sua indicação para restaurações multicamada (com cobertura de porcelana).

As restaurações multicamada mostraram-se susceptíveis à fratura precoce da porcelana (MARCHIONATTI et al., 2019; OTTONI; BORBA, 2018; SAILER et al., 2015). Então, para permitir uso monolítico e aumentar a translucidez, foram desenvolvidas novas zircônias com mudanças na sua composição, incluindo alteração no tamanho das partículas de zircônia, concentração de estabilizadores, como óxido de ítrio,

aumento da fase monoclínica e redução da fase tetragonal (ALRAHEAM et al., 2019; ZHANG; LAWN, 2018).

As novas cerâmicas a base de zircônia tiveram alterações na sua composição, uma delas é conteúdo de fase cúbica, o que torna o material mais translúcido, porém ocorre a redução de fase tetragonal, tornando-se menos resistente, devido ao mecanismo de tenacificação dessa última fase (ZHANG; LAWN, 2018).

A terceira geração de zircônias (5Y-PSZ), introduzida no mercado em 2015, é composta de 53% em volume de fase cúbica e é estabilizada com 9.3% vol / 5% mol por óxido de ítrio (STAWARCZYK et al., 2017a). Esse aumento do volume de fase cúbica resultou em maior translucidez e, em estética, é semelhante ao dissilicato de lítio. Porém, o aumento da translucidez foi acompanhado de uma redução significativa na resistência mecânica dessas 5Y-PSZ translúcidas (KONTONASAKI; GIASIMAKOPOULOS; RIGOS, 2020; STAWARCZYK et al., 2017a, 2017b). Quanto mais fase tetragonal, maior resistência por tenacificação induzida por estresse, ao contrário, com o aumento da fase cúbica há melhora da translucidez, contudo menor transformação de fase por ser

uma fase muito estável (WERTZ et al., 2021). Portanto, alguns autores indicam as zircônias de terceira geração para áreas anteriores que exigem maior estética e menos resistência (ALRAHEAM et al., 2019).

Com o avanço dos materiais cerâmicos usináveis, os equipamentos, softwares e protocolos de usinagem estão sendo otimizados, possibilitando, por exemplo, a usinagem e diferentes tempos (suave, normal e rápido) (Dentsply SironaTM, Nova York, EUA), que podem resultar em modificações de topografia ou mesmo introduzir danos de maneira diferente nas restaurações cerâmicas (FRAGA et al., 2017; ZUCUNI et al., 2019).

Foi demonstrado que a tenacidade de uma cerâmica pode estar relacionada à composição e tamanho dos cristais, tipo e concentração dos estabilizadores, comportamento entre as fases e processo de fabricação (Della Bona 2009). Desta forma, é importante o estudo do efeito de mudanças em microestrutura, composição e fresagem do material na resistência à fadiga de um material.

Atualmente, não é claro na literatura o quanto as mudanças microestruturais alteram o desempenho mecânico das novas zircônias (introdução de danos por usinagem) (OTTONI;

BORBA, 2018). Especialmente, informações sobre a influência da velocidade do protocolo de usinagem na topografia e desempenho mecânico das zircônias translúcidas são escassas na literatura (FRAGA et al., 2017; MARCHIONATTI et al., 2019; OTTONI; BORBA, 2018; ZHANG; LAWN, 2018; ZUCUNI et al., 2019).

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Aplicabilidade de cerâmicas a base de zircônia em reabilitações

As zircônias são cerâmicas de alta resistência mecânica, em torno de 1100 Mpa nos testes de flexão, e são indicadas para reabilitações em regiões de grandes esforços mastigatórios. A resistência das zircônias está relacionada à capacidade de aumento de tenacidade por transformação de fase de seus cristais em área submetida à tensão (mecanismo de tenacificação) (DELLA BONA, 2009).

O estresse gerado ao redor da ponta de uma trinca em propagação induz a transformação de fase da zircônia de cristais tetragonais para monoclinicos, resultando em um aumento de volume de aproximadamente 4%. Esse ganho volumétrico gera força em sentido oposto ao da abertura da trinca, aumentando a tenacidade, ou seja, a capacidade do material de resistir à sua propagação e fratura (DELLA BONA, 2009; DENRY; KELLY, 2008).

A zircônia em meio aquoso se torna o material com chances de falhas ao longo do tempo. Chamado de

degradação em baixas temperaturas, uma transformação lenta da fase tetragonal (*t*) para monoclínica (*m*) vai ocorrendo na região dos grãos em umidade. Com o tempo vai se propagando até partes mais internas causando porosidades, gera-se um aumento de volume e microtrincas. A redução da resistência é também acompanhada de estresse ou fadiga mastigatória, onde podem ocorrer fraturas catastróficas ao material (DELLA BONA, 2009).

Por tratar-se de um material resistente, em sua forma tradicional, mais opaca pela baixa refração de luz, pode ser indicada para infraestrutura de próteses que serão recobertas por cerâmicas vítreas ou vitrocerâmicas. Nas composições mais recentes, as zircônias são mais translúcidas e podem ser indicadas para restaurações monolíticas (ZHANG; LAWN, 2018). Em restaurações monolíticas (de corpo único, monocamada), o potencial de desgaste ao esmalte é semelhante às resinas compostas devido as suas pequenas espessuras de grãos e alto polimento das zircônias translúcidas (DELLA BONA, 2009; ZHANG; LAWN, 2018).

2.2 Evolução das cerâmicas a base de zircônia

2.2.1 1ª geração – 3Y-TZP (Zircônia estabilizada por ítrio)

A zircônia mais usada na odontologia é 3Y-TZP, ou seja, estabilizada por 3% de mol de ítria ou óxido de ítrio (Y₂O₃), sendo indicada para infraestrutura de coroas de próteses fixas. As zircônias dependem de usinagem CAD/CAM para serem produzidas, e sinterizadas em forno específico logo após o processo, em uma temperatura em torno de 1350 a 1550°C dependendo o fabricante, com 1000° C de aquecimento o material sofre a redução de volume em torno de 25%. (DENRY; KELLY, 2014).

Em temperatura ambiente a zircônia é encontrada em fase monoclínica, porém é menos resistente da fase tetragonal. Portanto, realiza-se o aquecimento até além de 1170 °C até entrar na fase tetragonal, mais estável e resistente. Porém, quando esta fase estiver em diminuição de temperatura, em torno de 990 °C, inicia-se uma mudança de volume e fase, voltando para a monoclínica. Para não ocorrer tal transformação, foram introduzidos diversos

estabilizadores como óxido de CaO, MgO, Y₂O₃ ou CeO₂ onde permite a retenção da estrutura tetragonal ao material, visto que nessa fase ocorre o processo de tenacificação a fratura, sendo a principal característica dessa fase, sendo esquematizado na figura 1 (EDELHOFF et al., 2019).

O óxido de ítrio (Y₂O₃) tem a função de estabilizar a fase tetragonal e evitar que ela volte para a fase monoclinica, o cristal tetragonal estabilizado permite aumentar a resistência das zircônias e ter uma alta tenacidade a fratura, porque essa fase é responsável pela interrupção de propagação de trincas. Ocorre um estresse de força sobre a superfície da cerâmica até iniciar uma trinca, porém o cristal da fase tetragonal (t) se transforma em monoclinica (m) causando uma compressão sobre o defeito e aumentando o volume nessa região, o que desencadeia dois acontecimentos, o primeiro é a interrupção da trinca e o outro é o aumento da resistência (DELLA BONA, 2009; DENRY; KELLY, 2014; KELLY; DENRY, 2008).

A ocorrência de fase monoclinica é caracterizada por um acúmulo de energia na região, tendo como ponto negativo, se a continuação de fadiga na região continuar não teremos mais a mudança de fase e desencadeia uma fratura

catastrófica na restauração cerâmica. Outro acontecimento da mudança de fase t para m é a exposição a umidade oral a longo prazo, porém aumenta a porosidade na superfície, resultando na degradação e início de trincas e defeitos estruturais (MARCHIONATTI et al., 2019; ZUCUNI et al., 2019).

Em temperatura ambiente a zircônia se mantém em fase monoclinica até 1170°C, a fase tetragonal se obtém através de pressão e temperatura entre 1170°C e 2370°C e acima de 2370°C temos a fase cúbica. Para iniciar a transformação da fase tetragonal para fase monoclinica, que acontece em torno de 950°C, o volume da estrutura aumenta em torno de 4.5%, desencadeando fraturas catastróficas. Porém, para não ocorrer tais fraturas precoces foram introduzidos em sua composição óxidos estabilizadores à base de ítrio, magnésio (MgO), cálcio (CaO), selênio (CeO₂). (DELLA BONA, 2009; KELLY; BENETTI, 2011).

Hoje o mais utilizado é o óxido de ítrio, que tem uma concentração em torno de 2-5mol%, dependendo do tamanho do grão. Existem três transformações da zircônia: a primeira é a de fase dispersa (ZTA), a segunda é a parcialmente estabilizada (PSZ), precipitados tetragonais

estabilizados em uma fase cúbica, e a terceira zircônia é a tetragonal policristalina (TZP), contém grãos menores estabilizados por ítrio (Y-TZP) (KELLY; DENRY, 2008).

As propriedades mecânicas das zircônias dependem do tamanho dos grãos, se eles tiverem um tamanho maior não sofrerão mudança de fase m para t, porém se o tamanho for menor de 0,2 nm, a mudança de fase t para m ocorrerá sem esforços mecânicos, ou seja, os dois extremos terão redução na resistência mecânica. A temperatura de sinterização e o tempo tem influência no tamanho dos grãos, é desejável grãos na faixa de 0,2 até 0,5 nm. A quantidade de fase cúbica é prejudicial para a cerâmica, pois desencadeia a diminuição de sua resistência, isso ocorre quando a temperatura de sinterização passa de 1500 °C por um período de 5 horas (JIANG et al., 2016).

A zircônia parcialmente estabilizada por óxido de magnésio (Mg-PSZ) foi estudada para uso odontológico, porém entrou em desuso pelo alta porosidade, desencadeado pelo elevado tamanho dos grãos fabricado em maior temperatura do que a 3Y-TZP e com baixa resistência mecânica devido a instabilidade de fase tetragonal (TURP; TURKOGLU; SEN, 2018).

O desenvolvimento de zircônias com conteúdo policristalino apresenta elevadas propriedades mecânicas, porém deixa a desejar na área estética pela dispersão de luz entre os cristais do material, impedindo a reflexão de luz, causando opacidade ao material, o que é corrigido com adição de uma cerâmica vítrea, como cobertura, sobre a infraestrutura de zircônia. As cerâmicas de cobertura devem ter o coeficiente de expansão térmica correspondente a zircônia e poderem ser sinterizadas por 900 °C. A aplicação dessa cerâmica desencadeia um processo de bloqueio de propagação de trincas, pois essa temperatura demonstra uma reversibilidade da fase monoclinica para tetragonal (DENRY; KELLY, 2014, 2008).

Os achados clínicos indicam um maior índice de lascamento e trinca de cerâmica vítrea sobre estruturas de zircônia se comparada a bases de metal, além disso, o fator fratura de material encontrada é na região de conector em próteses fixas de três elementos (DENRY; KELLY, 2008). Para reduzir esse índice de lascamento foram indicados períodos mais longos de aquecimento e refrigeração (BENETTI et al., 2014).

O alto conteúdo cristalino desempenha alta resistência mecânica, porém são materiais mais tenazes se comparados aos metais, o que causam propagação de trincas e fraturas catastróficas. A primeira geração das zircônias contém estabilizadores que são óxidos à base de ítrio, magnésio, cálcio, selênio para não ocorrerem tais fraturas precoces. Os 3Y-TZPs possuíam 0,25% em peso de alumina (Al_2O_3) que ajudam na sinterização e mantém os graus de resistência em torno de 1000 MPa em flexão, no entanto, essas zircônias exibiram alta opacidade por causa da refletância de luz causada pelos cristais, resultando na dispersão da luz dos limites dos grãos, poros e inclusões aditivas (KELLY; BENETTI, 2011; ZHANG; LAWN, 2018).

O índice de lascamento das cerâmicas de cobertura chega a 3.1% em cinco anos de acompanhamento por diversos estudos revisados, contra 2,6% para metalocerâmicas que foram utilizadas como grupo controle, sendo o fator mais alto evidenciado entre as diferentes falhas, justamente pelas diferenças de comportamento mecânico entre a cerâmica de base e cobertura (SAILER et al., 2015).

A zircônia estabilizada por ítrio (3Y-TZP) tem sua resistência mecânica associada ao tamanho dos seus grãos, quanto maior o tamanho do grão maior sua tenacidade à fratura. Além disso, quanto maior o tempo de sinterização e a temperatura, maior a transformação de grãos maiores, porém não pode-se chegar ao limite para fase cúbica (c). Este tipo de cerâmica é a mais utilizada dentro do grupo das zircônias, devido ao seu bom comportamento mecânico e clínico (ALESSANDRETTI et al., 2017; MARCHIONATTI et al., 2019; ZHANG; LAWN, 2018).

Para reduzir a concentração de tensões em áreas críticas entre infraestrutura e cerâmicas de cobertura foram introduzidas no mercado cerâmicas de zircônia monolíticas, ou seja, somente de uma camada, porém a primeira geração com alta resistência e pouca estética não é indicada, com o avanço das pesquisas e desenvolvimento de novas composições pode-se lançar mão de zircônias com estética mais aceitável, entretanto, com uma resistência reduzida em relação a inicial (DELLA BONA, 2009; ZHANG; LAWN, 2018).

2.2.2 2ª geração (3Y-TZP Monolíticas)

Na tentativa de melhorar as propriedades estéticas e criar peças cerâmicas monolíticas, já que as feitas com estrutura 3-YTZP e cobertas por cerâmicas vítreas podem falhar por delaminação (SAILER et al., 2015), foram removidas as composições de alumina e reduzidas as porosidades do material (ZHANG; LAWN, 2018).

A mudança na composição da cerâmica, redução do tamanho dos grãos, aumento de fase cúbica e diminuição da fase tetragonal, desencadeou também a mudança das propriedades mecânicas e ópticas. Nas mecânicas pela adição de fase cúbica e, conseqüentemente não ocorre mecanismo de tenacidade igual a tetragonal, o outro nas ópticas se deve a maior transmissão de luz pelas partículas e menor refração, garantindo uma maior luminosidade do material (ALESSANDRETTI et al., 2017; OTTONI; BORBA, 2018). A adição de óxido de ítrio para estabilizar as fases pode ser aumentado para adicionar mais fase cúbica e além disso, reduzir o tamanho das partículas de zircônia através do aumento da temperatura (MARCHIONATTI et al., 2019).

O tamanho e o formato dos cristais tetragonais na composição de 3Y-TZP e a concentração de alumina geram uma dispersão da luz na periferia dos grãos, causando uma opacidade elevada, principalmente com mais de 1 mm de espessura, o que ainda contraindica seu uso em dentes anteriores. As coroas multicamadas como as metalocerâmicas e zircônia recoberta por porcelana tem falhas em torno de 3% no índice de lascamento, por isso o desenvolvimento de coroas monolíticas já é um bom avanço dessas novas cerâmicas (SAILER et al., 2015; TONG et al., 2017).

2.2.3 3º geração (4Y-PSZ E 5Y-PSZ)

Os avanços alcançados na 3Y-TZP com restaurações monolíticas foi o início do desenvolvimento de novas composições de zircônia. A estratégia foi criar uma nova composição, dessa vez a adição de 4% de mol de ítria resultou numa cerâmica com menor conteúdo tetragonal e aumento de fase cúbica com 25% em cristais, resultando num material parcialmente estabilizado (4Y-PSZ), pois

apresenta uma quantidade maior de ítria que transforma mais cristais em fase cúbica (TONG et al., 2017).

A fase cúbica tem melhor transmissão de luz devido ao formato e tamanho de seus grãos, por isso, esta cerâmica está sendo introduzida no mercado como um material mais translúcido e podendo ser utilizado em dentes anterior com maior facilidade da zircônia de 2° geração, porém a fase c causa a redução no grau de resistência mecânica, pois esta não tem o mecanismo de redução de propagação de trincas, como ocorre na fase t. Relata-se no estudo, que é necessária cautela na utilização para restaurações tipo *onlays* e laminados, pois a resistência adesiva é ainda uma dificuldade com cerâmicas de zircônia (ZHANG; LAWN, 2018).

Nessa 3° geração a redução de fase tetragonal para cúbica reduz as forças mecânicas. Causa principal é a incorporação de 5% de mol de estabilizador ítria. O tamanho dos grãos foi aumentado para diminuir a refração de luz e poder tornar sua estética aceitável para dentes anteriores, a níveis parecidos com cerâmicas como os silicatos e dissilicatos de lítio, porém em questão de adesão aos substratos, as zircônias tem muito pouco. Além disso, as

cerâmicas com fase vítrea permitem serem condicionados e melhorar seus graus de adesão se comparado à zircônia. A indicação de silicatos com infiltração de fase vítrea tem indicação para elementos unitários posteriores e anteriores, essa é uma desvantagem se comprado às zircônias que podem ser usadas em casos múltiplos dependendo a sua geração (ZHANG; LAWN 2018).

A adição de fase cúbica com grãos maiores torna o material com melhor luminosidade e estética aceitáveis, devido a maior transmitância de luz. Com a redução da resistência, as zircônias parcialmente estabilizadas (5Y-PSZ), tem conteúdo de 50% de fase cúbica e 5 mols de concentração de ítria (ZHANG; LAWN, 2018).

2.3 Usinagem em CAD/CAM

A rapidez na usinagem de zircônias reduz defeitos de processamento se compararmos com outros métodos de fabricação. Porém, o processo de usinagem pode resultar em pequenos danos superficiais criando tensões, gerando início de microtrincas que reduzem a resistência a flexão em 27%, quando fresados de forma rápida. A usinagem lenta também

resultou em danos, que podem ser a origem de falha nas cerâmicas (FRAGA et al., 2017).

Os tipos de fresas e as cerâmicas utilizadas durante o experimento também tiveram influência no grau de fadiga. O aumento da rugosidade na superfície da cerâmica reduziu significativamente à resistência a fadiga quando comparados com aquelas que tiveram polimento. As imagens de MEV mostraram no estudo que a usinagem introduz defeitos em todos os grupos de cerâmicas, e que o polimento da sua superfície reduziu esses defeitos em torno de 90%. Áreas de concentração de tensões estão localizadas em regiões de cimentação devido a forças de tração, isso pode desencadear fraturas clínicas em coroas cerâmicas, além disso, a rugosidade de superfície tem influencia direta no inicio dessas fraturas (FRAGA et al., 2017).

2.4 Comportamento de fadiga

Em ambiente oral as restaurações estão sujeitas vários desafios, como: cargas cíclicas, mudanças de PH, mudanças de umidade e temperatura, diferentes direções de

cargas. Que pode ser apontado como uma ocorrência de falha por fadiga cíclica, portanto diversos estudos na literatura incorporam estes mecanismos de testes, onde podem simular os esforços mastigatórios existentes na boca e as diferenças de temperatura e ambiente úmido existente (FRAGA et al., 2017).

Outro quesito é como ocorrem esses movimentos mastigatórios em ambiente oral, os testes de fadiga conseguem simular movimentos parecidos mas não exatamente iguais. O teste de fadiga cíclica é ainda confiável em testes laboratoriais, desempenhando melhores resultados se compararmos aos testes monotônicos onde temos somente uma direção de forças até a fratura. Em ambiente oral a carga de mastigação não é contínua e uniforme como este último teste. Claramente podemos utilizar testes monotônicos previamente para compararmos os graus de resistência e após ciclos de fadiga para comparar efeitos de mastigação (FRAGA et al., 2017) .

2.5 Resistência à danos

Tratamentos superficiais sobre a estrutura interna das próteses de zircônia, como o jateamento de partículas, desencadeiam estresses superficiais que aumentam ainda mais a sua resistência mecânica, ou seja, o jateamento causa a transformação da fase tetragonal para a monoclinica. As forças de adesão também aumentam com o jateamento, causando porosidades que causam embricamento micromecânico no processo de cimentação das peças (DENRY; KELLY, 2014).

Em 2001 foram lançados no mercado blocos de zircônia 3Y-TZP, pré-sinterizados para serem usados no método CAD/CAM, onde se realiza o escaneamento do modelo, desenho da prótese em computador e conseqüentemente a fresagem do bloco. O próprio sistema já projeta a contração de sinterização na faixa de 25%. Cuidados devem ser tomados durante os processos de usinagem e sinterização, pois as porosidades da estrutura do material devem ser consideradas para não haver falhas clínicas futuras (OTTONI; BORBA, 2018).

O mecanismo de usinagem das cerâmicas desempenha grande avanço sobre rapidez dos processos de confecção de restaurações, vale dizer que existem três

modalidades de velocidades de fresagem de blocos de zircônia pré sinterizadas, que são: protocolo de usinagem padrão (C); o protocolo rápido (F, fast milling) e o protocolo refinado (P, precise milling). A diferença entre os protocolos é o tempo de usinagem, tipo e número de brocas utilizadas (FRAGA et al., 2017).

3. PROPOSIÇÃO

3.1. Objetivo geral

O objetivo do estudo foi avaliar o efeito do protocolo de usinagem no comportamento de fadiga de uma zircônia translúcida.

3.2. Objetivos específicos

- Avaliar a influência do protocolo de usinagem na topografia da zircônia, testando a hipótese de que os diferentes protocolos resultam em parâmetros de rugosidade com valores semelhantes.

- Avaliar a influência do protocolo de usinagem na resistência à flexão biaxial da zircônia, testando a hipótese de que os protocolos resultam em resistência semelhante.

- Avaliar o efeito dos protocolos de usinagem no comportamento de fadiga da zircônia, testando a hipótese de que a sobrevivência das zircônias não é influenciada pelos protocolos.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Materiais utilizados

A zircônia policristalina Ceramill Zolid FX (98 x 12N, Amann Girrbach, Áustria), contendo ZrO_2 , HfO_2 (\leq mol 5%), Y_2O_3 (9,15 – 9,55 mol %) foi selecionada para o estudo.

4.2. Confeção dos Corpos-de-Prova

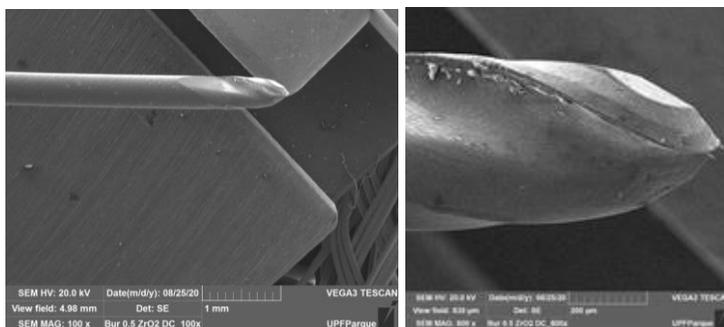
Corpos-de-prova (CP) em forma de disco foram produzidos com 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro. Para produção dos CP foi realizado um desenho no programa CAD (Figura 1) e usinagem seguindo 3 diferentes protocolos (n=15): suave (S, *precise milling*); normal (N, controle); e o protocolo rápido (R, *fast milling*) (Figura 2). A diferença entre os protocolos é o tempo de usinagem, tipo e número de brocas utilizadas. A fresa 0,5 inicia o processo de fresagem do bloco cerâmico de zircônia na fase verde (Figura 3), seguida pelas fresas 1,0 e 2,5 (Figuras 4 e 5, respectivamente).



Figura 1. Pré-visualização da produção dos corpos de prova – Sistema InLab – Sirona.



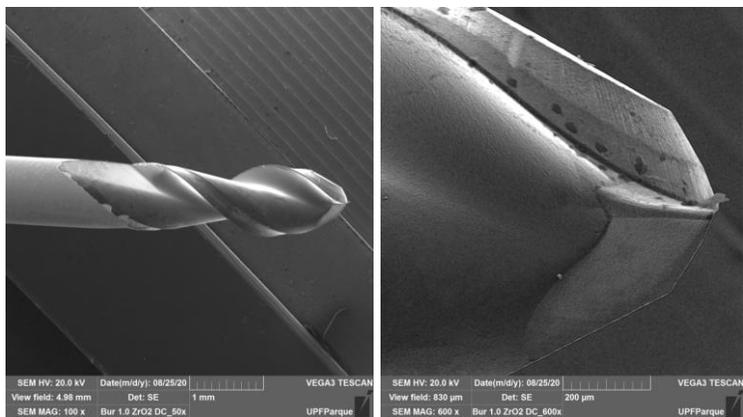
Figura 2. Processo de usinagem da zircônia na fase verde.



(a)

(b)

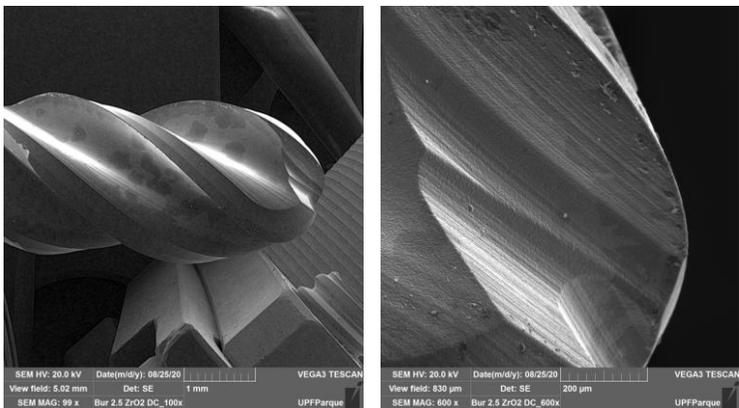
Figura 3. Fresa 0.5 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento



(a)

(b)

Figura 4. Fresa 1.0 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento



(a)

(b)

Figura 5. Fresa 2.5 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento

Após a usinagem, os CPs foram limpos em banho sônico em água por 180s para remoção de detritos, secos e submetidos ao ciclo de sinterização, seguindo as recomendações do fabricante.

4.3 Análise de danos e rugosidade

Antes dos testes mecânicos CPs de cada grupo foi analisado para caracterização dos possíveis danos causados pelas fresas em microscópio óptico (50x).

A rugosidade superficial das amostras foi medida por meio de um rugosímetro de contato mecânico (Mitutoyo, SJ-410) com uma ponta de diamante de acordo com a ISO 4287. Foram realizadas duas leituras em cada corpo-de-prova com um percurso de 4 mm, cut-off de 0,8 mm, velocidade de 0,5 mm/min. Foram realizadas 3 leituras em diferentes direções (0, 45 e 90 graus) por corpo de prova.

Os parâmetros utilizados para análise foram de Ra (rugosidade média de um perfil), Rt (distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo), Rz (distância média entre os 5 picos mais altos e os 5 vales mais profundos) (Figura 6).

As diferenças de Ra e Rz entre os grupos foram analisadas por *Kruskal-Wallis*, e Rq por Anova e Tukey, com significância de 5%.

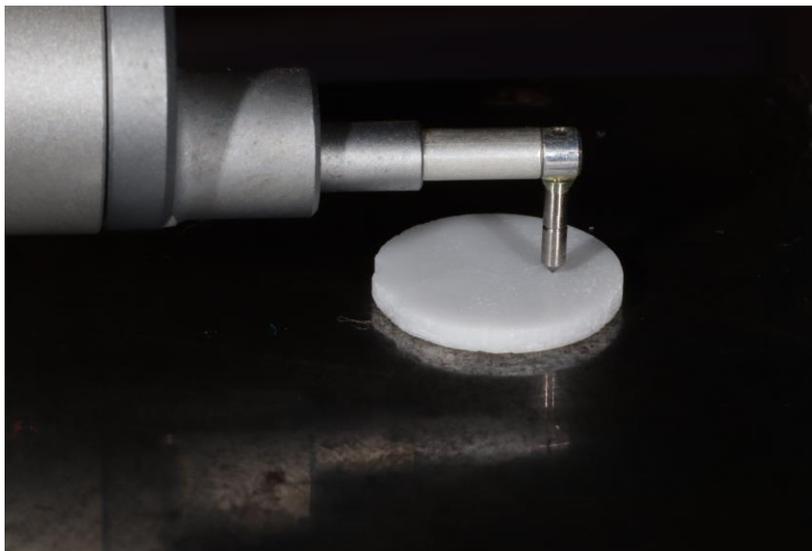


Figura 6. Leitura da rugosidade utilizando rugosímetro de contato.

4.4 Teste de resistência à flexão biaxial

Para o teste de resistência à flexão biaxial (piston-on-three-balls, de acordo com a norma ISO 6872:2014), os CPs (n=5) foram posicionados no centro de três esferas de suporte de um dispositivo acoplado à máquina de ensaios universal (Série 23, EMIC, São José dos Pinhais, Paraná,

Brasil). Uma força compressiva gradual foi aplicada com velocidade de 0,5 mm/min por um pistão no centro superior da amostra (Figura 7).

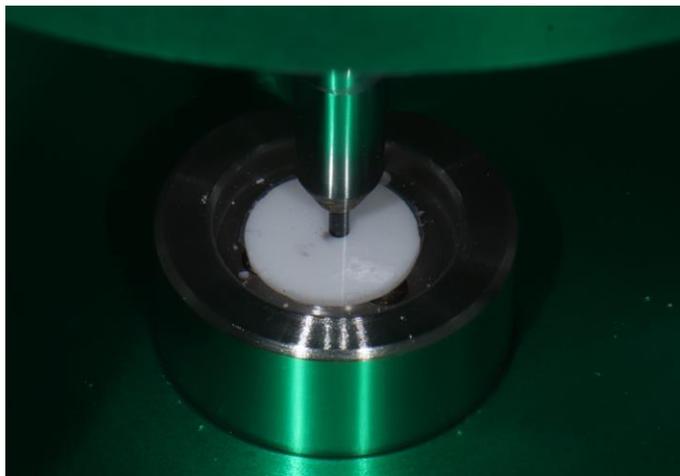


Figura 7. Amostra posicionada no dispositivo de flexão biaxial.

Os dados de resistência à flexão foram comparados por ANOVA uma via e Tukey, com significância de 5%.

4.5 Teste de resistência à fadiga

Com base nos dados de rugosidade e de resistência à flexão biaxial, definiu-se os protocolos de usinagem N (padrão ou controle) e R (rápido) para o ensaio de fadiga. O ensaio de fadiga foi realizado em cicladora mecânica

pneumática (BIOPID, Biocycle, número 126), com frequência de 2Hz, em água à 37° C, utilizando a mesma configuração do teste de flexão biaxial (Figura 8). A carga foi definida com base na média de resistência à flexão biaxial como 57N.



Figura 8. Configuração do teste de fadiga em flexão biaxial.

O ensaio foi interrompido após 10^2 , 10^3 , 10^4 , 10^5 e 10^6 ciclos e o número de corpos-de-prova que falharam em cada período foi registrado. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando análise de sobrevivência Kaplan-Meier e teste de comparação de Holm-Sidak ($\alpha=0,05$).

4.6 Análise de falha

Após os testes de flexão biaxial e de fadiga, os CPs foram analisados em microscopia óptica.

5. RESULTADOS

5.1 Rugosidade e resistência à flexão biaxial

Os resultados para os grupos experimentais são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Resistência à flexão biaxial e rugosidade da zircônia translúcida nos diferentes grupos experimentais.*

Protocolo	Flexão biaxial (MPa)	Ra (μm)	Rq (μm)	Rz (μm)
S	359,2 A (78,3 \pm 35,0)	1,55 A (1,48 \pm 1,64)	1,97 A (0,24 \pm 0,06)	11,43 A (10,52 \pm 13,21)
N	358,78 A (40,8 \pm 16,6)	1,54 AB (1,29 \pm 1,76)	1,91 AB (0,28 \pm 0,07)	12,04 A (10,88 \pm 13,23)
R	306,45 A (36,1 \pm 16,2)	1,28 B (1,19 \pm 1,34)	1,63 B (0,18 \pm 0,04)	10,69 A (9,36 \pm 11,46)
	Média (DP)	Mediana (Q1 \pm Q3)	Média (DP)	Mediana (Q1 \pm Q3)

* Letras semelhantes na mesma coluna mostram similaridade entre os grupos.

A análise estatística dos dados de resistência à flexão mostrou que as diferenças nos valores médios entre os grupos não são significativos para excluir a possibilidade de que a diferença seja devido à variabilidade amostral. Portanto, não há diferença estatisticamente significativa ($P = 0,236$).

A rugosidade média (R_a) foi diferente entre os grupos experimentais ($P = <0,001$). O grupo S apresentou maior R_a , o grupo N apresentou R_a intermediária e o R mostrou os menores valores. A rugosidade exponencial quadrática (R_q) foi diferente entre os grupos S e R, e N e R ($P = <0,001$), entretanto S e N mostraram R_q semelhantes. Os grupos experimentais não apresentaram diferenças de rugosidade máxima (R_z) ($P = 0,200$).

5.2 Sobrevivência em fadiga

Não foram observadas diferenças estatísticas para as curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais ($P=0,444$). As curvas de sobrevivência dos grupos experimentais estão apresentadas na Figura 9 e a média do

número de ciclos até a falha em fadiga encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2. Média do número de ciclos até a falha por fadiga com respectivos intervalos de confiança (CI 95%) para os grupos experimentais.

Grupos	Média de ciclos	CI 95%
FXN	790.453 a	441.049 – 1.139.857
FXR	892.653 a	492.544 – 1.292.762

*Médias seguidas por letras iguais são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$).

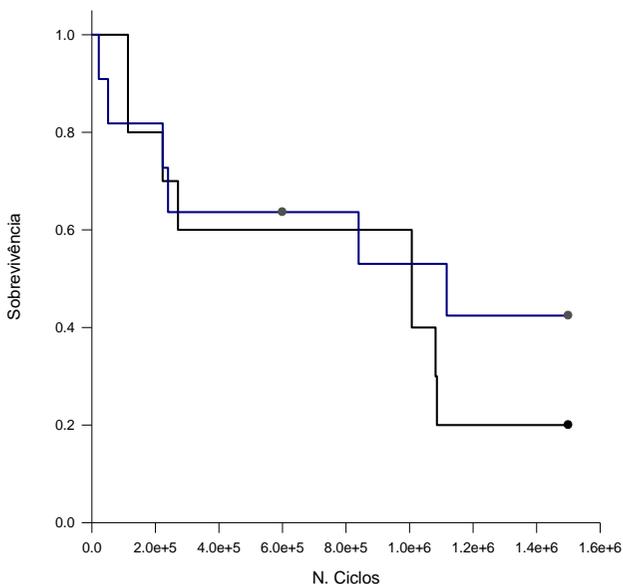


Figura 9. Curvas de sobrevivência dos dois grupos experimentais após fadiga.

5.3 Análise de danos

Após a usinagem, a superfície dos CPs exibiu ranhuras circulares concêntricas deixadas pelas brocas de usinagem (Figura 10). Além disso, foram observados pequenos lascamentos (chipping) em alguns locais das bordas dos CPs em todos os grupos experimentais (Figura 11).

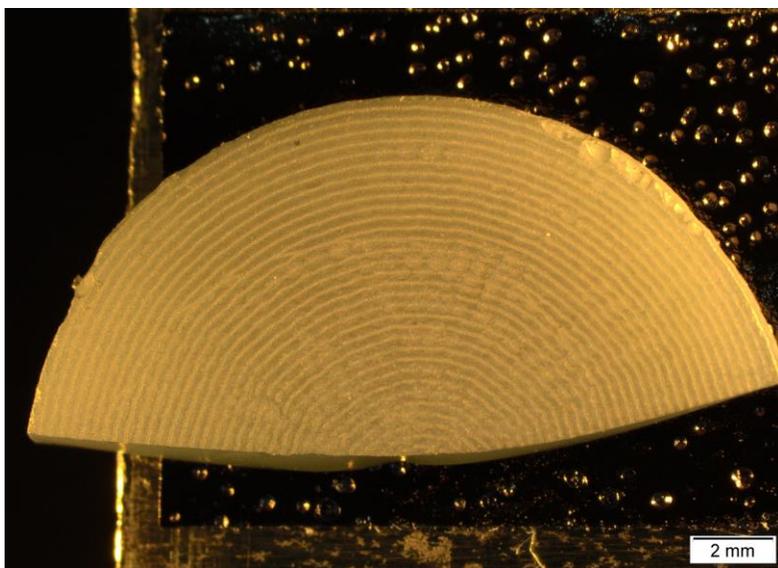


Figura 10. Superfície do corpo de prova do grupo FXR. Observa-se linhas circulares concêntricas deixadas pela passagem das brocas de usinagem.

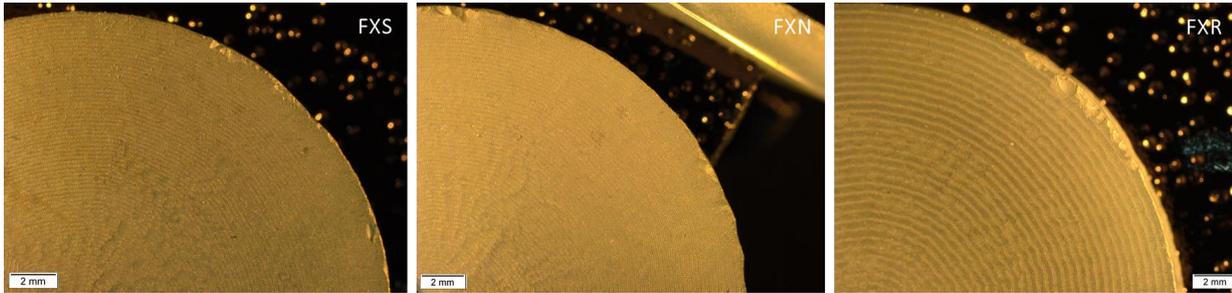


Figura 11. Imagens da superfície dos CPs dos grupos experimentais. Além das linhas circulares concêntricas é possível observar lascamentos localizados nas bordas dos discos.

5.4 Análise da superfície de fratura

A análise dos corpos de prova após a fratura seguiu os princípios de fractografia, e a superfície dos CPs submetida às tensões de tração foi determinada como local de origem da fratura (Figura 12).

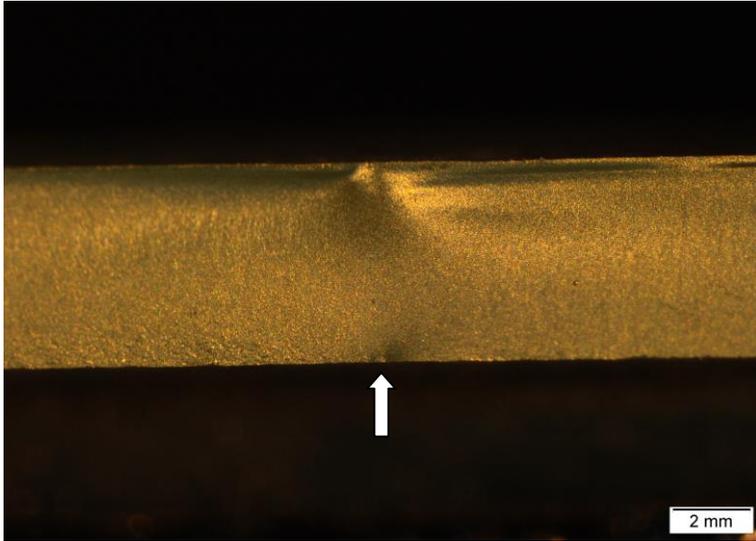


Figura 12. Imagens de fratura da zircônia translúcida no protocolo N (normal). A seta branca indica o local de origem de fratura.

6. DISCUSSÃO

O estudo avaliou a influência de diferentes métodos de usinagem em CAD/CAM na topografia e comportamento mecânico de uma zircônia translúcida. Quanto às características de superfície, o protocolo S, protocolo mais lento, mostrou produzir uma maior rugosidade (R_a e R_q) que o protocolo R (rápido), rejeitando a 1ª hipótese do estudo. O protocolo S tende a prover as restaurações cerâmicas de maior refinamento de detalhes, aumentando o tempo de ação da broca sobre o bloco cerâmico. Neste tempo, o espaçamento entre as passagens da broca é menor, como observado na Figura 11, ou seja, a broca passa mais vezes sobre a superfície da zircônia conferindo maior rugosidade.

Frequentemente, a maior rugosidade de uma cerâmica é acompanhada pelo aumento da população de defeitos superficiais, que podem resultar em diminuição da resistência mecânica (CANDIDO et al., 2018; BOTELHO et al., 2018). No presente estudo, apesar das diferenças de rugosidade, a resistência à flexão e comportamento em fadiga da zircônia translúcida não foram influenciados pelo protocolo de usinagem, aceitando a segunda e terceira

hipóteses do estudo. Possivelmente, os protocolos de usinagem S e N deixaram a superfície com maior rugosidade média, contudo, as mesmas brocas são utilizadas para fresagem e podem gerar população de mais defeitos críticos (mais agudos, que original trincas em locais de tração) semelhante entre os grupos, resultando em comportamento mecânico similar. Em outros estudos reportados pela literatura (BOTELHO et al., 2018; PFEFFERLE, LÜMKEMANN, WIEDENMANN, 2019), o aumento da rugosidade resultou em diminuição da resistência da zircônia pois os defeitos foram introduzidos após a sua sinterização e por métodos de abrasão comumente utilizados em ajustes de contorno e oclusais ou asperização de superfície de cimentação para união aos cimentos resinosos. Esses defeitos originados pela ação de pontas diamantadas ou jateamento de partículas de alumina em zircônia sinterizada tendem a ser mais agressivos que os possíveis defeitos originados por brocas laminadas na zircônia na fase verde (antes da sinterização).

A análise de dados provocados pela fresagem em microscopia ótica mostrou áreas com pequenos lascamentos, possivelmente correspondentes aos locais de ligação dos

sprues. Para remoção das peças cerâmicas dos blocos de usinagem é necessária a secção do local de união da peça com os sprues manualmente, que podem ser realizados com brocas ou pontas diamantadas. A ação dessas pontas nas bordas da peça pode ter originado os lascamentos observados em determinados locais dos corpos de prova. Portanto, a remoção das peças dos sprues deve ser feita com cautela, com brocas semelhantes às utilizadas na usinagem e sob pressão e rotação controlados para evitar a introdução de danos.

Este estudo utilizou corpos-de-prova em formato de discos para isolar o fator protocolo de usinagem de possíveis diferenças de detalhamento anatômico geradas em restaurações em formato de coroas. A influência dos protocolos de usinagem na geometria (refinamento) de corpos de prova anatômicos e seu comportamento mecânico podem ser objetivo de futuros estudos.

7. CONCLUSÕES

Apesar de resultarem em características topográficas diferentes, os protocolos de usinagem em CAD/CAM não influenciam o comportamento de fadiga da zircônia translúcida.

9. REFERÊNCIAS

- ALESSANDRETTI, Rodrigo et al. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. **Dental Materials**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 191–197, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.014>>
- ALRAHEAM, Islam Abd et al. Effect of masticatory simulation on the translucency of different types of dental zirconia. **The Journal of prosthetic dentistry**, United States, 2019.
- BENETTI, Paula et al. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. **Dental Materials**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 554–563, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.02.020>>
- BOTELHO, Michael G. et al. The effect of surface treatments on dental zirconia : An analysis of biaxial flexural strength , surface roughness and phase transformation. [s. l.], n. May, 2018.
- CANDIDO, L. M. et al. Mechanical and Surface Properties of Monolithic Zirconia. [s. l.], p. 119–128, 2018.
- DELLA BONA, Alvaro. **Adesão ás cerâmicas**. 1° ed. São Paulo: 2009, 2009.
- DENRY, I.; KELLY, J. R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 93, n. 12, p. 1235–1242, 2014.
- DENRY, Isabelle; KELLY, J. Robert. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental Materials**, [s. l.], v. 24, n. 3, p. 299–307, 2008.

EDELHOFF, Daniel et al. Metal-free implant-supported single-tooth restorations. Part I: Abutments and cemented crowns. **Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)**, Germany, v. 50, n. 3, p. 176–184, 2019.

FRAGA, Sara et al. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD / CAM ceramics. **Dental Materials**, [s. l.], v. 33, n. 11, p. 1286–1297, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.019>>

JIANG, Han-Peng et al. Comprehensive profiling of ribonucleosides modification by affinity zirconium oxide-silica composite monolithic column online solid-phase microextraction - Mass spectrometry analysis. **Journal of chromatography. A**, Netherlands, v. 1462, p. 90–99, 2016.

KELLY, J. R.; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: Historical evolution and current practice. **Australian Dental Journal**, [s. l.], v. 56, n. SUPPL. 1, p. 84–96, 2011.

KELLY, J. Robert; DENRY, Isabelle. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. **Dental Materials**, [s. l.], v. 24, n. 3, p. 289–298, 2008.

KONTONASAKI, Eleana; GIASIMAKOPOULOS, Panagiotis; RIGOS, Athanasios E. Strength and aging resistance of monolithic zirconia : an update to current knowledge. **Japanese Dental Science Review**, [s. l.], v. 56, n. 1, p. 1–23, 2020. Disponível em:

<<https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.09.002>>

MARCHIONATTI, Ana Maria Estivaleta et al. File-splitting multilayer vs monolithic Y-TZP: Fatigue flexural strength and loading stresses by finite element analysis. **Dental Materials**, [s. l.], v. 35, n. 4, p. e63–e73, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.01.014>>

OTTONI, R.; BORBA, M. Comportamento mecânico e clínico de próteses monolíticas à base de zircônia: revisão de literatura. **Cerâmica**, [s. l.], v. 64, n. 372, p. 547–552, 2018.

PFEFFERLE, Regina; LÜMKEMANN, Nina; WIEDENMANN, Felicitas. Different polishing methods for zirconia : impact on surface , optical , and mechanical properties. [s. l.], 2019.

SAILER, Irena et al. fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates . Part I : Single crowns (SCs) & **Dental Materials**, [s. l.], 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.02.011>>

STAWARCZYK, Bogna et al. Three generations of zirconia : From veneered to monolithic . Part I. [s. l.], v. 48, n. 5, p. 369–380, 2017. a.

STAWARCZYK, Bogna et al. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part II. **Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)**, Germany, v. 48, n. 6, p. 441–450, 2017. b.

TONG, Hui et al. HHS Public Access. [s. l.], v. 42, p. 1077–1085, 2017.

TURP, Volkan; TURKOGLU, Pinar; SEN, Deniz. Influence of monolithic lithium disilicate and zirconia thickness on polymerization efficiency of dual-cure resin cements. **Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry ... [et al.]**, England, v. 30, n. 4, p. 360–368, 2018.

WERTZ, Markus et al. The Influence of Surface Preparation , Chewing Simulation , and Thermal Cycling on the Phase Composition of Dental Zirconia. [s. l.], n. m, p. 1–14, 2021.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R. Novel Zirconia Materials in Dentistry. **Journal of dental research**, United States, v. 97, n. 2, p. 140–147, 2018.

ZUCUNI, Camila Pauleski et al. Influence of finishing/polishing on the fatigue strength, surface topography, and roughness of an yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals subjected to grinding. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, [s. l.], v. 93, p. 222–229, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.02.013>>

ARTIGO À SER SUBMETIDO

Revista: Journal of Prosthetic Dentistry.

EFEITO DO PROTOCOLO DE USINAGEM EM CAD/CAM NO COMPORTAMENTO DE FADIGA DE ZIRCÔNIA TRANSLÚCIDA

Lorencet R^a, Borba M^a, Pizzolatto G^a, Britto V^a, Della Bona A^a, Zhang Y, Benetti P^a.

^a Programa de Pós-Graduação em Odontologia;
Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo
(UPF), Passo Fundo, RS, Brasil.

*Corresponding author:

Dr. Paula Benetti

Post-graduate Program in Dentistry, University of
Passo Fundo.

Campus I, BR 285

Passo Fundo, RS, Brasil. 99001-970

e-mail: paulabenetti@upf.br

RESUMO

Problema. As restaurações de zircônia translúcida podem ser obtidas utilizando diferentes protocolos de usinagem em CAD-CAM. O efeito dos protocolos no comportamento mecânico da zircônia não foi investigado até o momento.

Objetivo. Avaliar o efeito do protocolo de usinagem por CAD/CAM no comportamento de fadiga de uma zircônia translúcida (5Y-PSZ).

Materiais e métodos: Foram produzidos corpos-de-prova (CPs) em CAD/CAM na forma de disco com 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro, seguindo três protocolos de usinagem (n=15): suave (S), normal (N) e rápido (R). Os parâmetros de rugosidade Ra, Rq e Rz de cada grupo foram obtidos por rugosímetro de contato e analisados por Kruskal-Wallis e teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$). Os CPs foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (σ_f) (n=5) e ensaio de fadiga (n=10) em água a 37° C, 60 N, 2 Hz, por $1,5 \times 10^6$ ciclos. O número de ciclos até a falha foi registrado. Os dados de fadiga foram analisados com análise de sobrevivência Kaplan-Meier ($\alpha=0,05$). Os CPs fraturados foram analisados sob microscopia ótica.

Resultados. Quanto à Ra e Rq, o protocolo S obteve o maior valor e o protocolo R obteve o menor ($p=0,001$). A média de σ_f para o grupo S foi de 359,2MPa, para N de 358 MPa e para R de 306 MPa. Os grupos N e R foram testados em fadiga. Não foi observada diferença estatística entre as curvas de sobrevivência dos grupos experimentais ($p=0,444$). O tempo médio de sobrevivência em fadiga para N foi de 790.453 ciclos e para R foi de 892.653 ciclos. A superfície dos CPs submetida às tensões de tração foi determinada como local de origem da fratura.

Conclusão. Concluiu-se que, apesar de resultarem em características topográficas diferentes, os protocolos de usinagem em CAD/CAM não influenciam o comportamento de fadiga da zircônia translúcida.

Palavras-chave: Zircônia Translúcida, CAD-CAM, Rugosidade, Fadiga

SIGNIFICÂNCIA CLÍNICA

Apesar de ter efeito sobre a rugosidade, o protocolo de usinagem rápido resultou em comportamento mecânico semelhante aos outros grupos experimentais. Portanto, sob

esta perspectiva, o tempo de usinagem pode ser reduzido sem que haja prejuízo mecânico das estruturas de zircônia translúcida.

INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas proporcionam restaurações com alta resistência mecânica e estética. As zircônias policristalinas de 1ª geração são compostas basicamente por óxido de zircônia estabilizada por 3mol% de óxido de ítrio para estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente. Essa composição resulta em uma cerâmica com resistência semelhante ao metal, permite maior passagem de luz, contudo é menos translúcida que as cerâmicas vítreas, limitando sua indicação para restaurações multicamada (com cobertura de porcelana).

As restaurações multicamada mostraram-se susceptíveis à fratura precoce da porcelana (MARCHIONATTI et al., 2019; OTTONI; BORBA, 2018; SAILER et al., 2015). Então, para permitir uso monolítico e aumentar a translucidez, foram desenvolvidas novas zircônias com mudanças na sua composição, incluindo alteração no tamanho das partículas de zircônia,

concentração de estabilizadores, como óxido de ítrio, aumento da fase monoclínica e redução da fase tetragonal (ALRAHEAM et al., 2019; ZHANG; LAWN, 2018).

As novas cerâmicas a base de zircônia tiveram alterações na sua composição, uma delas é conteúdo de fase cúbica, o que torna o material mais translúcido, porém ocorre a redução de fase tetragonal, tornando-se menos resistente, devido ao mecanismo de tenacificação dessa última fase (ZHANG; LAWN, 2018).

A terceira geração de zircônias (5Y-PSZ), introduzida no mercado em 2015, é composta de 53% em volume de fase cúbica e é estabilizada com 9.3% vol / 5% mol por óxido de ítrio (STAWARCZYK et al., 2017a). Esse aumento do volume de fase cúbica resultou em maior translucidez e, em estética, é semelhante ao dissilicato de lítio. Porém, o aumento da translucidez foi acompanhado de uma redução significativa na resistência mecânica dessas 5Y-PSZ translúcidas (KONTONASAKI; GIASIMAKOPOULOS; RIGOS, 2020; STAWARCZYK et al., 2017a, 2017b). Quanto mais fase tetragonal, maior resistência por tenacificação induzida por estresse, ao contrário, com o aumento da fase cúbica há melhora da translucidez, contudo

menor transformação de fase por ser uma fase muito estável (WERTZ et al., 2021). Portanto, alguns autores indicam as zircônias de terceira geração para áreas anteriores que exigem maior estética e menos resistência (ALRAHEAM et al., 2019).

Com o avanço dos materiais cerâmicos usináveis, os equipamentos, softwares e protocolos de usinagem estão sendo otimizados, possibilitando, por exemplo, a usinagem e diferentes tempos (suave, normal e rápido) (Dentsply Sirona™, Nova York, EUA), que podem resultar em modificações de topografia ou mesmo introduzir danos de maneira diferente nas restaurações cerâmicas (FRAGA et al., 2017; ZUCUNI et al., 2019).

Foi demonstrado que a tenacidade de uma cerâmica pode estar relacionada à composição e tamanho dos cristais, tipo e concentração dos estabilizadores, comportamento entre as fases e processo de fabricação (Della Bona 2009). Desta forma, é importante o estudo do efeito de mudanças em microestrutura, composição e fresagem do material na resistência à fadiga de um material.

Atualmente, não é claro na literatura o quanto as mudanças microestruturais alteram o desempenho mecânico das novas

zircônias (introdução de danos por usinagem) (OTTONI; BORBA, 2018). Especialmente, informações sobre a influência da velocidade do protocolo de usinagem na topografia e desempenho mecânico das zircônias translúcidas são escassas na literatura (FRAGA et al., 2017; MARCHIONATTI et al., 2019; OTTONI; BORBA, 2018; ZHANG; LAWN, 2018; ZUCUNI et al., 2019).

Portanto, o objetivo do estudo foi avaliar o efeito do protocolo de usinagem no comportamento de fadiga de uma zircônia translúcida. As hipóteses testadas são de que diferentes protocolos de usinagem resultam em 1- parâmetros de rugosidade semelhantes, 2- resistência biaxial semelhantes e 3 – sobrevivência em fadiga semelhantes.

MATERIAIS E MÉTODOS

A zircônia policristalina Ceramill Zolid FX (98 x 12N, Amann Girrbach, Áustria), contendo ZrO_2 , HfO_2 (\leq mol 5%), Y_2O_3 (9,15 – 9,55 mol %) foi selecionada para o estudo.

Corpos-de-prova (CP) em forma de disco foram produzidos com 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro.

Para produção dos CP foi realizado um desenho no programa CAD e usinagem seguindo 3 diferentes protocolos (n=15): suave (S, *precise milling*); normal (N, controle); e o protocolo rápido (R, *fast milling*) (Figura 1). A diferença entre os protocolos é o tempo de usinagem, tipo e número de brocas utilizadas. A fresa 0,5 inicia o processo de fresagem do bloco cerâmico de zircônia na fase verde (Figura 2), seguida pelas fresas 1,0 e 2,5 (Figuras 3 e 4, respectivamente).



Figura 1. Processo de usinagem da zircônia na fase verde.

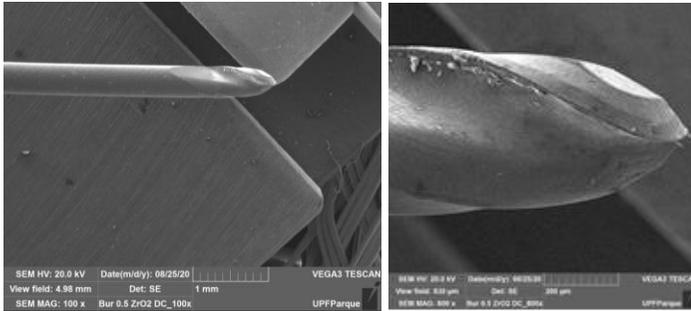


Figura 2. Fresa 0.5 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento.

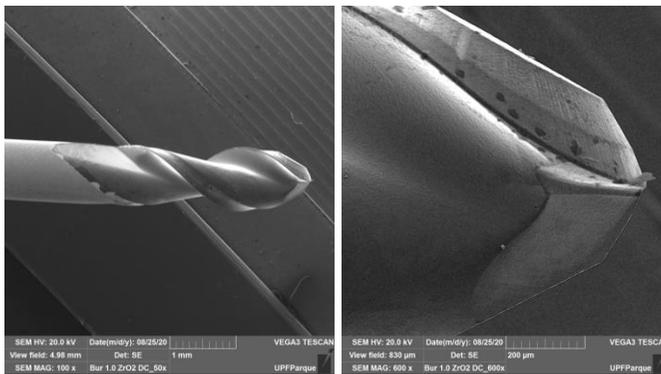


Figura 3. Fresa 1.0 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento

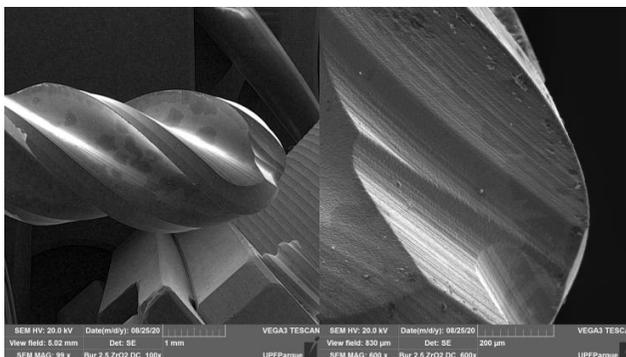


Figura 4. Fresa 2.5 ZrO₂ em 100x (a) e 600x(b) de aumento

Após a usinagem, os CPs foram limpos em banho sônico em água por 180s para remoção de detritos, secos e submetidos ao ciclo de sinterização, seguindo as recomendações do fabricante.

Antes dos testes mecânicos CPs de cada grupo foi analisado para caracterização dos possíveis danos causados pelas fresas em microscópio óptico (50x).

A rugosidade superficial das amostras foi medida por meio de um rugosímetro de contato mecânico (Mitutoyo, SJ-410) com uma ponta de diamante de acordo com a ISO 4287. Foram realizadas duas leituras em cada corpo-de-prova com um percurso de 4 mm, cut-off de 0,8 mm, velocidade de 0,5 mm/min. Foram realizadas 3 leituras em diferentes direções (0, 45 e 90 graus) por corpo de prova.

Os parâmetros utilizados para análise foram de Ra (rugosidade média de um perfil), Rt (distância vertical entre o pico mais elevado e o vale mais profundo), Rz (distância média entre os 5 picos mais altos e os 5 vales mais profundos).

As diferenças de Ra e Rz entre os grupos foram analisadas por *Kruskal-Wallis*, e Rq por Anova e Tukey, com significância de 5%.

Para o teste de resistência à flexão biaxial (piston-on-three-balls, de acordo com a norma ISO 6872:2014), os CPs (n=5) foram posicionados no centro de três esferas de suporte de um dispositivo acoplado à máquina de ensaios universal (Série 23, EMIC, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil). Uma força compressiva gradual foi aplicada com velocidade de 0,5 mm/min por um pistão no centro superior da amostra. Os dados de resistência à flexão foram comparados por ANOVA uma via e Tukey, com significância de 5%.

Com base nos dados de rugosidade e de resistência à flexão biaxial, definiu-se os protocolos de usinagem N (padrão ou controle) e R (rápido) para o ensaio de fadiga. O ensaio de fadiga foi realizado em cicladora mecânica pneumática (BIOPID, Biocycle, número 126), com frequência de 2Hz, em água à 37° C, utilizando a mesma configuração do teste de flexão biaxial. A carga foi definida com base na média de resistência à flexão biaxial como 57N.

O ensaio foi interrompido após 10^2 , 10^3 , 10^4 , 10^5 e 10^6 ciclos e o número de corpos-de-prova que falharam em cada período foi registrado. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando análise de sobrevivência Kaplan-

Meier e teste de comparação de Holm-Sidak ($\alpha=0,05$). Após os testes de flexão biaxial e de fadiga, os CPs foram analisados em microscopia óptica.

RESULTADOS

Os resultados para os grupos experimentais são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Resistência à flexão biaxial e rugosidade da zircônia translúcida nos diferentes grupos experimentais*.

Pr otocolo	Flex ão biaxial (MPa)	Ra (μm)	Rq (μm)	Rz (μm)
S	359,2 A (78,3 \pm 35,0)	1,55 A (1,48 \pm 1,64)	1,97 A (0,24 \pm 0,06)	11,43 A (10,52 \pm 13,21)
N	358,78 A (40,8 \pm 16,6)	1,54 AB (1,29 \pm 1,76)	1,91 AB (0,28 \pm 0,07)	12,04 A (10,88 \pm 13,23)
R	306,45 A (36,1 \pm 16,2)	1,28 B (1,19 \pm 1,34)	1,63 B (0,18 \pm 0,04)	10,69 A (9,36 \pm 11,46)
	Média (DP)	Mediana (Q1 \pm Q3)	Média (DP)	Mediana (Q1 \pm Q3)

* Letras semelhantes na mesma coluna mostram similaridade entre os grupos.

A análise estatística dos dados de resistência à flexão mostrou que as diferenças nos valores médios entre os

grupos não são significativas para excluir a possibilidade de que a diferença seja devido à variabilidade amostral. Portanto, não há diferença estatisticamente significativa ($P = 0,236$).

A rugosidade média (R_a) foi diferente entre os grupos experimentais ($P = <0,001$). O grupo S apresentou maior R_a , o grupo N apresentou R_a intermediária e o R mostrou os menores valores. A rugosidade exponencial quadrática (R_q) foi diferente entre os grupos S e R, e N e R ($P = <0,001$), entretanto S e N mostraram R_q semelhantes. Os grupos experimentais não apresentaram diferenças de rugosidade máxima (R_z) ($P = 0,200$).

Não foram observadas diferenças estatísticas para as curvas de sobrevivência entre os grupos experimentais ($P=0,444$). As curvas de sobrevivência dos grupos experimentais estão apresentadas na Figura 5 e a média do número de ciclos até a falha em fadiga encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2. Média do número de ciclos até a falha por fadiga com respectivos intervalos de confiança (CI 95%) para os grupos.

Grupos	Média de ciclos	CI 95%
---------------	------------------------	---------------

FXN	790.453 a	441.049 – 1.139.857
FXR	892.653 a	492.544 – 1.292.762

*Médias seguidas por letras iguais são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$).

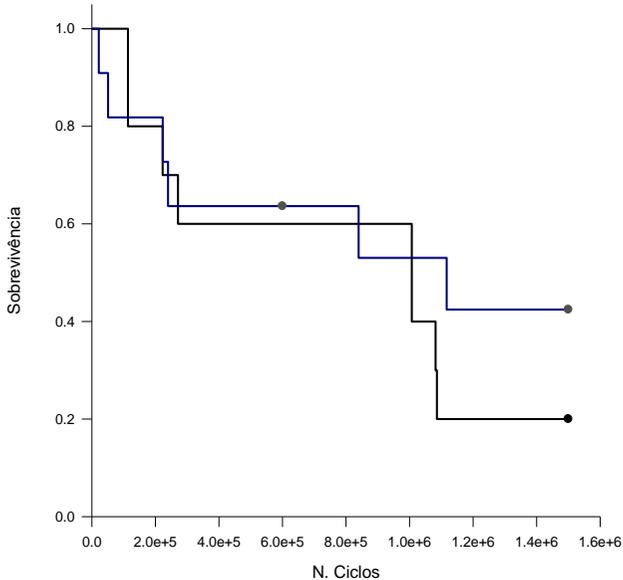


Figura 5. Curvas de sobrevivência dos dois grupos experimentais após fadiga.

Após a usinagem, a superfície dos CPs exibiu ranhuras circulares concêntricas deixadas pelas brocas de usinagem. Além disso, foram observados pequenos lascamentos (chipping) em alguns locais das bordas dos CPs em todos os grupos experimentais (Figura 6).

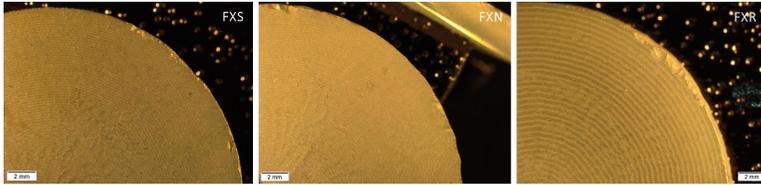


Figura 6. Imagens da superfície dos CPs dos grupos experimentais. Além das linhas circulares concêntricas é possível observar lascamentos localizados nas bordas dos discos.

A análise dos corpos de prova após a fratura seguiu os princípios de fractografia, e a superfície dos CPs submetida às tensões de tração foi determinada como local de origem da fratura (Figura 7).

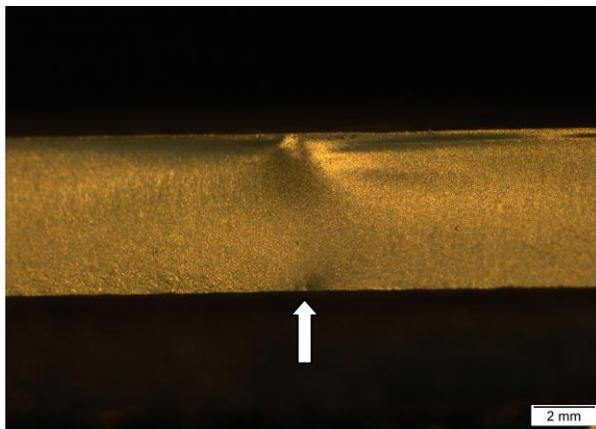


Figura 7. Imagens de fratura da zircônia translúcida no protocolo N (normal). A seta branca indica o local de origem de fratura.

DISCUSSÃO

O estudo avaliou a influência de diferentes métodos de usinagem em CAD/CAM na topografia e comportamento mecânico de uma zircônia translúcida. Quanto às características de superfície, o protocolo S, protocolo mais lento, mostrou produzir uma maior rugosidade (R_a e R_q) que o protocolo R (rápido), rejeitando a 1ª hipótese do estudo. O protocolo S tende a prover as restaurações cerâmicas de maior refinamento de detalhes, aumentando o tempo de ação da broca sobre o bloco cerâmico. Neste tempo, o espaçamento entre as passagens da broca é menor, como observado na Figura 11, ou seja, a broca passa mais vezes sobre a superfície da zircônia conferindo maior rugosidade.

Frequentemente, a maior rugosidade de uma cerâmica é acompanhada pelo aumento da população de defeitos superficiais, que podem resultar em diminuição da resistência mecânica (CANDIDO et al., 2018; BOTELHO et al., 2018). No presente estudo, apesar das diferenças de rugosidade, a resistência à flexão e comportamento em fadiga da zircônia translúcida não foram influenciados pelo protocolo de usinagem, aceitando a segunda e terceira

hipóteses do estudo. Possivelmente, os protocolos de usinagem S e N deixaram a superfície com maior rugosidade média, contudo, as mesmas brocas são utilizadas para fresagem e podem gerar população de mais defeitos críticos (mais agudos, que original trincas em locais de tração) semelhante entre os grupos, resultando em comportamento mecânico similar. Em outros estudos reportados pela literatura (BOTELHO et al., 2018; PFEFFERLE, LÜMKEMANN, WIEDENMANN, 2019), o aumento da rugosidade resultou em diminuição da resistência da zircônia pois os defeitos foram introduzidos após a sua sinterização e por métodos de abrasão comumente utilizados em ajustes de contorno e oclusais ou asperização de superfície de cimentação para união aos cimentos resinosos. Esses defeitos originados pela ação de pontas diamantadas ou jateamento de partículas de alumina em zircônia sinterizada tendem a ser mais agressivos que os possíveis defeitos originados por brocas laminadas na zircônia na fase verde (antes da sinterização).

A análise de dados provocados pela fresagem em microscopia ótica mostrou áreas com pequenos lascamentos, possivelmente correspondentes aos locais de ligação dos

sprues. Para remoção das peças cerâmicas dos blocos de usinagem é necessária a secção do local de união da peça com os sprues manualmente, que podem ser realizados com brocas ou pontas diamantadas. A ação dessas pontas nas bordas da peça pode ter originado os lascamentos observados em determinados locais dos corpos de prova. Portanto, a remoção das peças dos sprues deve ser feita com cautela, com brocas semelhantes às utilizadas na usinagem e sob pressão e rotação controlados para evitar a introdução de danos.

Este estudo utilizou corpos-de-prova em formato de discos para isolar o fator protocolo de usinagem de possíveis diferenças de detalhamento anatômico geradas em restaurações em formato de coroas. A influência dos protocolos de usinagem na geometria (refinamento) de corpos de prova anatômicos e seu comportamento mecânico podem ser objetivo de futuros estudos.

CONCLUSÃO

Apesar de resultarem em características topográficas diferentes, os protocolos de usinagem em CAD/CAM não

influenciam o comportamento de fadiga da zircônia translúcida.

REFERÊNCIAS

- ALESSANDRETTI, Rodrigo et al. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. **Dental Materials**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 191–197, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.014>>
- ALRAHEAM, Islam Abd et al. Effect of masticatory simulation on the translucency of different types of dental zirconia. **The Journal of prosthetic dentistry**, United States, 2019.
- BENETTI, Paula et al. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. **Dental Materials**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 554–563, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.02.020>>
- BOTELHO, Michael G. et al. The effect of surface treatments on dental zirconia : An analysis of biaxial flexural strength , surface roughness and phase transformation. [s. l.], n. May, 2018.
- CANDIDO, L. M. et al. Mechanical and Surface Properties of Monolithic Zirconia. [s. l.], p. 119–128, 2018.
- DELLA BONA, Alvaro. **Adesão ás cerâmicas**. 1° ed. São Paulo: 2009, 2009.
- DENRY, I.; KELLY, J. R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. **Journal of Dental Research**, [s. l.], v. 93, n. 12, p. 1235–1242, 2014.
- DENRY, Isabelle; KELLY, J. Robert. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental Materials**, [s. l.], v. 24, n. 3, p. 299–307, 2008.

EDELHOFF, Daniel et al. Metal-free implant-supported single-tooth restorations. Part I: Abutments and cemented crowns. **Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)**, Germany, v. 50, n. 3, p. 176–184, 2019.

FRAGA, Sara et al. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD / CAM ceramics. **Dental Materials**, [s. l.], v. 33, n. 11, p. 1286–1297, 2017. Disponível em:
<<https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.019>>

JIANG, Han-Peng et al. Comprehensive profiling of ribonucleosides modification by affinity zirconium oxide-silica composite monolithic column online solid-phase microextraction - Mass spectrometry analysis. **Journal of chromatography. A**, Netherlands, v. 1462, p. 90–99, 2016.

KELLY, J. R.; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: Historical evolution and current practice. **Australian Dental Journal**, [s. l.], v. 56, n. SUPPL. 1, p. 84–96, 2011.

KELLY, J. Robert; DENRY, Isabelle. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. **Dental Materials**, [s. l.], v. 24, n. 3, p. 289–298, 2008.

KONTONASAKI, Eleana; GIASIMAKOPOULOS, Panagiotis; RIGOS, Athanasios E. Strength and aging resistance of monolithic zirconia : an update to current knowledge. **Japanese Dental Science Review**, [s. l.], v. 56, n. 1, p. 1–23, 2020. Disponível em:

<<https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.09.002>>

MARCHIONATTI, Ana Maria Estivaleta et al. File-splitting multilayer vs monolithic Y-TZP: Fatigue flexural strength and loading stresses by finite element analysis. **Dental Materials**, [s. l.], v. 35, n. 4, p. e63–e73, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.01.014>>

OTTONI, R.; BORBA, M. Comportamento mecânico e clínico de próteses monolíticas à base de zircônia: revisão de literatura. **Cerâmica**, [s. l.], v. 64, n. 372, p. 547–552, 2018.

PFEFFERLE, Regina; LÜMKEMANN, Nina; WIEDENMANN, Felicitas. Different polishing methods for zirconia : impact on surface , optical , and mechanical properties. [s. l.], 2019.

SAILER, Irena et al. fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates . Part I : Single crowns (SCs) & **Dental Materials**, [s. l.], 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.02.011>>

STAWARCZYK, Bogna et al. Three generations of zirconia : From veneered to monolithic . Part I. [s. l.], v. 48, n. 5, p. 369–380, 2017. a.

STAWARCZYK, Bogna et al. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part II. **Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)**, Germany, v. 48, n. 6, p. 441–450, 2017. b.

TONG, Hui et al. HHS Public Access. [s. l.], v. 42, p. 1077–1085, 2017.

TURP, Volkan; TURKOGLU, Pinar; SEN, Deniz. Influence of monolithic lithium disilicate and zirconia thickness on polymerization efficiency of dual-cure resin cements. **Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry ... [et al.]**, England, v. 30, n. 4, p. 360–368, 2018.

WERTZ, Markus et al. The Influence of Surface Preparation , Chewing Simulation , and Thermal Cycling on the Phase Composition of Dental Zirconia. [s. l.], n. m, p. 1–14, 2021.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R. Novel Zirconia Materials in Dentistry. **Journal of dental research**, United States, v. 97, n. 2, p. 140–147, 2018.

ZUCUNI, Camila Pauleski et al. Influence of finishing/polishing on the fatigue strength, surface topography, and roughness of an yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals subjected to grinding. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, [s. l.], v. 93, p. 222–229, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.02.013>>