

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Larissa Simião da Rocha

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE EXTERNA NA MICROESTRUTURA E
SOBREVIVÊNCIA EM FADIGA DE ZIRCÔNIAS
MONOLÍTICAS**

Passo Fundo

2023

Larissa Simião da Rocha

**INFLUÊNCIA DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE EXTERNA NA MICROESTRUTURA E
SOBREVIVÊNCIA EM FADIGA DE ZIRCÔNIAS
MONOLÍTICAS**

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

Passo Fundo

2023

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

Larissa Simião da Rocha.

Larissa Simião da Rocha, nascida em 17 de julho de 1995 em Passo Fundo, formou-se em Odontologia pela Universidade de Passo Fundo, em 2017. É mestre em Odontologia com Ênfase em Clínica Odontológica pela Universidade de Passo Fundo em 2020. Sua linha de pesquisa é em biomateriais. Atualmente trabalha como cirurgiã-dentista em clínica particular e cursa pós-graduação em prótese dentária.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, à Deus, que entrego minha vida, agradeço pelas graças concedidas, pela força, e por todas as pessoas de bom coração que cruzaram no meu caminho.

A meus pais, Paulo Volmir Moraes da Rocha e Rosimeri Simião da Rocha, por compreender minhas escolhas, apoio, carinho e amor.

Ao meu noivo, Rodrigo Ottoni, que me apoiou em todos os momentos. Me apoiou nas dificuldades, escutou meus lamentos, dividiu as angústias, sempre com uma palavra de conforto para as mais difíceis situações.

A minha orientadora Paula Benetti pelo apoio, pela confiança e paciência. É um privilégio enorme ter sido sua orientada desde os tempos da iniciação científica. Obrigada por tudo!

À CAPES pela concessão da bolsa de doutorado.

Ao prof. Dr. Wladimir Hernandez Flores e prof. Dr. Angélica Daiane Schneider pela ajuda técnica e intelectual sobre difração de raio x.

Ao laboratório Coral, na pessoa do Sr. Ireno Britto pelo apoio técnico na sinterização e aplicação de glaze dos corpos de prova.

Aos professores e funcionários do PPGOdonto, que em todos esses anos me acolheram e me fizeram sentir em casa.

Ao seu Carlos, pelas inúmeras vezes que me ajudou a arrumar a cicladora.

Agradeço imensamente o suporte de todos.

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS.....	9
LISTA DE FIGURAS.....	10
LISTA DE ABREVIATURAS.....	12
RESUMO.....	14
ABSTRACT.....	16
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	23
2.1 Zircônia.....	24
2.2 Tensão residual.....	29
2.3 Tratamentos de superfície.....	31
2.4 Teste de fadiga.....	52
3 PROPOSIÇÃO.....	60
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	61
4.1 Materiais.....	61
4.2 Cálculo amostral.....	62

4.3 Confeção dos discos de zircônia.....	63
4.4 Tratamentos de superfície.....	65
4.5 Análise de rugosidade superficial.....	69
4.6 Comportamento mecânico.....	70
4.7 Análise de XRD: cristalinidade.....	71
5 RESULTADOS	74
5.1 Rugosidade superficial.....	74
5.2 Comportamento mecânico.....	75
5.3 Análise de cristalinidade.....	80
6 DISCUSSÃO.....	87
6.1 Rugosidade superficial.....	87
6.2 Comportamento mecânico.....	88
6.3 Análise de cristalinidade.....	92
7 CONCLUSÕES.....	96
REFERÊNCIAS.....	98
ARTIGO I.....	113
APÊNDICES.....	130

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Descrição dos materiais utilizados, composição e coeficiente de expansão térmica (CET) das cerâmicas.....	62
Tabela 2. Parâmetros de rugosidade média (R_a) e máxima (R_z) obtidas para os grupos experimentais da 3YTZP.....	75
Tabela 3. Parâmetros de rugosidade média (R_a) e máxima (R_z) obtidas para os grupos experimentais da 5YPSZ.....	76
Tabela 4. Número de falhas, média do tempo de sobrevivência em fadiga, mediana e intervalo entre quartis da resistência à flexão biaxial dos grupos (σ_f) experimentais da 3YTZP.....	77
Tabela 5. Número de falhas, média do tempo de sobrevivência em fadiga, intervalos de confiança (IC, 95%), média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais da 5YPSZ.	80

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Desenho esquemático do corte das amostras. (A) Bloco com simulação de corte horizontal e vertical para a confecção de cilindros. (B) Usinagem dos cilindros com a espessura final das amostras. (C) Diâmetro inicial dos discos das amostras.	65
Figura 2. Fluxograma dos grupos experimentais. ZI- 3YTZP, FX-5YPSZ, S- sinterizada, AP- acabamento e polimento e APA- acabamento, polimento e annealing, GE- glaze estratificado GS- glaze spray.....	66
Figura 3. Aplicação de glaze pela técnica pó + líquido. (A) Aplicação do glaze. (B) Amostras posicionadas na base do forno para sinterização.....	67
Figura 4. Aplicação de glaze pela técnica de spray. (A) Aplicação do glaze. (B) Amostras posicionadas na base do forno para sinterização.....	68
Figura 5. Amostras do grupo AP. (A) amostras pintadas com caneta permanente para controle da área tratada. (B) Acabamento com ponta diamantada #2135FF. (C) Aplicação da ponta de borracha azul-clara (D) Aplicação da ponta de borracha azul-escura. (E)Aplicação de pasta de polimento com escova Robson.	69
Figura 6. Amostras dispostas em refratário para o annealing.....	70
Figura 7. Curva de sobrevivência de Kaplan-Meier para os grupos experimentais da 3YTZP.	77
Figura 8. Curva de sobrevivência de Kaplan-Meier para os grupos experimentais da 5YPSZ.	79
Figura 9. Difrátogramas de comparação de amostras 3YTZP não sinterizadas (NS) e sinterizadas (S), com a identificação de fases.....	82
Figura 10. Difrátograma de comparação de amostras 3YTZP sinterizadas (S), acabamento e polimento (FP) e acabamento, polimento e annealing (FPA), com a identificação de fases.....	83
Figura 11. Difrátograma de comparação de amostras 3YTZP sinterizadas (S), glaze estratificado (GE) e glaze spray (GS), com a identificação de fases.	84
Figura 12. Difrátograma de comparação de amostras 5YPSZ não sinterizadas (NS) e sinterizadas (S), com a identificação de fases.....	85

Figura 13. Difratoograma de comparação de amostras 5YPSZ sinterizadas (S), acabamento e polimento (FP) e acabamento, polimento e annealing (FPA), com a identificação de fases.....	86
Figura 14. Difratoograma de comparação de amostras 5YPSZ sinterizadas (S), glaze estratificado (GE) e glaze spray (GS), com a identificação de fases.....	87

LISTA DE ABREVIATURAS

3YTZP: Ytria-tetragonal stabilized zirconia

5YPSZ: Ytria-parcially stabilized zirconia

S: grupo experimental zircônia sinterizada

GS: grupo experimental aplicação de overglaze em spray

GE: grupo experimental aplicação de overglaze técnica estratificada

FP: grupo experimental acabamento com pontas diamantadas #2135FF e polimento com pontas Optrafine®

FPA: grupo experimental acabamento e polimento seguido de ciclo de queima para relaxamento de tensões (*annealing*)

XRD: difração de raios X

CAD-CAM: *computer aided design-computer aided manufacture*

CET: coeficiente de expansão térmica

TP: parâmetro de translucidez

t: zircônia em fase tetragonal

m: zircônia em fase monoclínica

c: zircônia em fase cúbica

°C: graus celsius

LTD: *low temperature degradation*

T_g: temperatura de transição vítrea

MEV: microscópio eletrônico de varredura

H: dureza

E: módulo de elasticidade

N: Newton

Mpa: Megapascal

Hz: hertz

FDPs: próteses parciais fixas

h: horas

min: minutos

SCG: crescimento subcrítico de trincas

MBF: força máxima de mordida

RESUMO¹

Objetivo: analisar as fases cristalinas e a sobrevivência em fadiga mecânica de zircônias 3YTZP (3Y) e 5YPSZ (5Y) após diferentes tratamentos de superfície externa. Materiais e métodos: espécimes em formato de discos (12mm x 1mm) foram divididos nos grupos (n=10): S: sinterização; GS: overglaze spray; GE: overglaze estratificado; FP: acabamento com pontas diamantadas extra-finas e polimento com borrachas abrasivas; e FPA: acabamento e polimento seguido de tratamento térmico (*annealing*). As fases cristalinas foram investigadas por difração de raios X (n=1). Os espécimes foram submetidos à fadiga mecânica com 62N, 2Hz por 10⁶ ciclos. Os espécimes sobreviventes foram submetidos a teste de resistência à flexão biaxial (σ_f) (0.5 mm/min). A sobrevivência dos espécimes foi calculada por Kaplan–Meier e Holm-Sidak ($\alpha = 0,05$), e a σ_f foi comparada por Kruskal-Wallis e One-Way ANOVA ($\alpha = 0,05$). Resultados: FP e GE diminuíram a rugosidade das zircônias, enquanto GS aumentou. O tratamento de superfície não alterou a sobrevivência em fadiga da 3Y, porém FP obteve maior σ_f residual. Para 5Y, FP e FPA mostraram sobrevivência

¹ Larissa Simião da Rocha

inferior aos demais grupos (fratura em fadiga de todos os espécimes). O GE resultou em maior σ_f para a 5Y. A análise cristalográfica das zircônias mostrou predominância de fase tetragonal (t). Observou-se uma intensidade do pico de fase monoclinica (m) para a 3Y antes da sinterização e no grupo FP, tendo uma diminuição para o grupo FPA. Para 5Y, observou-se a fase t. Conclusão: O polimento e o glaze estratificado resultam em menor rugosidade das zircônias. Além disso, o polimento aumentou a resistência flexural residual pós fadiga da 3Y, contudo, diminui a sobrevivência da 5Y em fadiga. O *annealing* após acabamento e polimento reverteu a fase m para t para a 3Y, onde podemos notar um aumento na resistência à fadiga.

Palavras-chave: Ceramica. Zirconia. Polimento dentário. Fadiga. Difração de raio X.

ABSTRACT²

Purpose: to analyze the microstructure and survival in mechanical fatigue of 3YTZP (3Y) and 5YPSZ (5Y) zirconia after different finishing and polishing techniques. Materials and methods: disc-shaped specimens (12mm x 1mm) were divided into groups: S: sintering; GS: overglaze spray; EG: stratified overglaze; FP: finishing with extra-fine diamond bur and polishing with abrasive rubbers; and FPA: finishing and polishing followed by a healing cycle (annealing). The crystalline phases were investigated by X-ray diffraction. The roughness was evaluated. The specimens were submitted to mechanical fatigue with 62N, 2Hz for 10⁶ cycles. The surviving specimens were subjected to a biaxial flexural strength test (σ_f) (0.5 mm/min). Specimen survival was calculated by Kaplan–Meier and Holm–Sidak ($\alpha = 0.05$), and σ_f was compared by Kruskal–Wallis and One-Way ANOVA ($\alpha = 0.05$). Results: FP and GE decreased the roughness of the zirconia, while GS increased. The surface treatment did not alter the fatigue survival of the 3Y, but AP obtained a higher residual σ_f . For 5Y, FP and

² Influence of surface finishing on the microstructure and fatigue survival of monolithic zirconias

FPA showed lower survival than the other groups (fatigue fracture of all specimens). The GE resulted in a higher σ_f for the 5Y. The crystallographic analysis of the zirconia showed a predominance of the tetragonal phase (t). Higher intensity of the monoclinic phase peak (m) was observed for the 3Y before sintering and in the AP group. In the APA there was a decrease in the m phase in relation to the AP. For 5Y, the t-phase was observed, but the m-phase was not detected. Conclusion: Polishing and stratified glaze resulted in less roughness of the zirconia. In addition, polishing increased the residual flexural strength of the 3Y, however, it decreased the survival of the 5Y in fatigue. An increase in the monoclinic phase in the 3Y after finishing and polishing was found, which was reversed after annealing.

Keywords: Dental Polishing. Fatigue. X-Ray Diffraction.

1 INTRODUÇÃO

As restaurações com cerâmica de zircônia (fabricadas em CAD-CAM) possuem adequado desempenho clínico, mostrando longevidade similar às próteses metalocerâmicas (SAILER *et al.*, 2015; PJETURSON *et al.*, 2015). As zircônias de 1ª e 2ª geração (zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizadas por 3mol% de óxido de ítria) são tradicionalmente recobertas com uma camada de porcelana (estratificação) ou unidas à uma cobertura de dissilicato de lítio (técnica CAD-on) para adequação da estética, especialmente, conferir uma maior translucidez das restaurações. No entanto, problemas associados ao desempenho clínico dessas restaurações multicamadas foram relatados, em particular, lascamento e delaminação da porcelana de cobertura (ZHANG *et al.*, 2012; SAILER *et al.*, 2015; PJETURSON *et al.*, 2015; WENDLER *et al.*, 2015; ZHANG e KELLY, 2017; MEIRELLES *et al.*, 2020).

Esse tipo de falha pode estar associada à presença de tensões residuais de tração (deletérias para os materiais cerâmicos) formadas durante o processo de queima devido à incompatibilidade

de coeficientes de expansão térmica (CET), do módulo de elasticidade entre a porcelana e a zircônia (THOLEY *et al.*, 2011; BALDASSARI *et al.*, 2012; BELLI *et al.* 2012; MEIRA *et al.*, 2013; FABRIS *et al.*, 2017; TANAKA *et al.*, 2016; ZHANG e KELLY, 2017), devido à baixa resistência da porcelana, velocidade de resfriamento durante a estratificação, ou devido à transformação de fase da zircônia próximo à interface (BALDASSARI *et al.*, 2012; BELLI *et al.* 2012; SAILER *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2016; ZHANG e KELLY, 2017).

Para contornar os problemas apresentados pelas restaurações de zircônia multicamadas, foram desenvolvidas novas zircônias para uso monolítico (uma camada). A microestrutura e composição da zircônia tradicional (3YTZP) foram modificadas para aumentar sua translucidez, possibilitando adequação das novas zircônias às exigências estéticas das reabilitações odontológicas, com a inclusão de uma fase transparente no produto final para reduzir a opacidade, aumentando o teor de ítria para 4mol% e 5mol% e incorporando mais zircônia cúbica mais opticamente isotrópica (50-80%). As propriedades mecânicas da zircônia são atribuídas, principalmente, à transformação da fase tetragonal (t) para monoclinica (m) induzida por estresses externos, como impacto, desgaste e polimento, resultando em aumento de volume do cristal de aproximadamente 4%. Esse aumento em volume produz tensões de compressão na região da extremidade de

defeito ou trinca, interrompendo ou dificultando a sua propagação (FABRIS *et al.*, 2017), e, em consequência, aumentando sua tenacidade à fratura (tenacificação). Já as tensões residuais de tração podem comprometer o desempenho clínico, levando a uma falha prematura sob altas cargas oclusais e ciclos mastigatórios (TAKOSNAK *et al.*, 2008; BELLI *et al.*, 2013; BENETTI *et al.*, 2014).

Após a fresagem, as restaurações são liberadas dos seus sprues manualmente por pontas diamantadas e sinterizadas em fornos específicos. As restaurações podem ser finalizadas com polimento ou aplicação de vidro de baixa fusão (overglaze) para adequação de lisura superficial e de cor. Porém, as restaurações monolíticas ou multicamadas são provadas e ajustadas clinicamente com pontas diamantadas, para adequação do assentamento, contatos proximais e oclusais. Frequentemente, os ajustes removem a camada de glaze e promovem aumento da rugosidade superficial, que deve ser ajustada às exigências clínicas por meio de polimento (FRAGA *et al.*, 2017; ZUCUNI *et al.*, 2017; ZUCUNI *et al.*, 2019a; KAIZER *et al.*, 2019). Porém, comparando diferentes sistemas de polimento associados ou não ao acabamento encontrou-se que todas as técnicas aumentam o conteúdo de fase m (ZUCUNI *et al.*, 2019a). A tensão induzida pelo acabamento e polimento das superfícies da zircônia pode resultar em impacto na sua microestrutura (transformação de fase

tetragonal para monoclínica e destacamento de cristais), gerando tensões residuais na superfície (complexo de tração e compressão de magnitude variável) que podem ter influência no desempenho mecânico das cerâmicas em fadiga (GUAZZATO *et al.*, 2005; JING *et al.*, 2014). A transformação de fase ($t \rightarrow m$) também pode ocorrer à medida que a zircônia envelhece em um processo conhecido como degradação de baixa temperatura (LTD), aumentando sua rugosidade superficial devido à medida que os grãos de expandem e empurram uns contra os outros (LUCAS *et al.*, 2015). A realização da etapa de acabamento com pontas diamantadas é controversa (ZUCUNI *et al.*, 2017; ZUCUNI *et al.*, 2019a). O polimento é adequado para diminuir as irregularidades causadas pelo acabamento com pontas diamantadas (ZUCUNI *et al.* 2017; ZUCUNI *et al.* 2019a), prevenir a propagação de trincas e aumentar a resistência à fadiga (ZUCUNI *et al.*, 2017). Alguns autores recomendam o tratamento térmico (*annealing*) para transformação da fase monoclínica induzida por tensão novamente em fase tetragonal, promoção de relaxamento (redução) de tensões residuais e aumentar a confiabilidade do material (FISHER *et al.*, 2005; HO *et al.*, 2009; PEREIRA *et al.*, 2016; HATANAKA *et al.*, 2016; RYAN *et al.*, 2017).

Segundo Amer *et al.* (2014) e Stawarczyk *et al.* (2016), uma superfície oclusal de zircônia altamente polida pode resultar em desgaste do esmalte antagonista muito reduzido em comparação a

quando é aplicado o glaze sobre a zircônia. Portanto, o glaze pode ser usado para fins estéticos nas paredes axiais da coroa, mas preferencialmente a superfície oclusal deve ser cuidadosamente polida e mantida sem glaze (LOHBAUER E REICH, 2017). Contudo, ainda são escassas as comparações e avaliações dos efeitos de tipos de glaze, acabamento, polimento e *annealing* na sobrevivência à fadiga das diferentes zircônias.

2 REVISÃO DE LITERATURA

As cerâmicas são usadas para tratamentos estéticos, porém podem apresentar problemas mecânicos, especialmente fraturas de parte ou de toda a restauração. A fim de reduzir o risco de fratura, materiais cerâmicos têm sido reforçados com leucita, dissilicato de lítio, silicato de lítio, zircônia e alumina, aumentando a resistência à fratura das restaurações (ZHANG *et al.*, 2009; CAMPOS *et al.*, 2015). Segundo Campos *et al.* (2015), o primeiro critério para determinar a utilização de um dado material restaurador é que as propriedades mecânicas devem ser adequadas para suportar as forças de mastigação e proteger a estrutura do dente remanescente.

As cerâmicas com alto conteúdo cristalino foram introduzidas na odontologia com o objetivo de possibilitar o uso em regiões submetidas a maiores forças oclusais. Com o aumento do conteúdo cristalino, especialmente zircônia, houve uma perda significativa em translucidez e estética (DELLA BONA, 2009). Por isso, atualmente, o principal objetivo da comunidade científica é produzir uma zircônia resistente que possa oferecer aparência

estética adequada e desempenho confiável nas aplicações odontológicas.

2.1 Zircônia

Segundo Della Bona (2009) a zircônia é um material interessante devido as suas propriedades (altos valores de resistência, alta tenacidade a fratura, dureza, resistência ao desgaste, isolamento elétrico, baixa condutividade térmica, resistência à corrosão, módulo de elasticidade semelhante ao aço, coeficiente de expansão térmica semelhante ao ferro, pequenos cristais que possibilita um excelente acabamento), e possui uma característica única, que dificulta a propagação de trincas. Dessa forma, a zircônia tetragonal estabilizada com ítria (3YTZP) tornou-se a cerâmica base para restaurações protéticas (DENRY e KELLY, 2008).

As propriedades da zircônia são definidas por alguns fatores, incluindo transformação de fase, composição, do tamanho e forma das partículas, tipo e quantidade dos óxidos estabilizadores, da interação da zircônia com outras fases e do processo de fabricação (HANNINK *et al.*, 2000; DELLA BONA, 2009, ZHANG *et al.*, 2018; PEREIRA *et al.*, 2023). A zircônia possui três fases principais: monoclinica (m) - à temperatura ambiente; tetragonal (t) - acima de 1.170°C; e cúbica (c) - acima

de 2.370°C, no qual permanece até atingir seu ponto de fusão de 2.680°C (PICONI, 1999; HANNINK *et al.*, 2000; DENRY *et al.*, 2008; DELLA BONA, 2009; PEREIRA *et al.*, 2023). As propriedades mecânicas da zircônia são devidas, principalmente, à transformação da fase $t \rightarrow m$. Esta transformação pode ser induzida por estresses externos, como impacto, desgaste e polimento, resultando em aumento de volume de aproximadamente 4%, que produz força de compressão na região da extremidade da trinca, interrompendo ou dificultando a sua propagação. Assim, a trinca precisa superar esse obstáculo para se propagar, aumentando a tenacidade de fratura da zircônia quando comparada com outras cerâmicas (DELLA BONA, 2009).

Apesar da YTZP apresentar um mecanismo de tenacidade que melhora suas propriedades mecânicas, este pode resultar em um comportamento indesejável: a *low temperature degradation* (LTD) e problemas de compatibilidade com a cerâmica de cobertura geralmente associados à taxa de elevação de temperatura e resfriamento durante a sinterização (DELLA BONA, 2009). A LTD é a principal desvantagem da zircônia, ela é definida como a transformação espontânea que ocorre ao longo do tempo em baixas temperaturas e na presença de fluidos quando a transformação não é desencadeada pelo estresse local produzido na ponta de uma trinca em avanço (LUGHI e SERGO, 2010; LUCAS *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2018; JEONG *et al.*, 2021). Muitos fatores afetam

o LTD, como: o tipo e o conteúdo do estabilizador, a tensão residual e o tamanho do grão (AHMED *et al.*, 2019).

A primeira geração de YTZP, a 3YTZP, consiste em 3mol% (5,2% em peso) de dopantes Y_2O_3 e 0,25% em peso de Al_2O_3 . O conteúdo de fase cúbica é de 6 a 12%. Possui uma translucidez baixa (TP = 16 a 31), com um tamanho de grão de 0,5 a 0,7 μm , alta tenacidade à fratura (9-10 $Mpa \cdot m^{1/2}$), alta resistência à flexão (900-1200 MPa) e módulo de Young de 210 GPa à temperatura ambiente (DELLA BONA, 2009; STAWARCZYK *et al.*, 2016; ZHANG e KELLY, 2017; MAO *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2018; AHMED *et al.*, 2019). E, são indicadas principalmente para infraestruturas de coroas e próteses dentárias fixas nas regiões posterior e anterior (ZHANG *et al.*, 2018). Porém, devido a sua baixa translucidez, apresenta graves deficiências estéticas (PECHO *et al.*, 2015; ZHANG e KELLY, 2017). Principalmente quando se coloca uma prótese parcial fixa de curto espaço coroa anterior na presença de dentes naturais. Nesse caso, a reflectância e a dispersão da luz não parecem naturais. Por esse motivo, se torna necessário um desgaste maior na estrutura dental a fim de criar espaço para uma porcelana feldspática cobrir a infraestrutura (BENETTI *et al.*, 2010; PECHO *et al.*, 2012; ZHANG *et al.*, 2017).

Segundo Sailer *et al.* (2015), as próteses unitárias bicamada (zircônia + porcelana) possuem uma sobrevivência estimada em dentes anteriores de 98,5% (97,7 - 99,1%) e em

posteriores 95% (92,6 - 96,7%) em 5 anos de observação. E para próteses parciais fixas, Pjetursson et., (2015) mostrou que há uma queda nessa sobrevivência, sendo de 90,4% (84,8 – 94%) tanto para anterior quanto para posterior.

Problemas associados ao desempenho clínico de próteses dentárias fixas foram relatadas, em particular, lascamento da porcelana de cobertura (bicamada) (BELLI *et al.* 2012; ZHANG *et al.*, 2012; SAILER *et al.*, 2015; PJETURSON *et al.*, 2015; WENDLER *et al.*, 2015; ZHANG e KELLY, 2017; MEIRELLES *et al.*, 2020). Esse tipo de falha é associada a presença de tensões residuais de tração deletérias, formadas durante o processo de queima devido à incompatibilidade no CET e no módulo de elasticidade entre a porcelana e a zircônia (THOLEY *et al.*, 2011; BALDASSARI *et al.*, 2012; BELLI *et al.* 2012; MEIRA *et al.*, 2013; FABRIS *et al.*, 2017; TANAKA *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2017), devido à baixa resistência da porcelana, a um resfriamento insuficiente durante a estratificação, ou devido a transformação de fase da zircônia próximo a interface (BALDASSARI *et al.*, 2012; BELLI *et al.* 2012; SAILER *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2016; ZHANG e KELLY, 2017). A elucidação dos mecanismos de fratura e deformação nesses materiais é, portanto, a chave para a vida útil prolongada das restaurações confeccionadas com zircônia (ZHANG *et al.*, 2019).

Com o intuito de aumentar a resistência a LTD aprimorar as propriedades ópticas, a YTZP tem sido aprimorada, resultando em outras gerações de materiais:

2º geração (3YTZP): consiste em 3mol% de Y_2O_3 , não possui auxiliar de sinterização (0,25% em peso de Al_2O_3), pois esse é eliminado à temperatura e/ou duração da sinterização são aumentadas. O tamanho de grão foi diminuído e consequentemente a transmissão de luz e estética foram melhoradas (TP=31), apresenta uma força biaxial de 900 a 1150 Mpa (STAWARCZYK *et al.*, 2016; ZHANG e KELLY, 2017; PEREIRA *et al.*, 2023). O YTZP monolítico deve de fato atender à demanda estrutural para aplicações posteriores. No entanto, possui dureza e módulo de elasticidade muito mais altos quando comparados aos do esmalte natural, o que pode causar desgaste excessivo da dentição oposta quando não polida adequadamente (ZHANG *et al.*, 2010). Essa zircônia ainda é insuficientemente estética para uso como monolíticas na zona anterior, mas pelo menos abriram o caminho para melhorias adicionais (ZHANG *et al.*, 2018).

3º geração (4-5YPSZ): A próxima etapa no desenvolvimento de zircônia monolítica veio com uma mudança para incluir alguma fase transparente no produto final para reduzir a opacidade. Isto foi conseguido usando um teor de ítria mais alto para produzir zircônias parcialmente estabilizadas, 4mol% (4YPSZ) ou 5mol% (5YPSZ). Ela incorpora zircônia cúbica mais

opticamente isotrópica (50-80%), e tem um tamanho de grão de 1 a 4 μm e a temperatura de sinterização e/ou duração são aumentadas mais do que a segunda geração (MAO *et al.*, 2018). No entanto, a zircônia cúbica é mais fraca e mais frágil do que a tetragonal, reduzindo a resistência desse material (resistência biaxial de 450 a 740 MPa). Segundo Zhang *et al.* (2016), as zircônias com maior teor de fase cúbica são menos suscetíveis ao envelhecimento, uma vez que essa fase não sofre transformação. A translucidez é aumentada para TP = 30 a 43 (ZHANG *et al.*, 2016; STAWARCZYK *et al.*, 2016; MAO *et al.*, 2018; ZHANG & LAWN, 2019; AHMED *et al.*, 2019). Nessa geração, pode-se observar que uma maior resistência ao LTD foi observada (ZHANG & LAWN, 2019). As coroas monolíticas de zircônia (5YPSZ) fornecem maior confiabilidade, melhor estabilidade a longo prazo e menor sensibilidade aos efeitos do envelhecimento e da fadiga que as vitrocerâmicas, o que pode ser vantajoso em condições clínicas (WEIGL *et al.*, 2018).

2.2 Tensão Residual

Segundo Lu *et al.* (1996), as tensões residuais ocorrem em um corpo sem que sobre ele estejam agindo quaisquer forças externas, podendo ser benéficas (compressão) ou deletérias (tração) às estruturas. Elas se classificam de acordo com sua

amplitude de atuação: macroscópicas (se manifestam ao longo de vários grãos do material ou por toda sua espessura) ou microscópicas (se manifestam através de um grão, ou parte dele, entre fases ou grãos dispersos em uma matriz). O estudo das tensões residuais macroscópicas visa uma melhor compreensão da influência do tipo de resfriamento e do efeito das propriedades termomecânicas do material (THOLEY *et al.*, 2011; BENETTI *et al.*, 2013).

Segundo Lu *et al.* (1996) e Sutério *et al.* (2005), existem várias técnicas de medição das tensões residuais, e elas podem ser divididas de acordo com o dano que causam nas amostras durante a aplicação: destrutivas, semi-destrutivas e não-destrutivas. (1) Destrutivas: são as técnicas que, para colherem informação de deformação suficiente para a análise de tensões residuais existentes, comprometem ou impossibilitam o uso do espécime. (2) Semi-destrutivas: introduzem danos na amostra, porém, esses danos não comprometem a integridade ou a utilização. (3) Não-destrutivas: não produzem nenhum dano na amostra para medição de tensão residual.

Uma técnica, não-destrutiva, muito utilizada é a difração de raio X (XRD). Esse método é utilizado para determinar ou confirmar a presença de uma fase cristalina (DELLA BONA, 2009; BALDASSARI *et al.*, 2012). Segundo Sutério (2005), a medição com XRD limita-se a camadas muito próximas à superfície, por ter

um custo elevado e pouca portabilidade. A difração baseia-se na lei de Bragg, que relaciona a distância interplanar de um determinado conjunto de planos (hkl) com a difração de ângulo (θ). As tensões residuais mudam os picos de reflexão, que são medidos em comparação com os de uma amostra de referência isenta de tensão.

A presença de um estado de tensões faz com que estas distâncias variem, devido à deformação elástica. Se a tensão aplicada for de tração, as distâncias entre planos perpendiculares a estas aumentarão, enquanto para os planos paralelos ao campo de tensões, essas distâncias vão diminuir, se esta variação nas distâncias interplanares puder ser medida, então se tem uma indicação da deformação e, conseqüentemente, do campo de tensões residuais atuantes. Utilizando XRD, é possível realizar análise pelo método de Williamson-Hall (W-H) ou o $\sin^2\psi$. O método de Williamson-Hall (W-H) utiliza valores obtidos de uma única incidência de raios-X sobre as amostras bicamadas (com deformação/tensão residual originada das diferenças entre CETs) e os compara com um padrão monolítico. No $\sin^2\psi$, várias incidências de raios-X são realizadas em angulações (offsets) diferentes das amostras, possibilitando a leitura da deformação de cristais em suas potencialmente variadas posições.

2.3 Tratamentos de superfície

As próteses de zircônia são confeccionadas usando CAD/CAM. A fabricação ocorre através de blocos de zircônia parcialmente sinterizadas que são produzidas em um estado poroso ou blocos densamente sinterizados por meio de prensagem isostática a quente (DELLA BONA, 2009; AHMED *et al.*, 2019). A usinagem com blocos densamente sinterizados pode produzir restaurações com melhor adaptação, porém esse processo é demorado. Por outro lado, o uso de blocos parcialmente sinterizados aumenta a eficiência do processo de usinagem. Nesse caso, o sistema CAD/CAM produz peças 20 a 25% maiores para compensar a contração de sinterização, garantindo a precisão das restaurações (TINSCHERT *et al.*, 2004; AHMED *et al.*, 2019)

O método de sinterização mais comum para a zircônia usa fornos convencionais a temperaturas entre 1350°C e 1600°C e tempos de espera que variam de 2 a 4h. Os fornos de sinterização convencionais incluem fornos atmosféricos com aquecimento resistivo, mas também utilizam prensagem a quente e pressão isostática a quente (AHMED *et al.*, 2019). Um protocolo alternativo de sinterização de zircônia recomendado pelos fabricantes que utilizam fornos convencionais é um protocolo de sinterização de “velocidade” rápida (1500-1600°C por 30 min), que economiza tempo e é mais econômico (AHMED *et al.*, 2019).

Após a confecção da restauração de zircônia em CAD/CAM, essa recebe uma fina camada de um material à base de

sílica de baixa fusão (material vítreo - glaze) em sua superfície externa (ZUCUNI *et al.*, 2019b). A aplicação do glaze consiste em um mecanismo de preenchimento, penetrando nas ranhuras, microtrincas e porosidades existentes na superfície, levando a uma maior lisura e menos defeitos na superfície (ANUSAVICE E PHILLIPS, 2003).

A diferença de composição e microestrutura do glaze e da zircônia podem gerar efeitos no comportamento mecânico, como uma introdução das tensões residuais e aumento da probabilidade de falha devido às diferenças nos CET entre eles (DEHOFF *et al.*, 2008; ZUCUNI *et al.*, 2017). Como também, o glaze pode ser rapidamente perdido por desgaste, expondo a superfície áspera da zircônia, levando ao risco de desgaste do dente antagonista. Além disso, os materiais altamente vítreos (como o glaze) apresentam resistência muito baixa, podendo prejudicar o desempenho mecânico de materiais à base de YTZP quando glazeados e submetidos à carregamento mecânico (ZUCUNI *et al.*, 2019b).

Existem três técnicas para a aplicação de glaze, destas, duas são as mais utilizadas: Aplicada com pincel (pó + líquido) e spray. A técnica aplicada com pincel gera uma camada com muitos defeitos internos, apesar de apresentar uma superfície externa homogênea. Esses defeitos internos podem atuar como fatores de concentração de tensões e contribuir para uma maior chance de falha proveniente da interface glaze/cerâmica (ZUCUNI *et al.*,

2017). Já a técnica de aplicação com spray, parece ter um aspecto mais homogêneo, pois reduz a quantidade de defeitos na superfície através de uma camada de glaze mais fina e homogênea (CHUN *et al.*, 2017).

Clinicamente, as restaurações necessitam de ajustes para melhorar o perfil de emergência e as relações oclusais/proximais. Esse procedimento, muitas vezes é realizado com pontas diamantadas de variadas granulações (grossa, média, fina e extra-fina), que remove a camada de glaze e aumenta sua rugosidade superficial. Esse ajuste pode variar de acordo com pressão, temperatura, tipo de granulação da ponta diamantada para polimento e propriedades do material a ser polido (ARAVIND *et al.*, 2013; BOAVENTURA *et al.*, 2013, PEREIRA *et al.*, 2016; GUILARDI *et al.*, 2017; LUDOVICHETTI *et al.*, 2019). Os tratamentos de superfície podem levar à introdução de defeitos que diminuem a resistência (ZHANG e KELLY, 2017).

Uma superfície rugosa tem várias implicações clínicas, como o desgaste do dente oposto ou de materiais restauradores, propriedades ópticas alteradas, estética ruim, retenção de microrganismos orais e baixa resistência à flexão (KOSMAC *et al.*, 1999; ARAVIND *et al.*, 2013; BOAVENTURA *et al.*, 2013; BRUNOT-GOHIN *et al.*, 2013; SILVA *et al.*, 2015; KOK *et al.*, 2017; MORES *et al.*, 2017; LUDOVICHETTI *et al.*, 2019).

Para reduzir as desvantagens do acabamento, a literatura nos mostra que os procedimentos de polimento são obrigatórios para reduzir a rugosidade superficial e evitar danos ao desempenho mecânico, e podem ser: reglaze (reaplicação de glaze) e polimento no laboratório ou no consultório (PREIS *et al.*, 2015; ARAVIND *et al.*, 2013; BOAVENTURA *et al.*, 2013; AKAR *et al.*, 2014; LAWSON *et al.*, 2014; SILVA *et al.*, 2014; EMSLANDER *et al.*, 2015; SILVA *et al.*, 2015; PREIS, *et al.*, 2015; VROCHARI *et al.*, 2015; SAIKI *et al.*, 2016; ALAO *et al.*, 2017; MOHAMMADIBASSIR *et al.*, 2017; MOTA *et al.*, 2017; MORES *et al.*, 2017; ZUCUNI *et al.*, 2017; YOON *et al.*, 2017; ALP *et al.*, 2018; MATZINGER *et al.*, 2018; VICHI *et al.*, 2018; LUDOVICHETTI *et al.*, 2019; ZUCUNI *et al.*, 2019a, ZUCUNI *et al.*, 2019b). Um tratamento de polimento pode remover a tensão residual induzida pelo ajuste prévio. No entanto, dependendo dos detalhes de polimento, algumas técnicas podem até mesmo induzir tensão residual na região da superfície (HO *et al.*, 2009).

Segundo Amer *et al.* (2014) e Stawarczyk *et al.* (2016), uma superfície oclusal de zircônia altamente polida pode resultar em desgaste muito reduzido do esmalte antagonista, quando comparado aquele causado por zircônia glazeada. Portanto, o glaze pode ser usado para fins estéticos nas paredes axiais da coroa, e a superfície oclusal deve ser cuidadosamente polida e deixada sem glaze (LOHBAUER E REICH, 2017). O comportamento do

desgaste de qualquer material é um fenômeno complexo e pode ser afetado por muitos fatores, incluindo a textura da superfície (tratamentos da superfície) e a diferença nas propriedades mecânicas e elásticas dos materiais utilizados (AHMED *et al.*, 2019).

O estudo de Gaonkar *et al.* (2020) foi realizado para investigar a eficiência de dois diferentes sistemas de polimento disponíveis comercialmente na redução da rugosidade da superfície de uma zircônia monolítica após ajuste clínico e compará-los com zircônia glazeada. Discos de uma zircônia monolítica foram fresados medindo 10mm x 2mm (N = 25). Após, as amostras foram divididas em: G1 – acabamento com uma ponta diamantada F; G2 – Glaze; G3 – acabamento e polimento com o kit de polimento e Zr; G4 acabamento e polimento com kit de polimento Optrafine; e G5 – acabamento e glaze. Uma análise de rugosidade superficial (Ra) foi realizada, e não foi encontrada diferença estatística significativa entre os grupos para Ra ($P < 0,05$), sendo menor valor de Ra encontrado no G4. Na análise de topografia da superfície as amostras do grupo G4 apresentaram uma superfície mais homogênea em comparação com os outros grupos em estudo.

Al Hamad *et al.* (2019) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar e comparar a rugosidade superficial e a topografia superficial de diferentes tipos de restaurações à base de zircônia em

várias etapas de acabamento e polimento. 60 discos de 3YTZP e 15 discos de 5YPSZ (8mm x 2 mm) foram fresados. 45 amostras de 3YTZP receberam uma aplicação de porcelana feldspática (VM9, PM9 e Triluxe Forte). Obtendo 5 grupos experimentais (n=15), que receberam uma camada de glaze estratificado. Foi realizado acabamento e polimento simulando os ajustes clínicos e a rugosidade superficial foi realizada antes e depois da camada de glaze e em cada etapa do polimento através de um perfilômetro. E uma análise SEM foi realizada. A rugosidade da superfície de discos de zircônia monolíticos e em camadas foi melhorada por meio de procedimentos de acabamento e polimento; entretanto, apenas a zircônia 3YTZP foi capaz de atingir o nível de rugosidade superficial do estágio com glaze. O tipo de polimento afetou a rugosidade da superfície da cerâmica ajustada, com a zircônia monolítica apresentando menor rugosidade da superfície do que a zircônia em camadas. O uso de uma pasta de polimento de diamante com a zircônia monolítica ou em camadas não proporcionou melhora significativa na lisura da superfície.

Mao *et al.* (2018) realizaram um estudo com o objetivo de elucidar os efeitos de cores, abrasão a ar e polimento na resistência à flexão da zircônia 5YPSZ infiltrada por vidro. Discos de zircônia foram confeccionados e sinterizados para analisar a influência de tratamentos de superfície nas propriedades ópticas e mecânicas e para investigar o efeito da infiltração de vidro nas propriedades

mecânicas e ópticas do 5YPSZ. A fase cristalina foi caracterizada por XRD com radiação Cu K α filtrada por níquel, operando a 45 kV e 40 mA. As varreduras foram realizadas no intervalo 2 θ de 25° a 80° a uma taxa de varredura de 0,2°/min e um tamanho de passo de 0,02°. O parâmetro de translucidez (TP) e a taxa de contraste (CR) foram avaliados por um colorímetro dental calibrado. Verificou-se que a microestrutura subsuperficial de 5YPSZ infiltrada com várias composições de vidro era muito semelhante. A análise de XRD não mostrou que a abrasão a ar nem a infiltração de vidro alteraram significativamente o conteúdo de t e c em 5YPSZ. Em todos os casos, nenhuma fase m foi observada. O 5YPSZ foi mais translúcido, mas também muito mais fraco em relação ao 3YTZP. Várias modificações de superfície tiveram impactos profundos na resistência e na translucidez, a infiltração por vidro aumentou a resistência, apenas a abrasão a ar reduziu resistência em relação ao controle. No entanto, a infiltração de vidro (582 MPa) produziu um aumento de 25% na resistência em relação ao 5YPSZ polido (467 MPa), que era 70% mais forte que seu equivalente não-infiltrado (324 MPa). A infiltração de vidro na superfície produz uma superfície rica em vidro, que diminui o módulo elástico. Essa estrutura graduada não apenas melhora a resistência à flexão e facilita uma união do cimento resinoso, mas também fornece opções de cores e retém a translucidez do 5YPSZ.

Chen and Zeng (2022) realizaram um estudo para comparar a influência de e duração de aplicação de diferentes sistemas de polimento na rugosidade da superfície e estrutura cristalina da zircônia. 48 discos foram fresados na dimensão de 10mm x 2mm e, antes do tratamento de superfície, um espécime foi submetido à análise XRD para obtenção do padrão de difração. Foi realizado polimento e aplicação de glaze em laboratório em todas as amostras, obtendo o grupo GL – controle (n = 6), após foi realizado um degaste com ponta diamantada, obtendo o grupo GR – acabamento sem polimento. Após foram divididas nos grupos experimentais de acordo com o tipo de sistema de polimento (Youdent e Toboom) e o tempo de aplicação, sendo: Y20, Y40, Y60, T20, T40 e T60. Um perfilômetro foi utilizado para verificar a rugosidade da superfície das amostras, que foram analisadas por MEV e XRD. O grupo GR apresentou a maior rugosidade, a rugosidade dos espécimes polidos por 20s foi significativamente maior do que para os polidos por 40s e 60s. Não houve diferença estatística para 40 se 60s. A rugosidade nos grupos Y40 e Y60 foi significativamente maior do que nos grupos T40 e T60. Em análise MEV, o grupo GL apresentou uma superfície lisa e formato regular e não foram observados defeitos críticos. No entanto, o grupo GR apresentou uma superfície rugosa e forma irregular. Após o polimento, os riscos na superfície dos espécimes apresentaram uma tendência decrescente, apresentando-se mais lisa com o aumento

da duração de polimento. Para a análise de XRD, os resultados mostraram que não houve transformação de fase. Com isso, conclui-se que quando a duração do polimento atinge 60s em cada etapa, o melhor efeito de polimento pode ser obtido sem afetar a estrutura da fase cristalina da superfície da amostra.

Zucuni *et al.* (2017) realizaram um estudo que avaliou e comparou o efeito de diferentes tratamentos pós-processamento sobre a resistência à fadiga, características da superfície e transformação de fase de uma cerâmica 5YPSZ. Discos foram confeccionados para testes de resistência à flexão biaxial (1,2 mm de espessura), em seguida, foram aleatoriamente divididos em: CTRL - controle; GR - broca diamantada grossa (#3101G); POL - brocas diamantada fina (#3101F) e extrafinas (#3101FF) e polimento (Optrafine®); GL – Aplicação de uma camada de vidro; HT - O tratamento térmico é proposto pelos fabricantes para remover qualquer tensão residual potencial introduzida pelo processamento; GR + POL: broca diamantada grossa (#3101G), brocas diamantada fina (#3101F) e extrafinas (#3101FF) e polimento (Optrafine®); POL + HT: polimento e tratamento térmico; POL + GL: polimento e aplicação de glaze; GR + HT: desgaste e tratamento térmico; GR + GL - desgaste e glaze. Foi avaliada a rugosidade da superfície com um profilômetro específico (n = 5), com λC 0,8 mm e λS 2,5 μm . XRD foi realizada considerando o intervalo angular de 24-35° com um tamanho de

passo de $0,03^\circ$ para cada segundo. Três amostras de cada grupo foram submetidas a um teste monotônico de flexão biaxial em uma máquina de teste universal. Posteriormente, um teste de fadiga ($n = 20$) foi executado pelo método *staircase*, por 20.000 ciclos a 6HZ. A carga inicial consistia em 60% da média da resistência à flexão, e o tamanho do passo foi considerado como 5% da média da força inicial calculada para o teste de fadiga. O acabamento cria uma superfície irregular da topografia e o tratamento térmico não promove mudanças relevantes nesse padrão. O polimento e o glaze demonstram um potencial para diminuir as irregularidades, atingindo uma superfície mais lisa. Quando o polimento e o glaze foram combinados, houve uma tendência de diminuição nos valores de rugosidade. XRD mostrou que o acabamento leva a um maior conteúdo superficial da fase m. O polimento e/ou glaze desencadeou alguma transformação de fase reversa, diminuindo o conteúdo da fase m. Enquanto os tratamentos térmicos promoveram uma reversão completa da fase (0% da fase m). Na análise de fadiga, o grupo GR + POL demonstra o melhor desempenho, protocolos com tratamento térmico levaram à resistência à fadiga semelhante ao grupo controle e o grupo GR + GL apresentou os piores resultados. A origem das fraturas foi no lado oposto à aplicação da carga para os grupos, com exceção do grupo GL, onde a origem estava localizada na interface e a partir de defeitos superficiais. Com isso, um polimento adequado após o

ajuste clínico da cerâmica YTZP parece ser obrigatório para o aumento da fadiga e previsibilidade de impedir a propagação de trincas sob menor estresse.

Zucuni *et al.* (2019a) avaliaram e compararam os efeitos de três sistemas de polimento associados ou não ao acabamento com brocas diamantadas finas e extrafinas, avaliando seus efeitos sobre as características da superfície, transformação de fase, e resistência à fadiga de uma cerâmica YTZP. Discos foram confeccionados para testes de resistência à flexão biaxial (1,2 mm de espessura), em seguida, foram aleatoriamente divididos em: CTRL - controle; GR - desgaste com broca diamantada grossa (#3101G); GR + EVE - desgaste e polimento com EVEDiacera; GR + FIN + EVE - desgaste, acabamento com brocas diamantadas finas (# 3101F) e extrafinas (# 3101FF) e polimento com EVE Diacera; GR + KG - desgaste e polimento com KG Viking; GR + FIN + KG – desgaste, acabamento e polimento com KG Viking; GR + OP - desgaste e polimento com Optrafine; GR + FIN + OP – desgaste, acabamento e polimento com Optrafine. Foi avaliada a rugosidade da superfície com um profilômetro específico ($n = 5$), com λC 0,8 mm e λS 2,5 μm . A difração de raio X foi realizada considerando o intervalo angular de 24-35° com um tamanho de passo de 0,03° para cada segundo. Três amostras de cada grupo foram submetidas a um teste monotônico de flexão biaxial em uma máquina de teste universal. Posteriormente, um teste de fadiga (n

= 20) foi executado pelo método *staircase*, por 20.000 ciclos a 6HZ. A carga inicial consistia em 60% da média da resistência à flexão, e o tamanho do passo foi considerado como 5% da média da força inicial calculada para o teste de fadiga. O processo de desgaste com broca diamantada gerou a maior rugosidade da superfície. Todos os procedimentos de polimento, associados ou não ao acabamento, reduziram a rugosidade da superfície. O sistema Eve Diacera apresentou o melhor potencial para suavizar a superfície, uma vez que o procedimento de acabamento não teve efeito (não precisa ser realizado). O acabamento também apresentou efeito positivo na redução da rugosidade quando associado aos sistemas Kg Viking e Optrafine. Todos os grupos de tratamento levaram a um aumento no conteúdo da fase monolítica em comparação com o grupo controle. Para a fadiga, o desgaste gerou um aumento na resistência à fadiga em comparação com o grupo controle. O acabamento antes do polimento não teve efeito na resistência à fadiga ao comparar os grupos com vs sem acabamento para o mesmo sistema de polimento. Portanto, o grupo controle apresentou superfícies mais lisas e menor teor de fase m, e menor resistência à fadiga. E o acabamento com brocas de diamante finas e extrafinas como uma etapa adicional antes do polimento não teve efeito na redução da rugosidade ou na melhoria da resistência à fadiga, podendo ser dispensável.

Zucuni *et al.* (2019b) avaliaram e compararam os efeitos de dois métodos de aplicação de cerâmica vítrea na resistência à fadiga e nas características da superfície de uma cerâmica policristalina de zircônia parcialmente tetragonal estabilizada com ítrio translúcido (5YPSZ) antes e após o acabamento. Corpos de prova em formato de discos de YTZP translúcido foram confeccionados e distribuídos aleatoriamente em 6 grupos, de acordo com os tratamentos de superfície: Ctrl - controle (sem tratamento); Acabamento – acabamento com ponta diamantada; Br – aplicação de glaze com pincel; Sp - aplicação de glaze com spray; Gr+Br e Gr+Sp - associação do acabamento + respectivos métodos de glazeamento. Foram realizadas análises de rugosidade superficial, resistência à fadiga, topografia superficial e fractografia. O grupo controle obteve a superfície mais lisa, enquanto o acabamento mostrou a topografia mais áspera e heterogênea. Ambos os métodos de aplicação do esmalte apresentaram potencial para uniformidade topográfica, porém, o método de glaze aplicado com spray resultou em camadas mais finas, apresentando uma limitação na redução da rugosidade em relação ao método com pincel. Nenhum efeito deletério sobre a resistência à fadiga do YTZP foi observado, uma vez que a aplicação de glaze com spray apresentou os melhores resultados (673.40 σ_f). A fractografia mostrou duas regiões distintas de origem de falha: defeitos na superfície (Ctrl e Gr), e na interface

entre glaze/zircônia (Br, Sp, Gr+Br, Gr+Sp). Concluindo, a aplicação de uma fina camada de glaze não prejudicou a resistência à fadiga.

Zucuni *et al.* (2020) realizaram um estudo que avaliou o efeito de tratamentos de superfície na carga de falha por fadiga, número de ciclos para falha, curvas de sobrevivência e características de superfície de restaurações simplificadas FSZ cimentadas adesivamente sobre um substrato análogo de dentina. Uma montagem de três camadas foi usada para simular uma restauração de molar com espessura final de 3,5 mm após a cimentação. Discos foram confeccionados (0,8 mm x 10 mm), em seguida, foram alocadas aleatoriamente em 5 grupos (n = 15). Ctrl - Controle; Gr - acabamento com broca diamantada grossa (#3101G); Pol - Polimento com Eve Diacera por 25s para cada ponta; Gl - Glaze spray; Pol + Gl - Polimento e glaze. Placas de resina epóxi reforçada com fibra de vidro foram cortadas em forma de discos de 2,7 mm de espessura. Em seguida, os discos de zircônia/resina epóxi foram cimentados adesivamente com cimento resinoso. Os espécimes foram submetidos a análises de rugosidade superficial (Ra e Rz). Após, foram testados em fadiga pelo método step-stress. A carga foi aplicada por um pistão hemisférico de aço inoxidável de 40 mm de diâmetro no centro dos corpos de prova. Cargas cíclicas variando de 10 N até a carga máxima em cada etapa foram aplicadas com frequência de 20 Hz.

Para identificar o conteúdo da fase cristalina (fases m, t e c) após os tratamentos de superfície, uma amostra de cada grupo foi analisada em um difratômetro de raios X com $\text{CuK}\alpha$ radiação (40kV, 40mA) em um intervalo angular 2θ de $27-76^\circ$ com um tamanho de passo de $0,01^\circ$ a cada 3s. A análise SEM mostrou que o acabamento altera o padrão topográfico gerando riscos e defeitos na superfície do material, já o polimento e o glaze apresentam efeitos de alisamento da superfície. Esse desempenho foi corroborado pelas medidas de rugosidade. Nenhum dos tratamentos de superfície afetou a carga de falha por fadiga, número de ciclos para falhas e taxas de sobrevivência, e nenhuma diferença estatística para o módulo de Weibull pôde ser detectada. Os dados de XRD mostraram que os tratamentos de superfície não desencadearam transformação de fase, portanto, apenas fases cúbicas (pico 400) e tetragonais foram detectadas (padrão característico de uma zircônia de 3ª geração – FSZ). Em conclusão, mostraram que os tratamentos de pós-processamento são necessários para reduzir/eliminar os defeitos introduzidos pelo acabamento, promovendo uma superfície mais lisa. Além disso, nenhum efeito deletério dos tratamentos sobre o desempenho à fadiga pode ser detectado.

Cadore-Rodrigues *et al.* (2021) realizaram um estudo com o objetivo avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície no comportamento à fadiga (ensaio de fadiga flexural biaxial) e nas

características de superfície (topografia e rugosidade) de uma cerâmica 5Y-PSZ. Discos foram confeccionados com dimensões finais de 15 mm x 1,2 mm ($\pm 0,05$ mm) de espessura. Os espécimes foram alocados em seis grupos de teste ($n = 15$). Após, foram submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: Controle (Ctrl); Glaze (GLZ): glaze aplicado pela técnica de spray; Nanofilmes de sílica (SNF): 5nm SiO₂; Partículas de abrasão a ar com óxido de alumínio (AlOx); Partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica (SiC); Partículas de óxido de alumínio recoberto por 7% de sílica (7%Si). A rugosidade superficial de todos os espécimes foi medida antes do teste de fadiga flexural biaxial (cut-off de 5; λ_C de 0,8 mm; λ_S de 2,5 μ m) e os parâmetros Ra e Rz foram obtidos. Os espécimes foram submetidos a um teste de fadiga flexural biaxial em uma máquina de testes mecânico elétrico usando a metodologia step-stress. Cargas intermitentes cíclicas foram aplicadas a uma frequência de 20 Hz, começando com uma carga inicial de 100N por 5.000 ciclos para ajustar o contato amostra/pistão, seguidos por etapas de 150N, 200N e assim por diante, com um incremento de carga fixo de 50N por 10.000 ciclos a cada etapa de carga até a ocorrência da falha. Dois espécimes de cada condição foram analisados por um Difratômetro com radiação CuK α (40 kV, 40 mA) em um intervalo angular 2θ de 27–37° e 72–76°, com um tamanho de passo de 0,02° a cada 2s. Uma análise descritiva em um microscópio eletrônico de varredura

foi realizada para determinar o padrão topográfico da superfície cerâmica após os diferentes tratamentos de superfície. O grupo GLZ promoveu a maior rugosidade superficial seguido por AlOx, SiC e 7%Si, e os grupos Ctrl e SNF foram semelhantes em ter o menor valor estatístico de rugosidade. O tratamento GLZ teve a maior média de carga de falha por fadiga. Os tratamentos SNF, SiC e 7%Si apresentaram desempenho em fadiga semelhante ao grupo Ctrl. A abrasão a ar com o tratamento AlOx induziu menor carga de falha por fadiga do que o grupo Ctrl, tendo, portanto, um efeito prejudicial. A análise XRD detectou apenas fases cúbicas e tetragonais, não sendo identificado nenhum conteúdo de fase m. Micrografias SEM da superfície da cerâmica tratada mostram que os tratamentos de jateamento (AlOx, SiC e 7%Si) promoveram maior alteração superficial. O grupo GLZ promoveu uma superfície mais homogênea, porém também houve regiões descobertas que resultaram em uma superfície mais rugosa. O grupo SNF foi semelhante ao grupo Ctrl, corroborando que a deposição de SNF não induz mudança topográfica.

O objetivo do estudo de Kaizer *et al.* (2019) foi avaliar o efeito do polimento e/ou da infiltração de vidro no comportamento ao desgaste de coroas monolíticas de zircônia submetidas à carga cíclica simulando os movimentos bucais. Coroas anatômicas foram confeccionadas a partir de discos de zircônia, através da técnica de CAD/CAM (n = 15). Após, as coroas foram divididas nos seguintes

grupos experimentais: PolZ (zircônia polida): após a sinterização, foram polidas com Dialite ZR; PolGZ (zircônia graduada polida): as coroas foram pré-sinterizadas, a superfície externa polida com Dialite ZR e depois o vidro infiltrado com sinterização simultânea; NoPolGZ (zircônia graduada não polida): as coroas foram pré-sinterizadas e, em seguida, a superfície foi infiltrada em vidro com sinterização simultânea. Todas as coroas foram cimentadas à pilares semelhantes a dentina produzidos com resina composta. Uma carga cíclica simulando o movimento da boca por deslizamento por contato foi realizado, aplicando uma carga de 200N por 1,25 milhões de ciclos a uma taxa de carga de 1.000N/s (~ 2 Hz). Um antagonista esférico de esteatita ($r = 3$ mm) foi utilizado. Após, as coroas foram cortadas no centro da cratera de desgaste e foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura para avaliação de danos. As coroas PolZ não mostraram desgaste e trincas induzidas por contato deslizante. Para ambos os tipos de coroas graduadas, foi possível observar que o desgaste progressivo do vidro levou à exposição da camada graduada. No entanto, uma superfície mais homogênea e lisa foi observada no PolGZ em relação ao NoPolGZ. Uma investigação mais aprofundada revelou que a camada de vidro da superfície externa foi removida, mas nenhuma trinca induzida por contato próximo foi observada em nenhuma das coroas. O antagonista sofreu menos desgaste (PolGZ = 0,011 mm³) das coroas polidas de zircônia

graduada em comparação com o grupo controle PolZ (0,022 mm³, $P = 0,036$), enquanto NoPolGZ ocupou o meio termo (0,014 mm³). A profundidade de desgaste, no entanto, foi estatisticamente semelhante ($P = 0,215$) para todos os três grupos: PolZ = 0,054 mm, PolGZ = 0,043 mm e NoPolGZ = 0,043 mm. As coroas de zircônia graduadas polidas apresentam excelente comportamento ao desgaste.

O *annealing* é um processo de resfriamento lento do vidro para liberar estresse interno depois de sua formação. Cerâmicas que contém uma fase vítrea podem ser *annealed* para permitir o rearranjo molecular ou atômico (o que não for *annealed* está sujeito à formação de trincas ou fratura quando submetido a modificações pequenas de temperatura ou choque mecânico. Esse processo de *annealing* deve ser usado após desgaste ou polimento, para isso deve ser usado uma temperatura de 50°C acima de sua T_g (DELLA BONA, 2009).

Para relaxar as tensões residuais, o material deve ser passar pelo *annealing* a uma temperatura adequada por algumas horas (FISHER *et al.*, 2005). Alguns autores citam que o *annealing* a 900°C por 1h é capaz de induzir uma transformação de fase e diminuir a extensão da trinca (DENRY & KELLY, 2008; KOSMAC *et al.*, 2008; HO *et al.*, 2009). Porém, se a temperatura do *annealing* for muito alta, podem ocorrer mudanças estruturais no material, e se a temperatura for muito baixa, as tensões residuais

podem não ser completamente removidas e, portanto, dar resultados errôneos (FISHER *et al.*, 2005).

Ho *et al.* (2009) realizou um estudo com objetivo de avaliar a tensão residual e o tamanho da falha em zircônia estabilizada com ítria (3Y-TZP) antes e depois de um acabamento. As amostras foram divididas em sem sinterização, acabamento, polimento e *annealing*. O *annealing* foi realizado a 1100°C por 2h, a taxa de aquecimento foi de 5°C/min e a taxa de resfriamento de 1°C/min. A quantidade de fase m diminui após o polimento e *annealing*. O módulo de Weibull das amostras que passaram pelo *annealing* é inferior as demais. O tamanho do grão muda pouco após o *annealing*. A mudança do módulo Weibull reflete a mudança na variação do tamanho da falha. A fim de estimar o efeito do *annealing* no tamanho das falhas, uma falha artificial é introduzida na região da superfície usando indentação Vickers a uma carga de 300N. A força média dos espécimes com *annealing* é maior do que os outros espécimes. Isso sugere que o aumento da resistência após o *annealing* é induzido principalmente pela cicatrização de trincas durante sua realização.

O objetivo de estudo de Ryan *et al.* (2017) foi avaliar as mudanças microestruturais e de fase cristalográfica após acabamento e *annealing* de cerâmicas YTZP. Trinta e cinco barras foram divididas: YTZP pré-sinterizado, controle (C), *annealing* (R), acabamento sem irrigação (DG), acabamento + *annealing*

(DGR), acabamento com irrigação (WG) e acabamento com irrigação + *annealing* (WGR). O *annealing* foi realizado a 1.000°C por 30min. Foi realizado a análise da microestrutura em MEV e as fases cristalinas por XRD. O XRD mostrou que os corpos de prova pré-sinterizados continham as fases tetragonal e monoclinica, enquanto os grupos C e R apresentaram as fases tetragonal, monoclinica e cúbica. Após o acabamento, a fase cúbica foi eliminada em todos os grupos. O *annealing* como etapa final resultou apenas na fase tetragonal. MEV mostrou trincas após acabamento e homogeneização das partículas após *annealing*.

2.4 Teste de Fadiga

Protocolos de testes devem ser estabelecidos com o objetivo de aproximar os resultados laboratoriais aos desfechos observados na clínica, incorporando elementos básicos da geometria clínica e do estado de tensão (ZHANG *et al.*, 2019). Do ponto de vista clinico, o principal fato que leva a fratura da restauração é a fadiga, por meio de um fenômeno conhecido como crescimento subcrítico de trincas (SCG) e pela degradação por fadiga cíclica de mecanismos de tenacificação das cerâmicas, as vezes de forma abrupta (PEREIRA *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2018)

No ambiente oral, as restaurações são submetidas a forças intermitentes, geralmente em níveis baixos, que induzem deformações temporárias e tensões internas nos materiais e suas interfaces (KELLY *et al.*, 1999). Dentre as formas de simular o que ocorre no ambiente oral podemos citar a simulação dos ciclos mastigatórios do paciente e do envelhecimento que estes ciclos causam, onde utilizamos testes de fadiga (VIDOTTI *et al.*, 2018; WEIGL *et al.*, 2018). Esses testes são realizados aplicando forças intermitentes sobre uma restauração cerâmica até um determinado ciclo ou até que elas fraturem (BALDISSARA *et al.*, 2019). Normalmente opta-se pela utilização de 2Hz por assemelhar-se a frequência mastigatória (KELLY *et al.*, 2010). Mesmo nos casos sem falhas catastróficas, os efeitos de envelhecimento e deterioração podem ser indicados por uma resistência reduzida à fratura da restauração (WEIGL *et al.*, 2018).

A fadiga é frequentemente definida como a degradação (enfraquecimento) de um componente estrutural sob a influência de estresse mecânico, químico ou biológico - e na maioria dos casos - uma combinação deles (KELLY *et al.*, 2017), e consiste em estimular um mecanismo de crescimento lento de trincas, começando pelos defeitos críticos (KOK *et al.*, 2017; MADRUGA *et al.*, 2018). Diferentemente dos testes monotônicos, que apenas fornecem dados sobre a resistência à fratura, os testes de fadiga consistem em abordagens *in vitro* para simular danos clinicamente

relevantes, pois é provável que as restaurações cerâmicas falhem devido à carga mastigatória cíclica em ambiente úmido (KELLY *et al.*, 2010; KELLY *et al.*, 2017; MADRUGA *et al.*, 2018), essa combinação aumenta o potencial de propagação de trincas e reduz a carga necessária para a falha (KELLY *et al.*, 2017; ALSARANI *et al.*, 2018).

A força máxima de mordida (MBF) é definida como um indicador da condição funcional do sistema mastigatório, e também é um parâmetro que deve ser considerado. Em indivíduos saudáveis com oclusão normal, o MBF varia de 93 a 150N na região anterior, 424 a 583N em pré-molar e 424 a 630N na região molar. Mas pode variar, em porcentagem, de 7,7% a 36,2% nos movimentos excursionais da boca, como apertamento, abertura e oclusão (ARCHANGELO *et al.*, 2018).

Embora os ensaios clínicos sejam a maneira mais confiável de avaliar se as propriedades mecânicas dos biomateriais serão de fato traduzidas em longevidade clínica, testes laboratoriais bem projetados podem ajudar a prever o comportamento das restaurações dentárias, uma vez que emulam o mais próximo possível as condições encontradas na clínica.

Archangelo *et al.* (2018) investigaram a distribuição de tensões, o comportamento mecânico, o modo de falha e a origem da fratura nas configurações cerâmicas monolíticas e bicamadas. Foram confeccionados discos de 0,3 e 1,5 mm de: porcelana

feldspática (F), dissilicato de lítio (L), e zircônia (YTZP) (Y), que foram divididos em: F (monolítico); L (monolítico); LLFF; FLL; YLFF; YLLF. As cargas até a fratura foram obtidas usando o teste de resistência à flexão biaxial até a falha. A carga média de falha por fadiga (100.000 ciclos; 20 Hz) foi determinada usando a abordagem *staircase*. A análise das fraturas foi realizada por estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura. Para carga de fratura e para carga de falha em fadiga, a configuração L apresentou o melhor desempenho (592N e $310,92 \pm 26,73F$, respectivamente). A análise fractográfica demonstrou trinca radial e fratura catastrófica com origem da superfície oposta a aplicação de força.

Pereira *et al.* (2018) realizaram um estudo com o objetivo de caracterizar as propriedades mecânicas, a resistência à fadiga e as taxas de sobrevivência por estresse e número de ciclos para fratura de três materiais YTZP que apresentam diferentes conteúdo do estabilizador e propriedades de translucidez progressiva (ML - alta translucidez, STML - super translúcido e UTML - ultra translúcido). Além disso, foram realizadas análises do conteúdo da fase cristalina microestrutural (XRD), micromorfologia de superfície e fractografia. Discos foram produzidos para testes de resistência à flexão biaxial a uma carga crescente (1 mm/min). Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em 6 grupos ($n = 25$). O teste de fadiga foi executado com o mesmo conjunto de teste

descrito anteriormente, usando uma abordagem *step-stress*, inicialmente com 100 MPa por 5.000 ciclos e seguidos por 150 MPa, 200 MPa, com um tamanho de passo de 50 MPa até 950 MPa a um máximo de 20.000 ciclos, a 20 Hz. As amostras foram testadas até a fratura ou no máximo 345.000 ciclos. O ML é composto principalmente por uma microestrutura policristalina tetragonal e há uma extensa transformação de fase $t \rightarrow m$ quando submetidos ao envelhecimento, este material parece apresentar um pequeno conteúdo de fase cúbica em sua composição. Em relação ao STML e UTML, observa-se a presença de cristais principalmente tetragonais e um aumento no conteúdo da fase cúbica, que são responsáveis pela estabilização completa de ambas as cerâmicas, das quais a microestrutura permaneceu inalterada após o envelhecimento em uma autoclave. O UTML apresenta o maior tamanho de grão, seguido pelo STML e ML. O envelhecimento em uma autoclave não influenciou a resistência característica do STML e UTML, no entanto, para ML a resistência foi aumentada pelo envelhecimento. Para fadiga, ML obteve os maiores valores de resistência e número de ciclos até a falha, sendo que o STML teve desempenho estatisticamente melhor que o UTML para ambos os resultados. O envelhecimento não teve efeito sobre as taxas de sobrevivência para os grupos STML e UTML, enquanto para ML foram aumentadas. O ML apresentou melhores propriedades mecânicas, porém o STML e UTML se apresentaram

como um material totalmente estabilizado, apresentando cristais tetragonais e cúbicos em sua microestrutura, sendo inertes ao envelhecimento em autoclave.

O estudo de Pereira *et al.* (2019) foi realizado com o intuito de avaliar a carga de falha por fadiga, o número de ciclos até a falha e a taxa de sobrevivência de materiais cerâmicos monolíticos fabricados com uma zircônia translúcida e uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio, cimentados sobre um substrato análogo à dentina ou a um substrato mais rígido. Discos foram confeccionados no diâmetro de um primeiro molar ($\varnothing$ 10 mm) com uma espessura de 3,5 mm. O teste de fadiga foi realizado pelo método de *step-stress*, por um pistão hemisférico de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro, com uma carga inicial de 200N por 5.000 ciclos, seguida por estágios de 400N, 600N, com um tamanho de passo de 200N até 2800N a um máximo de 10.000 ciclos, com 20Hz. As amostras foram carregadas até a falha ou até um máximo de 135.000 ciclos - 2800 N. Os fatores “substrato”, “material restaurador” e a interação mostraram influência significativa para carga de falha por fadiga e número de ciclos até a falha. A zircônia mostrou uma maior carga de falha por fadiga e número de ciclos até a falha do que o dissilicato, independentemente do tipo de substrato. Quando cimentados a titânio ou zircônia, ambos os materiais, apresentaram uma maior carga de falha por fadiga e número de ciclos até a falha. Maiores probabilidades de

sobrevivência podem ser observadas quando cimentadas nos substratos com maior módulo de elasticidade. Sob 800N, as amostras cimentadas em substratos mais rígidos tinham 100% de chance de sobreviver, enquanto que, cimentados ao material menos rígido, apresentava 75% de chance de sobreviver. A zircônia cimentada aos materiais rígidos apresentou origem de fratura na superfície sob tensão de tração, e quando cimentadas aos materiais menos rígidos a origem de fratura foi observada na superfície compressiva.

Vidotti *et al.* (2017) avaliaram o efeito da fadiga cíclica na resistência à união de um cimento composto a superfícies revestidas com sílica YTZP. Dez discos de zircônia pré-sinterizados foram obtidos (6 x 6 x 4,5mm). Metade do amostras (n = 5) foram submetidas a fadiga cíclica utilizando um indentador de aço de 3,2 mm de diâmetro, uma carga média de 115N a uma amplitude de 65N para 500.000 ciclos a 1Hz. As amostras restantes foram armazenadas em água destilada por 24h a 37°C antes dos procedimentos de corte o teste de microtração (n = 45) (controle). O teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min. A força característica para o grupo controle foi de 45,91 MPa e para o grupo de fadiga 43,94 MPa. O módulo Weibull foi de 7,98 para o grupo controle e de 6,44 para o grupo fadiga. A fadiga não afetou a estabilidade da resistência de união do YTZP revestido com sílica.

Almansour e Alqahtani (2018) avaliaram a resistência a flexão biaxial de três tipos diferentes de restaurações monolíticas de zircônia de alta translucidez em comparação com as restaurações convencionais de zircônia de baixa translucidez. E estudaram o efeito do envelhecimento artificial acelerado (AAA) e da fadiga. Três marcas de cerâmica de Y-TZP de alta translucidez e uma cerâmica Y-TZP de baixa translucidez foram selecionados (n=10). Foi realizado o teste de flexão biaxial sem e com o AAA e fadiga. O teste de flexão biaxial foi realizado a uma velocidade de 0,05mm/min até a fratura. O envelhecimento foi realizado com termociclagem a 3.500 ciclos entre 5 e 55°C, a fadiga foi realizada após a termociclagem por 250.000 ciclos a 1,6Hz com uma carga de 200N, as amostras sobreviventes foram submetidas ao teste de flexão biaxial. Antes do envelhecimento artificial e fadiga as amostras apresentaram os seguintes resultados: 935 MPa (Ceramill ZI), 847 MPa (Coproan Zr-i), 732 MPa (Lava Plus) e 685 MPa (Ceramill Zolid White). Após o envelhecimento artificial e fadiga: 777 MPa (Coproan Zr-i), 668 MPa (Ceramill ZI), 666 MPa (Lava Plus) e 576 MPa (Ceramill Zolid White). Houve diferença estatística significativa na resistência a flexão biaxial antes e depois do envelhecimento artificial e fadiga em todos os grupos. Os protocolos de envelhecimento e fadiga usados neste estudo resultaram em uma diminuição significativa na resistência dos sistemas de zircônia testados.

3 PROPOSIÇÃO

Analisar as fases cristalinas, a sobrevivência em fadiga mecânica e resistência residual à fratura de espécimes monolíticos de zircônias 3YTZP e 5YPSZ após diferentes tratamentos para o acabamento e polimento de superfície.

Objetivos específicos

Hipótese 1 – Os tratamentos de superfície influenciam a rugosidade superficial de ambas as zirconias.

Hipótese 2 - O acabamento e polimento da superfície externa melhoram a sobrevivência à fadiga das zircônias.

Hipótese 3 – Os tratamentos de superfície melhoram a resistência à fratura das zircônias após fadiga.

Hipótese 4 – A cerâmica 3YTZP terá maior influência do tratamento de superfície na transformação de fase tetragonal para monoclinica do que a 5YPSZ.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Os materiais utilizados nas etapas de obtenção dos corpos de prova estão descritos na Tabela 1, indicando o tipo e composição dos materiais e coeficiente de expansão térmico das cerâmicas.

Tabela 1. Descrição dos materiais utilizados, composição e coeficiente de expansão térmica (CET) das cerâmicas.

Material	Fabricante	Composição (%vol)	CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
Ceramill	Amann	$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 -$	$10,4 \pm$
Zolid ZI (3YTZP)	Girrbach	$\geq 99,0; \text{Y}_2\text{O}_3 - 4,5-5,6;$ $\text{HfO}_2 - \leq 5; \text{Al}_2\text{O}_3 - \leq$ $0,5; \text{outros óxidos} - \leq 1$	0,5
Ceramil	Amann	$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 - \geq$	$10,4 \pm$
Zolid FX White (5YPSZ)	Girrbach	$99,0; \text{Y}_2\text{O}_3 - 6,7 - 7,2;$ $\text{HfO}_2 - \leq 5; \text{Al}_2\text{O}_3 - \leq$ $0,5; \text{outros óxidos} - \leq 1$	0,5

Vita Akzent®	Vita Zahnfabrik	Vidro de baixa fusão – técnica pó e líquido	9,3 ± 0,5
Vita Akzent Plus®	Vita Zahnfabrik	Vidro de baixa fusão – técnica spray	9,3 ± 0,5
Ponta diamantada	KG Sorensen	Aço inoxidável e diamante (30 µm)	-
Optrafine®	Ivoclar Vivadent	Ponta de silicone com partículas de diamante	-
Escovas de nylon Optrafine HP	Ivoclar Vivadent	Fibras sintéticas de nylon	-
Pasta diamantada Optrafine HP	Ivoclar Vivadent	Pó de diamante (2 a 4 µm), emulsão de glicerina, sulfato láurico de sódio e propilenoglicol	-

4.2 Cálculo Amostral

Inicialmente, a espessura e o valor amostral para o teste de fadiga foram definidos com o auxílio de um estudo piloto, com amostras da 5 YPSZ de 0,7 mm, 1,0 mm e 1,2 mm (N=18), realizado em teste monotônico em flexão biaxial e em teste de fadiga em configuração semelhante à flexão biaxial. Em fadiga, os espécimes de 0,7 fraturaram após alguns ciclos (antes de 5.000), e

os espécimes de 1,2 sobreviveram a 50.000 ciclos. O cálculo amostral foi realizado utilizando uma calculadora disponível online: www.epibioestat.ucsf.edu/drc/, definindo o valor amostral $n=10$ e a espessura final 1,0mm, com um nível de significância de 95% e um poder de teste de 80%.

4.3 Confecção dos discos de zircônia

Os blocos de zircônia foram cortados em cubos, cujos cantos foram arredondados com lixas até a obtenção de cilindros (Figura 1), no laboratório da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade de Passo Fundo (UPF), RS - Brasil. Os cilindros foram seccionados em discos de 14,8mm de diâmetro e 1,3mm de espessura ($N=112$) em cortadeira metalográfica (Biopdi, São Carlos – São Paulo) com disco diamantado a uma velocidade de 250rpm, sob refrigeração com água (Figura 1). Posteriormente os discos foram regularizados manualmente com lixas de granulação 800 e 1000, por 30s cada lixa em cada face do disco, para obtermos uma padronização das amostras.

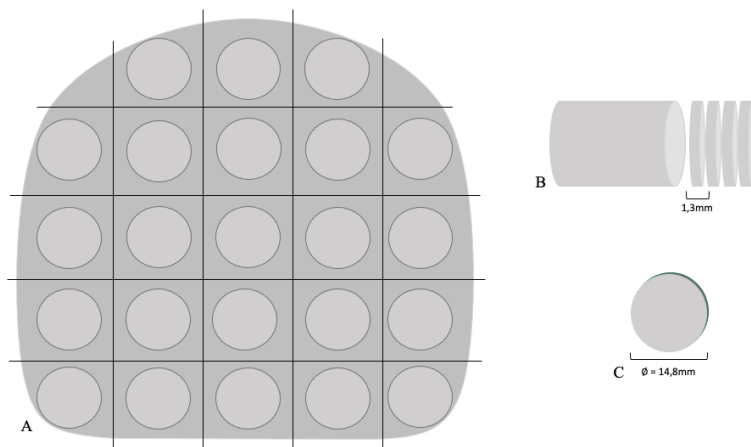


Figura 1. Desenho esquemático do corte das amostras. (A) Bloco com simulação de corte horizontal e vertical para a confecção de cilindros. (B) Usinagem dos cilindros com a espessura final das amostras. (C) Diâmetro inicial dos discos das amostras.

A sinterização foi realizada em forno específico (Ceramill Therm, Amann Girrbach) de acordo com a recomendação do fabricante (Fase de aquecimento: 1450°C - Taxa de aquecimento 5 – 10 °C /min - 2 horas; Fase de resfriamento: 1450°C até a temperatura ambiente (200°C) - 5 horas). Após a sinterização, as dimensões finais das amostras foram conferidas com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan). A dimensão foi conferida, obtendo a seguinte dimensão final: 1 mm de espessura ($\pm 1,01$ a 1,09 mm) x 12 mm de diâmetro ($\pm 12,01$ a 12,09 mm).

Os espécimes foram divididas aleatoriamente nos grupos experimentais (n=10), de acordo com o tipo de acabamento

realizado e o material utilizado (3YTZP e 5YPSZ) (Figura 2), um corpo de prova (n=1) foi utilizado para a análise microestrutural.

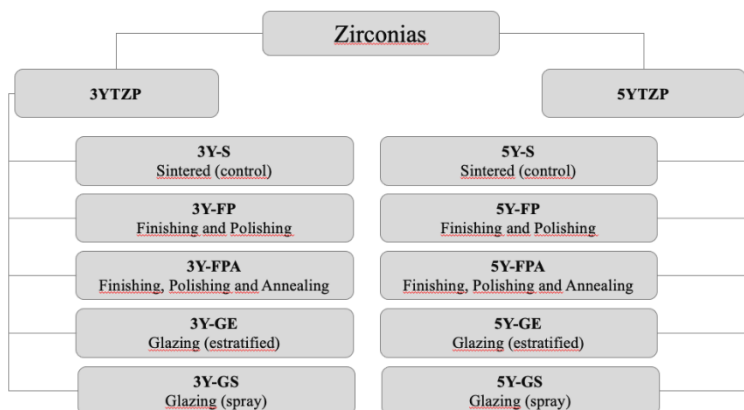


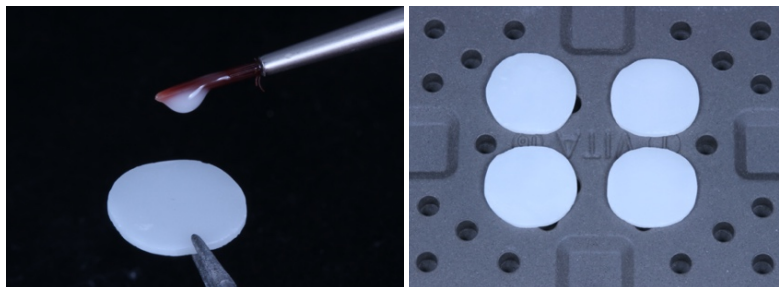
Figura 2. Fluxograma dos grupos experimentais. ZI- 3YTZP, FX-5YPSZ, S- sinterizada, AP- acabamento e polimento e APA- acabamento, polimento e annealing, GE- glaze estratificado GS- glaze spray.

4.4 Tratamentos de superfície

Todos os tratamentos de superfície foram realizados por um único operador, que passou por um treinamento de aplicação de glaze (pelas diferentes técnicas), acabamento e polimento, com o objetivo de obter uma padronização da espessura/desgaste em todas as amostras. Os tratamentos de superfície foram realizados em apenas uma das superfícies da amostra. Após os tratamentos de superfície, uma nova medição da espessura foi realizada.

Aplicação de glaze por estratificação (overglaze técnica de pó e líquido ou maquiagem): o pó foi misturado com líquido de

acordo com as orientações do fabricante (1:2) até obter uma pasta homogênea e cremosa. Uma fina camada foi aplicada sobre a superfície das amostras com o auxílio de um pincel (#00, Condor, São Bento do Sul, Brasil) (Figura 3A). O glaze foi sinterizado de acordo com as instruções do fabricante (temperatura inicial de



500°C, mantida por 4 min para pré-secagem, taxa de aquecimento de 80°C/min até a temperatura final de 900°C por 1 min) (Figura 3B).

Figura 3. Aplicação de glaze pela técnica pó + líquido. (A) Aplicação do glaze. (B) Amostras posicionadas na base do forno para sinterização.

Aplicação de glaze em spray: o frasco de glaze foi agitado vigorosamente e o primeiro jato foi dispensado para garantir homogeneidade. O glaze foi posteriormente borrifado a aproximadamente 10 cm de distância da ponta aplicadora até corpo de prova (Figura 4B). Foram realizados movimentos oscilatórios por 30s para um espalhamento completo do glaze na superfície da amostra. Posteriormente, o glaze foi sinterizado de acordo com as

instruções do fabricante (Figura 4B). utilizamos um único frasco de glaze para todas as amostras

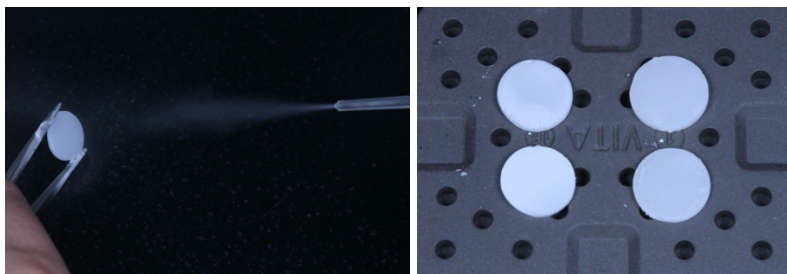


Figura 4. Aplicação de glaze pela técnica de spray. (A) Aplicação do glaze. (B) Amostras posicionadas na base do forno para sinterização.

Acabamento e polimento: as amostras foram pintadas com caneta permanente (Marcador Retro Projetor 1.0, Pilot Pen do Brasil S.A, São Paulo, Brasil) para controle da área a ser tratada (Figura 5A). O acabamento foi realizado com movimentos oscilatórios da ponta diamantada #2135FF posicionada paralelamente à superfície até a remoção da área pintada (Figura 5B). O polimento foi realizado com pontas de borracha (Figura 5C e Figura 5D) e pasta de polimento (Figura 5E) durante 1 minuto por instrumento (CHEN & ZENG, 2022). As etapas de acabamento e polimento foram realizadas sob refrigeração com spray de ar-água.

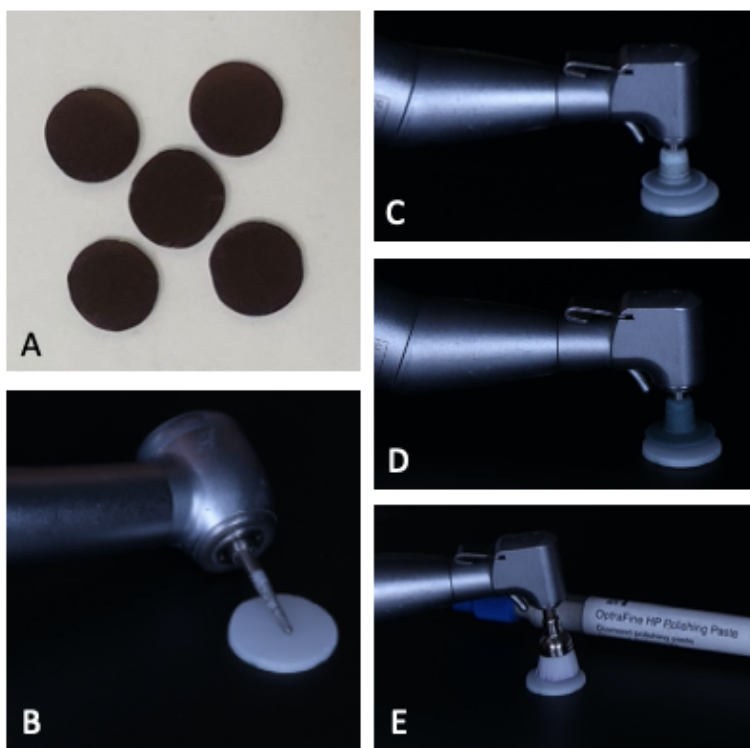


Figura 5. Amostras do grupo AP. (A) amostras pintadas com caneta permanente para controle da área tratada. (B) Acabamento com ponta diamantada #2135FF. (C) Aplicação da ponta de borracha azul-clara (D) Aplicação da ponta de borracha azul-escura. (E) Aplicação de pasta de polimento com escova Robson.

No grupo experimental submetido ao annealing, as amostras receberam acabamento e polimento e foram levadas ao forno para um ciclo térmico com temperatura final de 950°C por 1h (50°C

acima da T_g) (DENRY & KELLY, 2008; KOSMAC *et al.*, 2008; HO *et al.*, 2009) (Figura 6).

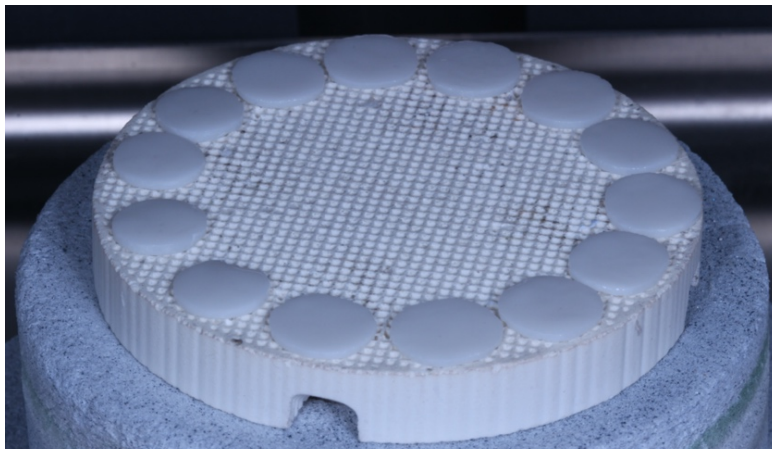


Figura 6. Amostras dispostas em refratário para o annealing.

4.5 Análise de rugosidade superficial

Os espécimes de cada grupo foram submetidos a análise de rugosidade superficial em um perfilômetro de contato mecânico (Matutoyo SJ-410), utilizando os parâmetros (R_a e R_z), que são recomendados pela ISO 4287-1997, em que a R_a é a média aritmética dos valores absolutos de picos e vales (mm), e R_z é a distância média entre os cinco picos mais altos e os cinco vales principais (mm). Para isso, foram realizadas três medições por corpo de prova com cut-off de λ_C 0,8 mm, onde foi realizado uma marcação inicial (ponto) na borda do espécime e a partir desse foi realizado a medição horizontal, vertical e diagonal ($n=2$). Após,

calculou-se o valor médio para cada espécime e, em seguida, realizou-se a análise estatística.

Os dados de rugosidade superficial (R_a e R_z) para a 3YTZP passaram pelo teste de normalidade (Shapiro-Wilk), portanto usamos One-way ANOVA e Tukey (5%). E para a 5YPSZ não passaram pelo teste de normalidade (Shapiro-Wilk), portanto usamos Kruskal-Wallis e Dunn (5%).

4.6 Comportamento mecânico

As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C antes do teste de fadiga. Os espécimes foram submetidos ao teste de fadiga convencional em uma máquina de ciclagem mecânica pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com uma frequência de 2Hz por 2×10^6 ciclos. Os discos foram posicionados com a superfície tratada voltada para baixo (lado de tração) em três esferas de suporte ($\varnothing = 3$ mm) imersos em água a 37° C de acordo com a ISO 6872–2015. Os espécimes foram carregados com um pistão circular plano metálico aplicado perpendicularmente ao centro dos discos. A carga de aplicação de força (62N) foi definida em um estudo piloto (60% da resistência à flexão biaxial, medida em teste monotônico com carga compressiva a 0.1 mm/min).

Uma fita adesiva (110 μ m) foi colocada na superfície superior de cada espécime antes do teste para reduzir a

concentração de tensão de contato e evitar danos à superfície de contato (Kelly et al., 2017, Venturini et al., 2019). A presença de fratura das amostras foi considerada como falha nas análises subsequentes.

As amostras que sobreviveram ao teste de fadiga foram submetidas à teste de flexão biaxial em carga monotônica. Os corpos de prova foram posicionados nas três esferas de suporte do teste de flexão biaxial ($\varnothing = 3 \text{ mm}$), na base de uma máquina de ensaios universal (EMIC) em água e uma força compressiva gradual ($0,1 \text{ mm/min}$) foi aplicada no centro da amostra cerâmica por meio de um pistão circular plano metálico até a fratura. A força no momento da falha foi registrada e a resistência residual à flexão calculada de acordo com a ISO 6872-2015.

Os dados de fadiga foram analisados pelo teste de sobrevivência de Kaplan–Meier e Holm-Sidak ($\alpha = 0,05$). Os dados de resistência residual à flexão da 3Y passaram pelo teste de normalidade Shapiro-Wilk, mas falharam no teste de igualdade de variâncias, e, portanto, foram avaliados por Kruskal-Wallis e Dunn, com significância de 5%. Os dados de resistência residual à flexão biaxial da 5Y passaram pelos testes de normalidade e igualdade de variâncias e foram comparados por One-Way ANOVA e post-hoc de Tukey, com significância de 5%.

4.7 Análise de XRD: cristalinidade

Uma amostra de cada grupo ($n=1$) foi submetida à análise por XRD para análise de cristalinidade e avaliação das fases das zircônias. Para remoção da camada de vidro e exposição da superfície de zircônia, as amostras dos grupos experimentais com glaze foram submetidas à condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 15 min (ZHANG & KIM, 2009). Além das amostras dos grupos experimentais, uma amostra não sinterizada e outra somente sinterizada sem tratamento de superfície (considerada não tensionada) foram também avaliadas.

Para a determinação das fases cristalinas e dos picos de difração foi utilizado um difratômetro Bruker Theta-Theta, modelo D8 Advance. Em todas as amostras foram realizadas medidas em uma janela de 10° à 80° (2theta), na geometria Bragg-Brentano, potência do tubo de Cu de 40 KV/40mA, slit divergência 1° constante de tempo de 0,5s, tamanho do passo (step) de $0,02^\circ$ e o ângulo desde $2\theta = 25,4^\circ$ até $2\theta = 34,6^\circ$ (com pequenas variações dependendo da amostra).

A identificação das fases é conseguida pela comparação do padrão de difração obtido de uma amostra de referência e padrões de um banco de dados do XRD. No banco de dados do XRD, foi identificada a numeração e todos os parâmetros dos cristais. Após a determinação dos picos de difração e da caracterização da composição das amostras, é realizada uma nova varredura,

somente nas faixas em que foram encontrados os picos de difração dos cristais.

A profundidade de leitura pelo difratômetro foi calculada com base no comprimento de onda (λ), composição dos cristais analisados (ZrO_2) e ângulo de incidência (2θ) da amostra que se analisou. Os resultados são apresentados em difratogramas, e a análise de microestrutura (composição e determinação de fases cristalinas) foram realizadas de forma descritiva.

5 RESULTADOS

5.1 Rugosidade superficial

A média dos parâmetros de rugosidade superficial avaliados para os grupos experimentais está apresentada na Tabela 2 e 3.

Tabela 2. Parâmetros de rugosidade média (R_a) e máxima (R_z) obtidas para os grupos experimentais da 3YTZP.

Material	Groups	N	Surface Roughness	
			R_a	R_z
			Mean $\pm$ SD	Mean $\pm$ SD
3YTZP	3Y-S	6	$0,41 \pm 0,05$ B	$2,60 \pm 0,38$ B
	3Y-FP	6	$0,22 \pm 0,07$ A	$1,28 \pm 0,48$ AB
	3Y-FPA	6	$0,21 \pm 0,06$ A	$1,18 \pm 0,39$ A
	3Y-GE	6	$0,15 \pm 0,07$ A	$0,72 \pm 0,43$ A
	3Y-GS	6	$0,45 \pm 0,10$ B	$2,03 \pm 0,50$ B

* Letras iguais na coluna significam semelhança estatística na rugosidade superficial ($p = < 0,001$).

Os grupos sinterizado e glaze spray mostraram maior rugosidade do que os demais grupos. O acabamento e polimento, assim como o glaze estratificado diminuíram a rugosidade superficial apresentada pelas amostras somente sinterizadas.

Tabela 3. Parâmetros de rugosidade média (R_a) e máxima (R_z) obtidas para os grupos experimentais da 5YPSZ.

Surface Roughness					
Material	Groups	N	R_a	R_z	
			Median (IIQ)	Median (IIQ)	
5YPSZ	5Y-S	6	0,14 (0,10-0,26) A	1,08 (0,76-1,72) AB	
	5Y-FP	6	0,23 (0,17-0,24) AB	1,43 (1,21-1,52) AB	
	5Y-FPA	6	0,20 (0,15-0,27) AB	1,16 (0,89-1,58) AB	
	5Y-GE	6	0,08 (0,07-0,11) A	0,35 (0,33-0,47) A	
	5Y-GS	6	1,16 (0,61-2,39) B	6,94 (2,86-12,93) B	

* Letras iguais na coluna significam semelhança estatística das curvas de sobrevivência ($p < 0,001$).

Para a 5YPSZ a R_a e R_z do grupo glaze spray foram significativamente maiores do que os demais. Os restantes dos grupos mostraram rugosidade semelhante entre si. Já o *annealing* não altera a rugosidade das duas cerâmicas, permanecendo semelhante à superfície polida.

5.2 Comportamento mecânico

Amostras que falharam durante a montagem na máquina de ciclagem, durante o alinhamento ou antes do teste (não relacionadas à ciclagem mecânica) foram descartadas e seus dados não foram considerados para análises subsequentes.

Os resultados da análise de sobrevivência em fadiga e da resistência à flexão biaxial após ciclagem para as zircônias 3Y e 5Y estão representados nas Tabelas 3 e 4, respectivamente. As

curvas de sobrevivência para os grupos experimentais da 3Y e da 5Y estão apresentadas nas Figura 7 e Figura 8.

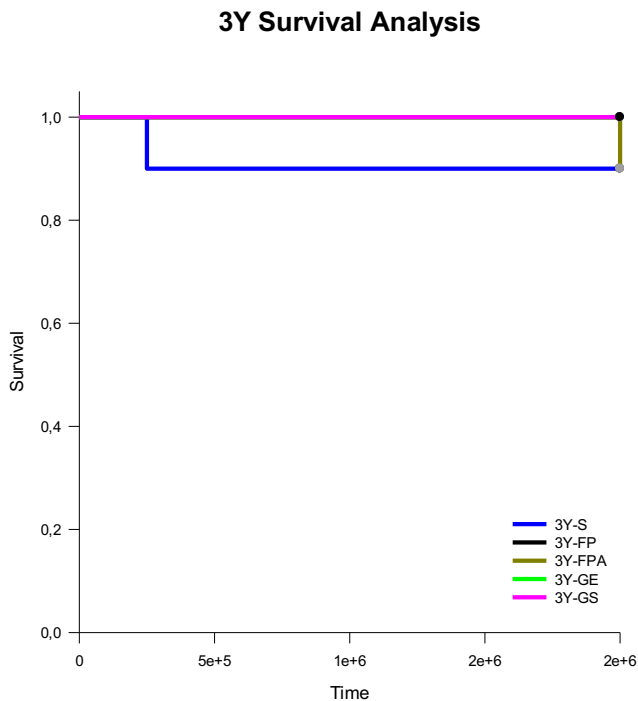


Figura 7. Curva de sobrevivência de Kaplan-Meier para os grupos experimentais da 3YTZP.

Tabela 4. Número de falhas, média do tempo de sobrevivência em fadiga, mediana e intervalo entre quartis da resistência à flexão biaxial dos grupos (σ_f) experimentais da 3YTZP.

3YTZP				
Groups	Fatigue failure	Mean survival time (cycles)*	σ_f (MPa)	
			n	Median (IIQ)**

3Y-S	1	1.825.000,0	9	613,9 (587,6 - 685,3) B
3Y-FP	0	-	10	903,2 (869,4 - 974,1) A
3Y-FPA	1	2.000.000,0	9	730,8 (553,4 - 839,4) AB
3Y-GE	0	-	10	607,4 (546,6 - 645,5) B
3Y-GS	0	-	10	751,0 (569,9 - 783,7) AB

*Não houve diferença estatisticamente significativa de sobrevivência em fadiga entre os grupos ($p=0,544$).

**Letras iguais na coluna significam semelhança estatística ($p<0,001$).

O tratamento de superfície não mostrou influência na sobrevivência em fadiga da 3Y. Os grupos experimentais apresentaram sobreviveram à fadiga semelhante, com poucas fraturas durante a ciclagem mecânica (1 amostra do grupo 3YS e 1 amostra do 3YFPA). Contudo, o polimento das amostras aumentou significativamente a resistência residual à flexão após ciclagem mecânica. Com exceção do grupo polido, os tratamentos de superfície mantiveram a resistência a flexão obtidos pela sinterização inicial das amostras.

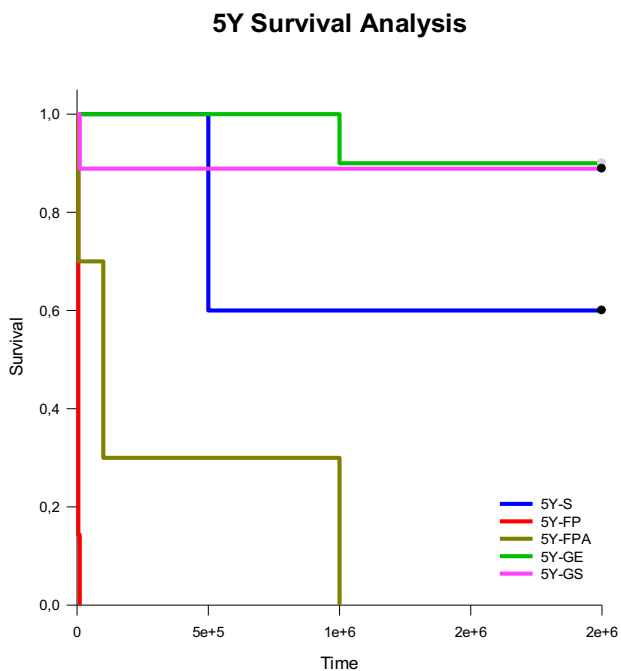


Figura 8. Curva de sobrevivência de Kaplan-Meier para os grupos experimentais da 5YPSZ.

Tabela 5. Número de falhas, média do tempo de sobrevivência em fadiga, intervalos de confiança (IC, 95%), média e desvio padrão da resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais da 5YPSZ.

5YPSZ					
Group	Fatigue failure	Mean survival time*	IC (95%)	σ_f (MPa)	
				n	Mean $\pm$ SD**
5Y-S	4	1.400.000,0 A	874.086,4 – 1.925.913,5	6	345,7 $\pm$ 60,5 B
5Y-FP	7	5.714,2 C	4.314,3 – 7.114,2	-	-
5Y-FPA	10	341.500,0 B	58.690,1 – 624.309,8	-	-
5Y-GE	1	1.900.000,0 A	-	9	574,5 $\pm$ 48,9 A
5Y-GS	1	1.778.888,8 A	-	8	281,4 $\pm$ 74,7 B

* Letras iguais na coluna significam semelhança estatística das curvas de sobrevivência ($p = <0,001$).

** Letras iguais na coluna significam semelhança estatística na resistência à flexão ($p = <0,001$).

O grupo 5Y-FP possui 7 corpos de prova e o grupo 5Y-GS possui 9 corpos de prova devido a falhas prematuras durante a montagem e alinhamento antes do teste.

Ao contrário da 3Y, o tipo de tratamento de superfície influenciou significativamente a sobrevivência da 5Y em fadiga ($p = <0,001$). Os grupos sinterizado e os que receberam uma camada de glaze mostraram maior sobrevivência, com poucas fraturas durante a ciclagem (4 para o grupo 5YS, 1 para o 5YGE e 1 para o 5YGS). Todas as amostras dos demais grupos fraturaram em fadiga.

O grupo que recebeu glaze pela técnica da estratificação, embora apresentasse sobrevivência em fadiga semelhante ao sinterizado e glaze em spray, mostrou resistência residual a flexão maior que os demais grupos testados ($p = <0,001$).

5.3 Análise da cristalinidade

Os difratogramas com identificação das fases da zircônia 3Y nos diferentes grupos experimentais estão apresentados nas figuras de 9 a 11. Na Figura 9 A, podemos observar a presença de fase monoclinica antes da sinterização e a diminuição da intensidade do pico após a sinterização. Na Figura 9B podemos verificar a sobreposição dos picos de fase tetragonal e cúbica para as zircônias e aumento da intensidade dos picos das fases nas amostras sinterizadas. A Figura 10 mostra um aumento da base (ombro) ao lado dos picos t/c, que coincide com as posições esperadas para os picos da fase monoclinica, nas amostras submetidas ao polimento. Esse aumento de fase monoclinica não é observado nos espécimes polidos que foram posteriormente submetidas ao annealing. A Figura 11 mostra uma diminuição da intensidade de picos observados nas amostras em que o glaze não foi aplicado.

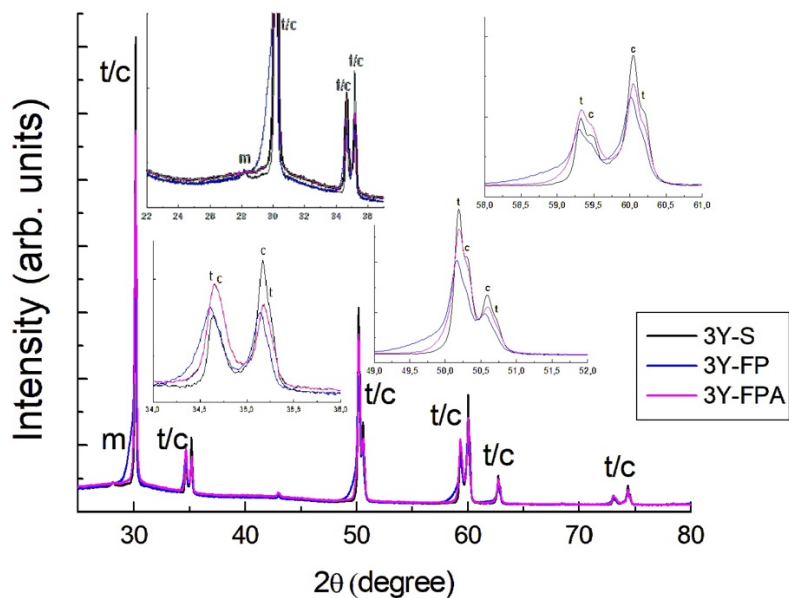


Figura 10. Difratoograma de comparação de amostras 3YTZP sinterizadas (S), acabamento e polimento (FP) e acabamento, polimento e annealing (FPA), com a identificação de fases.

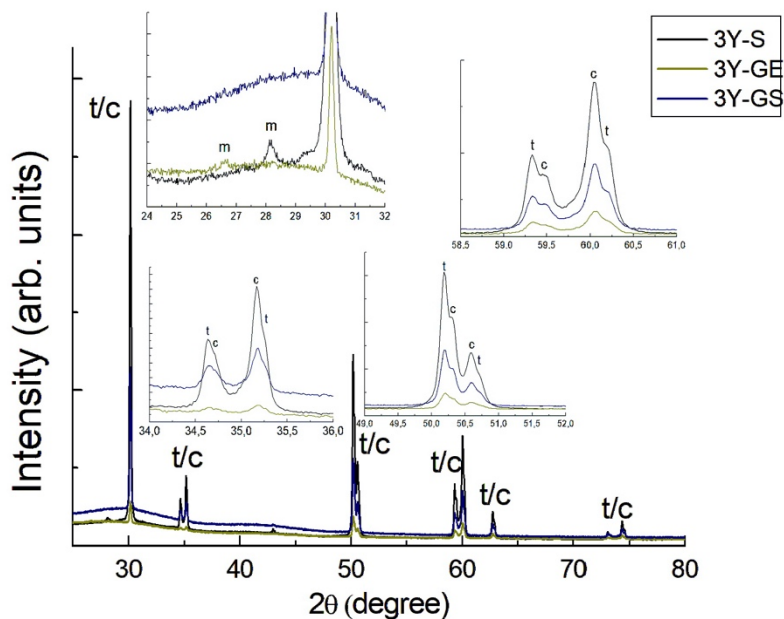


Figura 11. Difratoograma de comparação de amostras 3YTZP sinterizadas (S), glaze estratificado (GE) e glaze spray (GS), com a identificação de fases.

Os difratogramas com identificação das fases da zircônia 5Y nos diferentes grupos experimentais estão apresentados nas figuras de 12 a 14. Na Figura 12 A, podemos observar sobreposição dos picos das amostras sinterizadas e não sinterizadas. Nas amostras sinterizadas, a intensidade dos picos diminuiu e observa-se uma pequena separação de fases tetragonal e cúbica.

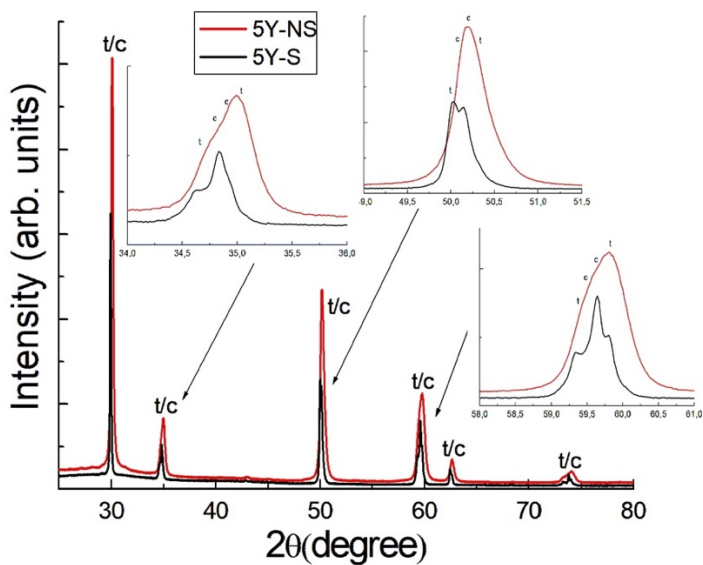
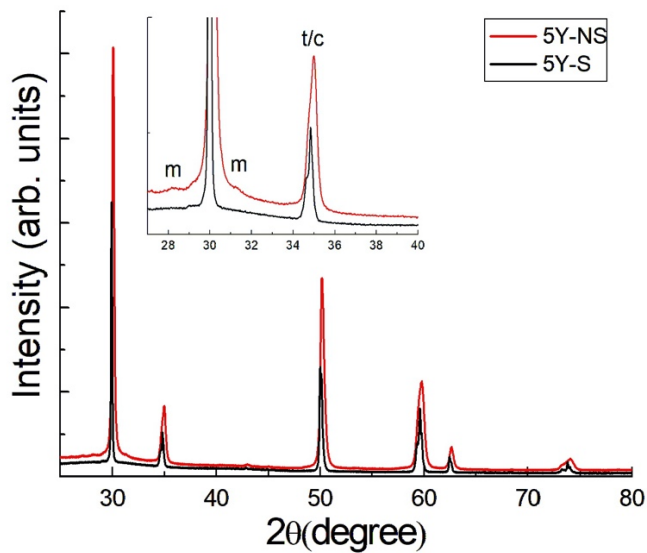


Figura 12. Difratoograma de comparação de amostras 5YPSZ não sinterizadas (NS) e sinterizadas (S), com a identificação de fases.

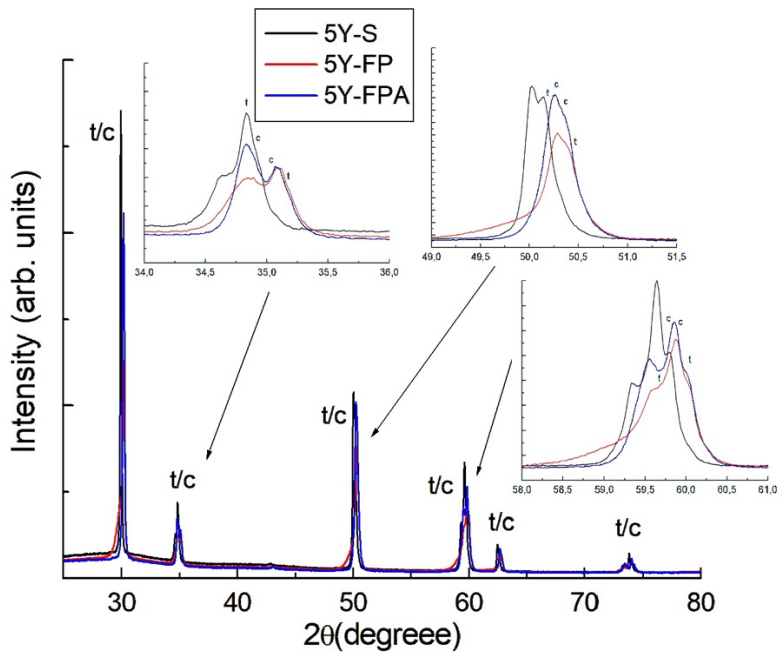


Figura 13. Difratoograma de comparação de amostras 5YPSZ sinterizadas (S), acabamento e polimento (FP) e acabamento, polimento e annealing (FPA), com a identificação de fases.

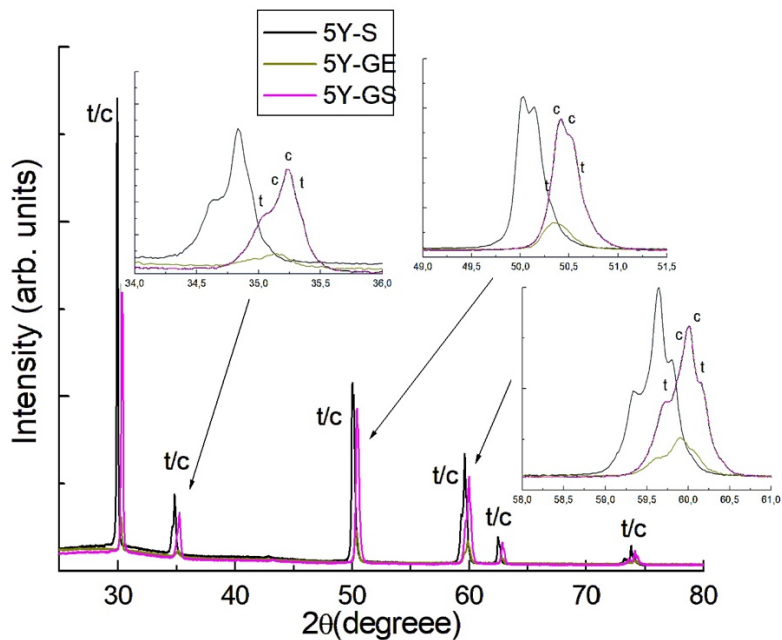


Figura 14. Difratoograma de comparação de amostras 5YPSZ sinterizadas (S), glaze estratificado (GE) e glaze spray (GS), com a identificação de fases.

6 DISCUSSÃO

6.1 Rugosidade superficial

A rugosidade superficial das zircônias 3YTZP e 5YPSZ foi significativamente alterada pelos tratamentos de superfície, aceitando a Hipótese 1 do estudo. Para a 3Y, o polimento com pontas de borracha após desgaste/acabamento da superfície e a aplicação de glaze pelo método da estratificação causam melhora significativa na lisura superficial, removendo ou diminuindo os defeitos críticos causados pelas pontas diamantadas, o que corrobora com os achados de Zucuni *et al.* (2019a) que encontrou que os procedimentos de polimento após o acabamento melhoram a rugosidade da superfície, podendo ser comparada com o glaze estratificado.

Quando analisada a rugosidade superficial da 5Y o grupo que recebeu glaze pela técnica de spray mostrou rugosidade superior aos demais grupos. O que nos leva a um resultado controverso ao estudo de Zucuni *et al.* (2019b) e Zucuni *et al.* (2020), que obtiveram uma redução da rugosidade do glaze spray em relação ao método com pincel. Contudo, corrobora com o estudo de Cadore-Rodrigues *et al.* (2021), que obtiveram os

maiores valores de rugosidade nas amostras 5Y submetidas ao glaze spray. Porém, essa rugosidade encontrada nas amostras submetidas ao glaze spray, não teve impacto significativo na sobrevivência da 5Y, por não gerar defeitos agudos críticos na superfície tratada. A 5Y apresenta um maior tamanho de grão e possui uma estrutura mais refinada que a 3Y, possibilitando melhor polimento superficial, mesmo na amostra sinterizada (sem polimento ou glaze). O polimento das zircônias ou aplicação de glaze estratificado é uma etapa clínica essencial para diminuir a rugosidade após ajustes clínicos (ZUCUNI *et al.*, 2017; GAONKAR *et al.*, 2020; ZUCUNI *et al.*, 2020; CHEN & ZENG, 2022).

Segundo Chen e Zeng (2022), quanto mais tempo de polimento, melhores resultados podem ser obtidos, o que trás confiabilidade para nossos resultados, pois o polimento foi realizado por 60s cada etapa. O tratamento térmico pós acabamento e polimento (*annealing*) não mostrou alteração na topografia para ambas cerâmicas (3Y e 5Y), permanecendo semelhante às amostras polidas, o que corrobora com os achados de Zucuni *et al.* (2017).

6.2 Comportamento mecânico

Os grupos experimentais da 3YTZP apresentaram comportamento mecânico à fadiga semelhante, apresentando

poucas falhas durante a ciclagem mecânica (1 amostra do grupo 3YS e 1 amostra do grupo 3YFPA), não obtendo diferença estatística entre os grupos, aceitando parcialmente a Hipótese 2.

Quando o comportamento dos grupos experimentais sob resistência à flexão biaxial é analisado, observa-se que o acabamento e polimento ocasionou um aumento significativo na resistência da 3Y, aceitando a Hipótese 3. Isso pode ter ocorrido pela distorção do cristal por tensão residual, como observado nos difratogramas, gerando uma camada de tensão compressiva na superfície, que se opõe às forças de propagação de trincas, aumentando a resistência. Conforme citado por Hatanaka *et al.* (2016) e Ryan *et al.* (2017) os tratamentos mecânicos de superfície podem causar efeitos na 3YTZP. No presente estudo, efeitos positivos, aumento de resistência, foram observados, contudo, fabricantes recomendam o *annealing* térmico para o restabelecimento da fase tetragonal e aumentar a confiabilidade do material, mesmo que libere as tensões compressivas e cause uma diminuição na resistência à flexão (KOSMAC *et al.*, 1999; KOSMAC *et al.*, 2008; INOKOSHI *et al.*, 2017; HATANAKA *et al.*, 2016; RYAN *et al.*, 2017). Com base nisso, acredita-se que o *annealing* promoveu uma diminuição da tensão residual, com potencial reversão da transformação de fase ($m \rightarrow t$), como observado no presente estudo, pois houve uma redução na resistência da 3Y ao nível das amostras sinterizadas (3YS). No

estudo de Zucuni *et al* (2019a), o acabamento com pontas diamantadas F e FF como uma etapa adicional não altera a sobrevivência em fadiga se foram seguidos de polimento e/ou glaze, o que corrobora com nosso estudo para 3Y.

A aplicação do glaze consiste em um mecanismo de preenchimento, penetrando nas ranhuras, microtrincas e porosidades existentes na superfície, levando a uma maior lisura e menos defeitos na superfície (ANUSAVICE E PHILLIPS, 2003). Porém, diferenças entre a zircônia e o glaze (como CET diferentes e o glaze não possuir fase cristalina, impossibilitando transformações de fase), podem gerar efeitos no comportamento mecânico, como um aumento da probabilidade de falha (DEHOFF *et al.*, 2008; ZUCUNI *et al.*, 2017; ZUCUNI *et al.*, 2019b). No presente estudo, o glaze não influenciou os resultados de sobrevivência em fadiga, permanecendo semelhante aos demais grupos.

Ao contrário da 3Y, acabamento e polimento diminuíram significativamente a sobrevivência à fadiga da 5Y, rejeitando a Hipótese 2. A 5Y possui menor quantidade de fase tetragonal em comparação com a 3Y, com significativa redução do fenômeno de tenacificação por transformação de fase. Também, há um aumento de fase cúbica, que, embora mais translúcida, é mecanicamente menos resistente, o que pode ter impacto sobre o comportamento mecânico da 5Y. Além disso, tensões residuais deletérias (tração)

e destacamento de grãos possam ter sido originadas durante o tratamento da superfície, diminuindo sua resistência, o que corrobora com Zhang e Kelly (2017), que relataram que os tratamentos de superfície podem levar a introdução de defeitos na superfície. Contudo, os achados do presente estudo divergem dos achados de Zucuni *et al.* (2020) que não mostrou influência dos tratamentos de superfície no comportamento mecânico em fadiga da 5Y. O estudo de Zucuni *et al.* (2017) mostrou melhores resultados no grupo que recebeu acabamento e polimento, o que diverge dos presentes achados. Essas divergências de resultados podem ser explicadas pelo tipo de zircônia estudada e pela variação dos métodos de acabamento e polimento entre os estudos. O ciclo de queima de liberação de tensões (*annealing*), não foi capaz de reverter os defeitos introduzidos pelo acabamento e polimento da 5Y, mostrando também menor sobrevivência que o grupo sinterizado (não tencionado), de forma semelhante ao estudo de Zucuni *et al.* (2017).

Os grupos 5YS, 5YGE e 5YGS mostraram sobrevivência semelhante, com poucas fraturas durante a ciclagem (4 para o grupo 5YS, 1 para o 5YGE e 1 para o 5YGS), corroborando com Zucuni *et al.* (2019b) e Zucuni *et al.* (2020), que não encontraram diferenças estatísticas de comportamento mecânico em fadiga para os grupos com glaze. Contudo, nesta cerâmica, que é menos resistente que a 3Y, a camada de vidro depositada por estratificação

aumenta significativamente a resistência mecânica das amostras em comparação a glaze spray, podendo ser explicada pela técnica estratificada reduzir defeitos de superfície potencialmente gerados durante a confecção das amostras e criar uma superfície menos rugosa e mais homogênea. O que discorda de estudos que obtiveram resultados melhores com a técnica de aplicação em spray (Chun *et al.*, 2017; Zucuni *et al.*, 2017; Zucuni *et al.*, 2019b; Cadore-Rodrigues *et al.*, 2021)

Autores citam que devemos ter uma superfície oclusal altamente polida para reduzir desgaste do esmalte dental, indicando a utilização de glaze para fins estéticos e biológicos nas paredes axiais, e a superfície oclusal deve ser cuidadosamente polida e deixada sem glaze (Amer *et al.*, 2014; Stawarczyk *et al.*, 2016; Lohbauer e Reich, 2017). Contudo, esse procedimento é mais indicado quando falamos de zircônia 3Y, pois o acabamento e polimento da zircônia 5Y quando submetidas à ciclagem mecânica (simulando ciclos mastigatórios) foram deletérios, o que nos mostra que esse é um nicho que necessita ser mais estudado para termos orientações clínicas.

6.3 Análise da cristalinidade

A literatura reporta uma quantidade de fase tetragonal de 77% e de fase cúbica de 23% para a 3YTPZ e volume de fase tetragonal de 46% e fase cúbica de 54% para a 5YPSZ (ARCILA

et al., 2021). Contudo, quantificar com precisão as fases é um desafio, devido à sobreposição dos picos de intensidade de fases tetragonal e cúbica. Nosso estudo, limitou-se à análise das fases monoclinica e tetragonal, pois são as fases com potencial impacto no comportamento mecânico das zircônias entre os grupos experimentais.

A análise dos difratogramas da 3Y mostrou maior intensidade do pico de fase monoclinica antes da sinterização do que após a sinterização, concordando com Ryan *et al.* (2017) e Ho *et al.* (2009). A presença de fase monoclinica antes da sinterização da 3Y e a menor densidade do material, auxiliam o processo de fresagem soft-machining. Após a sinterização, o empacotamento atômico e densidade aumentam, e a quantidade de fase monoclinica diminui, conferindo a 3Y maior resistência e tenacidade à fratura do que as demais cerâmicas odontológicas.

Foi observado o aumento da fase monoclinica na 3Y após acabamento e polimento, aceitando a Hipótese 4. Isso pode ser resultado da transformação da fase $t \rightarrow m$ induzida por tensão. A transformação de fase pode gerar tensões compressivas na superfície da 3Y, resultando no observado aumento de resistência do grupo. Após o *annealing* essa transformação de fase é revertida e a quantidade de fase monoclinica diminui significativamente, concordando com os achados de Ryan *et al.* (2017) e Ho *et al.*

(2009). Zhang *et al.* (2009) e Zucuni *et al.* (2019a) não encontraram fase monoclinica nos grupos experimentais.

Para os espécimes GE e GS, a camada de glaze foi removida antes da análise em XRD. Nesses espécimes, foi observada diminuição da intensidade de picos observados nas amostras em que o glaze não foi aplicado, podendo significar que resquícios de vidro amorfo permaneceram sobre a superfície da zircônia após o condicionamento com ácido.

Para 5Y, a análise cristalográfica mostrou baixa ou nenhuma intensidade de fase monoclinica após os tratamentos de superfície (padrão característico de uma zircônia de 3ª geração – PSZ) (ZUCUNI *et al.*, 2020), aceitando a Hipótese 4. Esse fato pode ter influência do maior tamanho de grão que essa zircônia possui, interferindo também nas larguras dos picos encontrados nos difratogramas. Esse achado corrobora com diversos estudos, que após diferentes tratamentos de superfície, não detectaram a fase monoclinica (ZUCUNI *et al.*, 2017; MAO *et al.*, 2018; ZUCUNI *et al.*, 2020; CADORE-RODRIGUES *et al.*, 2021; CHEN & ZENG, 2022). Nas amostras sinterizadas, a intensidade dos picos diminuiu e observa-se uma pequena separação de fases tetragonal, podendo significar alguma alteração atômica da zircônia com fases intermediárias (ALVES *et al.*, 2022).

Estudos avaliaram o impacto da estabilidade de fase (reduzida transformação de fase) na resistência da 5YPSZ

(PEREIRA et al., 2018; ZHANG e LAWN, 2018). A estabilidade torna esse material mais resistente aos mecanismos de degradação conhecidos como degradação em baixa temperatura (LTD), que prejudicaram o desempenho mecânico das gerações anteriores de Y-TZP ao longo do tempo (STAWARCZYK et al., 2017; PEREIRA et al., 2018; ZHANG e LAWN, 2018; JU'MAH *et al.*, 2020; JEONG *et al.*, 2021). Esta estabilidade de fase pode ter impactado no efeito deletério do acabamento e polimento na sobrevivência da 5Y. O impacto dos diferentes tratamentos na tensão superficial gerada é essencial para compreendermos o que ocorre nessas estruturas. Dessa forma, realizaremos esta análise futuramente.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados encontrados, podemos concluir:

- A rugosidade superficial das zircônias foi significativamente alterada pelos tratamentos de superfície. O polimento com pontas de borracha após desgaste/acabamento da superfície e a aplicação de glaze estratificado promovem lisura superficial, enquanto o glaze em spray aumenta a rugosidade.

- O polimento da 3Y aumentou a resistência residual à flexão, contudo, nenhum dos tratamentos de superfície influenciaram a sua sobrevivência em fadiga. Para 5Y, o polimento diminui a sobrevivência em fadiga da 5Y. O glaze estratificado aumentou a resistência residual à flexão maior em relação aos grupos sinterizado e glaze spray.

- Maior intensidade do pico de fase monoclinica foi observada para 3Y não sinterizada. Após a acabamento e polimento houve um aumento da fase monoclinica na 3Y, o que pode ser resultado da transformação da fase $t \rightarrow m$ induzida por tensão. Após o *annealing* essa transformação de fase é revertida e a quantidade de fase monoclinica diminui. Para 5Y, a análise cristalográfica

mostrou baixa ou nenhuma intensidade de fase monoclinica após os tratamentos de superfície.

REFERÊNCIAS

AHMED, W.M.; TROCZYNSKI, T.; MCCULLAGH, A.P.; WYATT, C.L.; CARVALHO, R.M. The influence of altering sintering protocols on the optical and mechanical properties of zirconia: A review. *J Esthet Restor Dent*, p. 1-8, 2019.

AKAR, G.C.; PEKKAN, G.; ÇAL, E.; ESKITASÇIOGLU, G.; ÖZCAN, M. Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems. *J Prosthet Dent*, v. 112, n. 2, p. 314-21, 2014.

AL HAMAD, K.Q.; AL-ADDOUS, A.M.A, AL-WAHADNI, A.M.; BABA, N. Z.; GOODACRE, B.J. Surface Roughness of Monolithic and Layered Zirconia Restorations at Different Stages of Finishing and Polishing: An In Vitro Study, *J Prosthodont*, v. 28, p. 818-25, 2019.

ALAO, A.R.; STOLL, R.; SONG, X.F.; ABBOUTT, J.R.; ZHANG, Y. ABDUO, J.; YIN, L. Fracture, roughness and phase transformation in CAD/CAM milling and subsequent surface treatments of lithium metasilicate/disilicate glass ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 74, p. 251-260, 2017.

ALKURT, M.; YEŞİL DUYMUS, Z.; GUNDOGDU, M. Effects of multiple firings on the microstructure of zirconia and veneering ceramics. *Dent Mater J*, v. 35, n. 5, p. 776-81, 2016.

ALP, G.; SUBASI, M.G.; JOHNSTON, W.M.; YILMAZ, B. Effect of surface treatments and coffee thermocycling on the color

and translucency of CAD-CAM monolithic glass ceramic. *J Prosthet Dent*, v. 120, n. 2, p. 263-68, 2018.

ALSARANI, M.; SOUZA, G.; RIZKALLA, A.; EL-MOWAFY, E. Influence of crown design and material on chipping-resistance of all- ceramic molar crowns: An *in vitro* study. *Dent Med Probl*, v. 55, n. 1, p. 35-42, 2018.

AMER, R.; KÜRKLÜ, D.; KATEE, E.; SEGHI, R.R. Three-body wear potential of dental yttrium-stabilized zirconia ceramic after grinding, polishing, and glazing treatments. *J Prosthet Dent*, v. 112, n. 5, p. 1151-5, 2014.

ANUSAVICE, K.J., PHILLIPS, R.W., 2003. Phillip's Science of Dental Materials, eleventh ed. Elsevier, St. Louis.

ARAVIND, P.; RAZAK, P.A.; FRANCIS, P.G.; ISSAC, J.K.; SHANOJ, R.P.; SASIKUMAR, T.P. Comparative Evaluation of the Efficiency of Four Ceramic Finishing Systems. *J Int Oral Health*, v. 5, n. 5, p. 59-64, 2013.

ARCHANGELO, K.C.; GUILARDI, L.F.; CAMPANELLI, D.; VALANDRO, L.F.; BORGES, A.L.S. Fatigue failure load and finite element analysis of multilayer ceramic restorations. *Dent Mater*, v. 35, n. 1, p. 64-73, 2018.

ARCILA, L.V.C.; RAMOS, N.C.; CAMPOS, T.M.B.; DAPIEVE, K.S.; VALANDRO, L.F.; MELO, R.M.; BOTTINO, M.A. Mechanical behavior and microstructural characterization of different zirconia polycrystals in different thicknesses. *J Adv Prosthodont*, v. 13, p. 385-95, 2021.

ALVES, M.F.R.P.; DE CAMPOS, L.Q.B.; SIMBA, B.G.; DA SILVA, C.R.M.; STRECKER, K.; DOS SANTOS, C. Microstructural Characteristics of 3Y-TZP Ceramics and Their Effects on the Flexural Strength. *Ceramics*, v. 5, p. 798–813, 2022.

BALDASSARRI, M.; STAPPERT, C.F.; WOLFF, M.S.; THOMPSON, V.P.; ZHANG, Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater*, v. 25, p. 207-11, 2012.

BALDISSARA, P.; MONACO, C.; ONOFRI, E.; FONSECA, R.G.; CIOCCA, L. Fatigue resistance of monolithic lithium disilicate occlusal veneers: a pilot study. *Odontology*, v. 107, p. 482-90, 2019.

BELLI, R.; MONTEIRO JR, S.; BARATIERI, L.N.; KATTE, H.; PETSCHLT, A.; LOHBAUER, U. A photoelastic assessment of residual stresses in zirconia-veneer crowns. *J Dent Res*, v. 91, n. 3, p. 316-20, 2012.

BELLI, R.; FRANKENBERGER, R.; APPELT, A.; SCHMITT, J.; BARATIERI, L.N.; GREIL, P.; LOHBAUER, U. Thermal-induced residual stresses affect the lifetime of zirconia-veneer crowns. *Dent Mater*, v. 29, n. 2, p. 181-90, 2013.

BENETTI, P.; BONA, A.D.; KELLY, J.R. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dent Mater*, v. 26, p. 743-50, 2010.

BENETTI, P.; KELLY, J.R.; DELLA BONA, A. Analysis of thermal distributions in veneered zirconia and metal restorations during firing. *Dent Mater*, v. 29, p. 11, p. 1166-72, 2013.

BENETTI, P.; KELLY, J.R.; DELLA BONA, A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dent Mater*, v. 30, n. 5, p. 554-63, 2014.

BOAVENTURA, J.M.C.; NISHIDA, R.; ELOSSAIS, A.A.; LIMA, D. M.; REIS, J.M.S.N.; CAMPOS, E.A.; ANDRADE, M.F. Effect finishing and polishing procedures on the surface roughness

of IPS Empress 2 ceramic. *Acta Odontologica Scandinavica*, v. 71, p. 438-43, 2013

BRUNOT-GOHIN, C.; DUVAL, J.L.; AZOGUI E.E.; JANNETTA, R.; PEZRON, I.; LAURENT-MAQUIN, D.; GANGLOFF, S.C.; EGLES, C. Soft tissue adhesion of polished versus glazed lithium disilicate ceramic for dental applications. *Dent Mater*, v. 29, p. 205-12, 2013.

CADORE-RODRIGUES, A.C.; *et al.* Surface treatments and its effects on the fatigue behavior of a 5% mol yttria partially stabilized zirconia material. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 120, p.1-9, 2021.

CAMPOS, E.; SOARES, P.V.; VERSLUIS, A.; BATISTA, J.R.; AMBROSANO, G.M.B.; NUNVES, I.F. Crown fracture: Failure load, stress distribution, and fractographic analysis. *J Prosthet Dent*, v. 3, n. 114, p. 445-7, 2015.

CHAI, H.; MIELESZKO, A.J.; CHU, S.J.; ZHANG, Y. Using glass-graded zirconia to increase delamination growth resistance in porcelain/zirconia dental structures. *Dent Mater*, v. 34, n. 1, p. 8-14, 2018.

CHUN, E.P.; ANAMI, L.C.; BONFANTE, E.A.; BOTTINO, M.A. Microstructural analysis and reliability of monolithic zirconia after simulated adjustment protocols. *Dent Mater*, v. 33, n. 8, p. 934-43, 2017.

DE HOFF, P.H.; BARRETT, A.A.; LEE, R.B.; ANUSAVICE, K.J. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater*, v. 24, p. 744-52, 2008

DELLA BONA, A. Adesão as cerâmicas: evidências científicas para o uso do clínico. 1. ed. São Paulo: Artes Médicas, 2009. 254p.

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

EMSLANDER, A.; REISE, M.; EICHBERGER, M.; UHRENBACHER, J.; EDELHOFF, D.; STAWARCZYK, B. Impact of surface treatment of different reinforced glass-ceramic anterior crowns on load bearing capacity. *Dent Mater J*, v.34, n. 5, p. 595-604, 2015.

FABRIS, D.; SOUZA, J.C.M.; SILVA, F.S.; FREDEL, M.; MESQUITA-GUIMARÃES, J.; ZHANG, Y.; HENRIQUES, B. Thermal residual stresses in bilayered, trilayered and graded dental ceramics. *Ceramics Inter*, v. 43, p. 3670–8, 2017.

FISCHER, J.; STAWARCZYK, B.; HAMMERLE, C.H. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent.*, v. 36, n. 5, p. 316-21, 2008.

FRAGA, S.; AMARAL, M.; BOTTINO, M.A.; VALANDRO, L.F.; KLEVERLAAN, C. J.; MAY, L.G. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. *Dent Mater*, v. 33, p. 1286-97, 2017.

GAONKAR, S.H.; ARAS, M.A.;CHITRE, V. An *in vitro* study to compare the surface roughness of glazed and chairside polished dental monolithic zirconia using two polishing systems. *J Indian Prosthodont Soc*, v. 20, n. 2, p. 187-192, 2020.

GUAZZATO, M.; QUACH, L.; ALBAKRY, M.; SWAIN, M.V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, v. 33, p. 9-18, 2005.

GUILARDI, L.F.; PEREIRA, G.K.R.; GÜNDEL, A.; RIPPE, M.P.; VALANDRO, L.F. Surface micro-morphology, phase transformation, and mechanical reliability of ground and aged

monolithic zirconia ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 65, p. 849-56, 2017.

HANNINK, R.H.J.; KELLY P.M.; MUDDLE, B.C. Transformation toughening in zirconia- containing ceramics. *J Am Ceram Soc*, v. 83, n. 3, p. 461-87, 2000.

HATANAKA, G.R.; POLLI, G.S.; FAIS, L.M.G.; REIS, J.M.S.N.; PINELLI, L.A.P. Zirconia changes after grinding and regeneration firing. *J Prosthet Dent*, v. 118, n. 1, p. 61-8, 2017.

HO, C.; LIU, H.; TUAN, W. Effect of abrasive grinding on the strength of Y-TZP. *J Europ Cer Soc*, v. 29, p. 2665-9, 2009.

ISO 6872. Dentistry—dental ceramics. Int Organ Stand 1999.

INOKOSHI, M.; ZHANG, F.; VANMEENSEL, K.; MUNCK, J.; MINAKUCHI, S.; NAERT, I.; VLEUGELS, J.; MEERBEEK, B.V. Residual compressive surface stress increases the bending strength of dental zirconia. *Dent Mater*, v. 33, n. 4, p. 147-54, 2017.

JEONG, K.W.; HAN, J.S.; YANG, G.U.; KIM, D.J.; Influence of Preaging Temperature on the Indentation Strength of 3Y-TZP Aged in Ambient Atmosphere. *Materials*, v. 14, n. 2767, p. 1-15, 2021.

JING, Z.; ZHANG, K.; YIHONG, L.; ZHIJIAN, S. Effect of multistep processing technique on the formation of micro-defects and residual stresses in zirconia dental restorations. *J Prosthodontics*, v. 23, n. 3, p. 206-12, 2014.

JUNTAVEE, N.; DANGSUWAN, C. Role of coefficient of thermal expansion on bond strength of ceramic veneered yttrium-stabilized zirconia. *J Clin Exp Dent*, v. 10, n. 3, p. 279-86, 2018.

JUM'AH A.A.; BRUNTON, P.A.; LI, K.C.; WADDELL, J.N.; Simulated clinical adjustment and intra-oral polishing of two translucent, monolithic zirconia dental ceramics: An in vitro investigation of surface roughness. *J Dent*, v 101, p. 1-6, 2020.

JUNTAVEE, N.; SERIROJANAKUL, P. Influence of different veneering techniques and thermal tempering on flexural strength of ceramic veneered yttria partially stabilized tetragonal zirconia polycrystalline restoration. *J Clin Exp Dent*, v. 11, n. 5, p. 421-31, 2019.

KAIZER, M.R.; BANO, S.; BORBA, M.; GARG, V.; SANTOS, M.B.F.DOS; ZHANG, Y. Wear behavior of graded glass/zirconia crowns and their antagonists. *J Dent Res*, v. 98, n. 4, p. 437-42, 2019.

KELLY, J.R. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent*, v. 6, n. 81, p. 652-61, 1999.

KELLY, J.R.; RUNGRUANGANUNT, P.; HUNTER, B.; VAILATI, F. Development of clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, v. 104, n. 4, p. 228-38, 2010.

KELLY, J.R.; CESAR, P.F.; SCHERRER, S.S.; DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R.; THOLEY, M.; VICH, A.; LOHBAUER, U. ADM guidance-ceramics: Fatigue principles and testing. *Dent Mater*, v. 33, p. 1192-204, 2017.

KOK, P.; PEREIRA, G.K.R.; FRAGA, S.; JAGER, N.; VENTURINI, A.B.; KLEVERLAAN, C.J. The effect of internal roughness and bonding on the fracture resistance and structural reliability of lithium disilicate ceramic. *Dent Mater*, v. 33, p. 1416-25, 2017.

KOSMAC, T.; OBLAK, C.; JAVNIKAR, P.; FUNDUK, N.; MARION, L. The effect of surface grinding and sandblasting on

flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*, v. 15, n. 6, p. 426-33, 1999.

KOSMAC, T.; OBLAK, C.; MARION, L. The effects of dental grinding and sandblasting on ageing and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Eur Ceram Soc*, v. 28, p. 1085–90, 2008.

LAWSON, N.C.; JANYAVULA, S.; SYKLAWER, S.; MCLAREN, E. A.; BURGESS, J.A. Wear of enamel opposing zirconia and lithium disilicate after adjustment, polishing and glazing. *J Dent*, v. 42, p. 1586-91, 2014

LOHBAUER, U.; REICH, S. Antagonist wear of monolithic zirconia crowns after 2 years. *Clin Oral Investig*, v. 21, n. 4, p. 1165-72, 2017.

LU, J. “Handbook of Measurement of Residual Stresses”, Fairmont Press, Lilburn, 1996. USA, p.238.

LUCAS, T.J.; LAWSON, N.C.; JANOWSKIB, G. M.; BURGESS, J.O. Effect of grain size on the monoclinic transformation, hardness, roughness, and modulus of aged partially stabilized zirconia. *Dent Mater*, v. 31, n. 12, p. 1487-92, 2015.

LUDOVICHETTI, F.S.; TRINDADE, F.Z.; ADABO, G.L.; PEZZATO, L.; FONSECA, R.G. Effect of grinding and polishing on the roughness and fracture resistance of cemented CAD-CAM monolithic materials submitted to mechanical aging. *J Prosthet Dent*, v. 121, p. 1-8, 2019.

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

MADRUGA, C.F.L.; BUENO, M.G.; DAL PIVA, A.M.O.; PROCHNOW, C.; PEREIRA, G.K.R.; BOTTINO, M.A.; VALANDRO, L.F.; MELO, R.M. Sequential usage of diamond bur for CAD/CAM milling: effect on the roughness, topography and fatigue strength of lithium disilicate glass ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 91, p. 326-34, 2018.

MAO, L.; KAIZER, M.R.; ZHAO, M.; GUO, B.; SONG, Y.F.; ZHANG, Y. Graded ultra-translucent zirconia (5y-psz) for strength and functionalities. *J Dent Res*, v. 97, n. 11, p. 1222-8, 2018.

MATZINGER, M.; HAHNEL, S.; PREIS, V.; ROSENTRITT M. Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials. *Clin Oral Invest*, v. 16, p. 1-13, 2018.

MEIRA, J.B.C.; REIS, B.R.; TANAKA, C.B.; BALLESTER, R.Y.; CESAR, P.F.; VERSLUIS, A.; SWAIN, M.V. Residual stresses in Y-TZP crowns due to changes in the thermal contraction coefficient of veneers. *Dent Mater*, v. 29, p. 594-601, 2013.

MEIRELLES, P.D.; ROCHA, L.S.; PECHO, O.E.; DELLA BONA, A.; BENETTI, P. Intraoral repair of a chipped porcelain-zirconia restoration. *J Esthet Restor Dent*, v. 32, n. 5, p. 444-50, 2020.

MOHAMMADIBASSIR, M.; REZVANI, M.B.; GOLZARI, H.; SALEHI, E.M.; FAHIMI, M.A.; FARD, M.J.K. Effect of Two Polishing Systems on Surface Roughness, Topography, and Flexural Strength of a Monolithic Lithium Disilicate Ceramic. *J Prosthodont*, v. 28, n. 1, p. 172-80, 2017.

MORES, R.T.; BORBA, M.; CORAZZA, P.H.; DELLA BONA, A.; BENETTI, P. Influence of surface finishing on fracture load and failure mode of glass ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, v. 118, n. 4, p. 511-6, 2017.

MOTA, E.G.; NUNES L.S.; FRACASSO, L.M.; BURNETT JR, L.H.; SPOHR, A.M. The effect of milling and postmilling procedures on the surface roughness of CAD/CAM materials. *J Esthet Restor Dent*, v. 29, p. 450-8, 2017.

NAKAMURA, T.; TANG, X.; USAMI, H.; WAKABAYASHI, K.; YATANI, H. Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J Dent*, v. 40, p. 372-80, 2012.

ORTIZ, A.L.; RODRIGUES, C.S.; GUIBERTEAU, F.; ZHANG, Y. An in situ and ex situ study of the microstructural evolution of a novel lithium silicate glass-ceramic during crystallization firing. *Dent Mater*, v. 36, p. 645-59, 2020.

PECHO, O.E.; GHINEA, R.; IONESCU, A.M.; CARDONA, J.C.; DELLA BONA, A.; PEREZ, M.M. Optical behavior of dental zirconia and dentin analyzed by the Kubelka-Munk theory. *Dent Mater*, n. 31, p. 60-7, 2015.

PEREIRA, G.K.R.; FRAGA, S.; MONTAGNER, A.F.; SOARES, F.Z.M.; KLEVERLAAN, C.J.; VALANDRO, L.F. The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analyses. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 63, p. 417-42, 2016.

PEREIRA G.K.R.; GUILARDI, L.F.; DAPIEVE, K.S.; KLEVERLAAN, C.J.; RIPPE, M.P.; VALANDRO, L.F. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 85, p. 57-65, 2018.

PEREIRA G.K.R.; GRAUNKE, P.; MAROLI, A.; ZUCUNI, C.P.; PROCHNOW, C.; VALANDRO, L.F.; CALDAS, R.A.; BACCHI, A. Lithium disilicate glass-ceramic vs translucent zirconia polycrystals bonded to distinct substrates: Fatigue failure

load, number of cycles for failure, survival rates, and stress distribution. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 91, p. 122-30, 2019.

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

PJETURSSON, B.E.; SAILER, I.; MAKAROV, N.A.; ZWAHLEN, M.; THOMA, D.S.; All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater*, n. 31, v. 6, p. 624-39, 2015.

PREIS, V.; SCHMALZBAUER, M.; BOUGEARD, D.; SCHNEIDER-FEYER, S.; ROSENTRIT, M. Surface properties of monolithic zirconia after dental adjustment treatments and in vitro wear simulation. *J Dent*, v. 43, n. 1, p. 133-9, 2015.

RYAN, D.P.O.; FAIS, L.M.G.; ANTONIO, S.G.; HATANAKA, G.R.; CANDIDO, L.M.; PINELLI, L.A.P. Y-TZP zirconia regeneration firing: Microstructural and crystallographic changes after grinding. *Dent Mater J*, v. 36, n. 4, p. 447-53.

SAIKI, O.; KOIZUMI, H.; AKAZAWA, N.; KODAIRA, A.; OKAMURA K.; MATSUMURA, H. Wear characteristics of polished and glazed lithium disilicate ceramics opposed to three ceramic materials. *J of Oral Sci*, v. 58, n. 1, p. 117-23, 2016.

SAILER, I.; MAKAROVA, N.A.; THOMA, D.S.; ZWAHLENC, M.; PJETURSSON, B.E. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater*, n. 31, v. 6, p. 603-23, 2015.

SILVA, T.M.; SALVIA, A.C.R.D.; CARVALHO, R.F.; PAGANI, C.; ROCHA, D.M.; SILVA, E.G. Polishing for glass ceramics: Which protocol? *J of Prosthodont Res*, v. 58, p. 160-70, 2014.

SILVA, T.M.; SALVIA, A.C.R.D.; CARVALHO, R.F.; SILVA, E.G.; PAGANI, C. Effects of Different Polishing Protocols on Lithium Disilicate Ceramics. *Braz Dent J*, v. 26, n. 5, p. 478-83, 2015.

STAWARCZYK, B.; FREVERT, K.; ENDER, A.; ROOS, M.; SENER, B.; WIMMER, T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 59, p. 128-38, 2016.

SUTÉRIO, R. “Medição de tensões residuais por indentação associada à holografia eletrônica”. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, 2005.

TASKONAK, B.; BORGES, G.A.; MECHOLSKY, J.J.JR.; ANUSAVICE, K.J.; MOORE, B.K.; YAN, J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater*, v. 24, n. 9, p. 1149-55, 2008.

TANAKA, C.B.; HARISHA, H.; BALDASSARRI, A.; WOLFF, M.S.; TONG, H.; MEIRA, J.B.C.; ZHANG, Y. Experimental and finite element study of residual thermal stresses in veneered Y-TZP structures. *Ceram Int*, v. 42, n. 7, p. 9214–21, 2016.

THOLEY, M.J.; SWAIN, M.V.; THIEL, N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater*, v. 27, n. 11, p. 1102-10, 2011.

TINSCHERT, J.; NATT, G.; HASSENPFUG, S.; SPIEKERMANN, H. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. *Int J Comput Dent*, v. 7, n. 1, p. 25-45, 2004.

VICHI, A.; FONZAR, R.F.; GORACCI, C.; CARRABBA, M.; FERRARI, M. Effect of finishing and polishing on roughness and gloss of lithium disilicate and lithium silicate zirconia reinforced glass ceramic for CAD/CAM systems. *O Dent*, v. 43, n. 1, p. 90-100, 2018.

VIDOTTI, H.A.; CARVALHO, R.M.; COELHO, P.G.; ZAMBUZZI, W.F.; BONFANTE, G.; VALLE, A.L.; BONFANTE, E.A. Effect of mechanical fatigue on the bond between zirconia and composite cement. *J Adhes Dent*, v.19, p. 401–8, 2017.

VROCHARI, A.D.; PETROPOULOU, A.; CHRONOPOULOS, V.; POLYDOROU, O.; MASSEY, W.; HELLWIG, E. Evaluation of surface roughness of ceramic and resin composite material used for conservative indirect restorations, after repolishing by intraoral means. *J Prosthodont*, v. 26, p. 296–301, 2015.

WEIGL, P.; SANDER, A.; WU, Y.; FELBER, R.; LAUER, H.; ROSENTRITT, M. In-vitro performance and fracture strength of thin monolithic zirconia crowns. *J Adv Prosthodont*, v. 10, p. 79-84, 2018.

WENDLER, M.; BELLI, R.; PETSCHLT, A.; MEVEC, D.; HARRER, W.; LUBE, T.; DANZER, R.; LOHBAUER, U. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. *Dent Mater*, v. 33, n. 1, p. 99-109, 2017.

YOON, H.; NOH, H.; PARK, E. Surface changes of metal alloys and high strength ceramics after ultrasonic scaling and intraoral polishing. *J Adv Prosthodont*, v. 9, p. 188-94, 2017.

ZHANG, Y.; KIM, J.W. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater*, v. 25, p. 781-80, 2009.

ZHANG, Z.; ZHOU, S.; LI, Q.; LI, W.; SWAIN, M. Residual stresses in fabrication of core-veneered ceramic prostheses. *Adv Mater Res*, v. 97, n. 101, p. 2241-4, 2010.

ZHANG, Y.; CHAI, H.; LEE, J.J.W.; LAWN, B.R. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res*, v. 91, n. 3, p. 311-5, 2012.

ZHANG, Y.; MAIA, Z.; BARANI, A.; BUSH, M.; LAWN, B. Fracture-resistant monolithic dental crowns. *Dent Mater*, n. 32, p. 442-9, 2016.

ZHANG, Y.; KELLY, J.R. Dental ceramics for restoration and metal veneering. *Dent Clin N Am*, v. 61, p. 797-819, 2017.

ZHANG, Y.; LAWN, B. Evaluating dental zirconia. *Dent Mater*, v. 35, n. 1, p. 15-23, 2019.

ZUCUNI, C.P.; GUILARDI, L.F.; RIPPE, M.P.; PEREIRA, G.K.R.; VALANDRO, L.F. Fatigue strength of yttria-stabilized zirconia polycrystals: Effects of grinding and postprocessing treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 75, p. 512-20, 2017.

ZUCUNI, C.P.; DAPIEVE, K.S.; RIPPE, M.P.; PEREIRA, G.K.R.; BOTTINO, M.C.; VALANDRO, L.F. 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*, v. 93, p. 222-9, 2019a.

ZUCUNI, C.P.; PEREIRA, G.K.R.; DAPIEVE, K.S.; RIPPE, M.P.; BOTTINO, M.C.; VALANDRO, L.F. Low-fusing porcelain glaze application does not damage the fatigue strength of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*, v.99, p.198-205, 2019b.

ZUCUNI, C.P.; PEREIRA, G.K.R.; VALANDRO, L.F.; 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. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 103, p.1-9, 2020.

ARTIGO I

**INFLUENCE OF SURFACE FINISHING ON THE
MECHANICAL BEHAVIOR OF MONOLITHIC
ZIRCONIA³**

Introduction. The objective of this work was to verify the effect of surface finishing on the strength of monolithic zirconia: 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (3Y), and 5 mol.% yttria-stabilized zirconia polycrystal (5Y). Methods. Disc-shaped specimens (12 mm in diameter and 0.7 mm of thickness) of each zirconia were obtained (N=80) and divided into experimental groups according to the surface finishing: as-sintered (3Y-S and 5Y-S); overglaze (3Y-G and 5Y-G); finishing with ultra-fine-grained diamond rotatory instrument and polishing with abrasive rubber points (3Y-FP and 5Y-FP); and finishing and polishing followed by annealing (3Y-FPA and 5Y-FPA). The specimens were submitted to the piston-on-three balls biaxial flexural strength test, under 37°C water at 0.5 mm/min. The effect of surface finishing on the σ_f of each zirconia was evaluated by one-way ANOVA and Tukey, at a significance level of 5% ($\alpha=0.05$).

³ Fabiane MC, Lauxen JR, Rocha LS, Dietrich JR, Benetti P.

* Artigo submetido à Journal of Clinical Dentistry and Research.

Results. 3Y showed higher σ_f than 5Y. The σ_f of zirconia was influenced by the type of surface finishing. For 3Y, FP and FPA were promoted higher σ_f than G and S ($p < 0.001$). For 5Y, FP significantly reduced the σ_f . Glaze (G) and annealing after finishing and polishing (FPA) increased the strength of 5Y. Conclusion. surface treatments have different effect on 3Y and 5Y: while AP increases the fracture strength of 3Y, it reduces the strength of 5Y. Annealing or overglaze is recommended to increase 5Y strength after finishing and polishing.

Palavras-chave e/ou Keywords: Ceramics. Zirconia. Dental Finishing. Dentistry. Flexural Strength.

INTRODUCTION

Zirconia polycrystals were introduced in Dentistry with the aim to replace metallic structures. Zirconia is considered a smart material due to its intrinsic toughening mechanism: toughness increase by crystals phase transformation from tetragonal to monoclinic in response to stress. This phase transformation is accompanied by an increase of the crystals volume resulting in compression residual stress at loading areas and crack tips increasing the material strength. Despite its mechanical superiority compared to other dental ceramics, the first tetragonal zirconia polycrystal stabilized by 3 mol% of yttria (3YTZP) was relatively opaque and needed a layer of glass-ceramic (multi-layered restoration) to achieve acceptable esthetics (1). However, problems associated with the clinical performance of these restorations were reported, particularly, chipping and delamination of the veneering ceramic (2-5). The demand for the adequate combination of mechanical (strength) and optical properties (esthetics) motivated the development of esthetic monolithic zirconia: translucent zirconia (HT) and ultra-translucent zirconia (UT) (6,7). The microstructure and composition of traditional zirconia (3YTZP) were modified to enhance its translucency to reach the esthetic demands of dental rehabilitations (6). Thus, grain size was reduced, alumina was removed, and the sintering process was optimized to stabilized tetragonal and cubic zirconia (20-30%) increasing light

transmission and esthetics of the second generation 3YTZP. The third generation of zirconia polycrystals is composed from 4mol% (4YTZP) or 5mol% (5YPSZ) of yttria (6,7). Due to the higher content of yttria, more cubic zirconia is formed and stabilized during the sintering process (50-80%), and a larger grain size is obtained (1 to 4 μm), therefore a higher level of translucency is reached (8,9). On the other hand, cubic zirconia is more fragile and mechanically weak when compared to the tetragonal zirconia, therefore reducing its strength (biaxial strength of 450 to 740 MPa) compared to the 1st and 2nd zirconia generations (1100 MPa) (6,7,10).

Monolithic zirconia restorations are obtained by CAD-CAM system. After sintering, the external surface of the restorations is submitted to overglaze, or finishing and polishing procedures to reduce roughness. The overglaze layer powder is applied to the zirconia surface and submitted to a sintering cycle. The differences of thermal contraction (coefficient of thermal expansion - CTE) between overglaze and zirconia during cooling might generate a complex system of tension and compression stresses, which might impact the mechanical performance of the system (11,12). At the clinics, the restorations are checked for fitting, proximal and occlusal contacts, and adjustments are made using fine and extra-fine diamond rotatory instruments (finishing) and abrasive rubber points and diamond paste (polishing)(13, 14).

These procedures could introduce defects at the zirconia surface, which may propagate under loading resulting in a decrease of strength (15-17). In contrast, surface finishing and polishing procedures may induce tetragonal to monoclinic phase transformation, resulting in compressive stresses at the surface and increasing the material strength (16,18-21). After the finishing, polishing or overglaze, the restorations can be submitted to a firing cycle (annealing) at a temperature slightly higher (approximately 50°C) than the glass-transition temperature (T_g) and slow cooling to relax residual stresses (11,12).

Finishing procedures impact on the mechanical performance of monolithic zirconia may differ according to the composition, especially the tetragonal phase content, and microstructure of the material. Therefore, the goal of this study was to evaluate the effect of the surface finishing on the biaxial flexural strength of monolithic zirconias: 3YTZP (3Y) e 5YPSZ (5Y) testing the hypotheses: 3Y zirconia has higher flexural strength compared to 5Y, and different surface finishing has an influence on the biaxial strength of zirconia.

METHODOLOGY

The materials and instruments used in the present study are described in Table 1.

Table 1. Ceramic materials and finishing and polishing instruments used in the study.

Material (Manufacturer)	Especification	Composition (%vol)	CTE (10⁻⁶/C)
Ceramill Zolid ZI (Amann Girrbach)	3Y	ZrO ₂ + HfO ₂ + Y ₂ O ₃ - ≥99,0; Y ₂ O ₃ - 4,5–5,6; HfO ₂ - ≤ 5; Al ₂ O ₃ - ≤ 0,5; other oxides - ≤ 1	10,4 ± 0,5
Ceramill Zolid FX White (Amann Girrbach)	5Y	ZrO ₂ + HfO ₂ + Y ₂ O ₃ - ≥ 99,0; Y ₂ O ₃ - 6,7 – 7,2; HfO ₂ - ≤ 5; Al ₂ O ₃ - ≤ 0,5; other oxides - ≤ 1	10,4 ± 0,5
Vita Akzent® (Vita Zahnfabrik)	Overglaze	Low fusion glass – powder and liquid technique	9,3 ± 0,5
Extrafine diamond rotatory instrument #2135FF (KG Sorensen)	Finishing	Stainless steel and diamond (30 µm)	-
Optrafine (Ivoclar Vivadent)	Abrasive rubber points - Polishing	Silicone point with diamond particles	-
Optrafine HP (Ivoclar Vivadent)	Polishing brush - Polishing	Synthetic nylon fibers	-

Non-sintered 3Y and 5Y zirconia blocs for CAD/CAM were milled into discs (N=80 of each zirconia) of 0.9 mm in thickness x 14.8 mm in diameter. Discs were sintered in a furnace (MVR-Besser Digital) following the zirconia protocol recommended by

the manufacturer: maximum temperature 1550°C and total sintering time of 10 h. After sintering the final dimensions of 0.7 mm x 12 mm were checked using a digital caliper (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan).

The specimens of each zirconia were randomly divided into the experimental groups (n=20), according to the surface finishing protocol: as sintered (S); finishing and polishing (FP); annealing (FPA); overglaze (G). All the surface finishing were performed by a trained operator at one of the specimen surfaces, which was later submitted to tensile stresses in the biaxial flexure strength test.

For G group, a low fusion glass powder was mixed with modelling liquid (1:2) and applied to the zirconia surface using a brush (#00, Condor, São Bento do Sul, Brazil). The glaze was sintered following the manufacturer's instructions (pre-drying at initial temperature of 500°C for 4 min, heating rate of 80°C/min, and final temperature of 900°C for 1 min).

The surface of 40 specimens of each zirconia was painted with a permanent marker to control the area submitted to finishing and polishing procedures (FP). The finishing was performed with a cylindrical diamond rotatory instrument attached to a high-speed dental handpiece under water cooling, until the total removal of the ink. The instruments were changed after every 10 samples. Polishing was performed using abrasive rubber points and brush,

using polishing paste, under water cooling, until a clinically observed shine surface was obtained.

After the finishing and polishing, 20 specimens were submitted to the annealing firing cycle at the furnace (Vacumat 600MP – Vita Zahnfabrik): heating 65°C/min, final temperature 1050°C, holding time of 15 min, slow cooling at 25°C/min. The control group received no treatment after sintering (S).

The piston-on-three-balls biaxial flexure strength test was performed in a universal testing machine. The treated surface (finishing, polishing, glaze, annealing) was submitted to the tensile stresses, under 37°C water, during the test. A gradual compression force (0,5 mm/min) was applied by a flat piston with 1mm in diameter at the center of the specimen until fracture. The maximum fracture load (N) was recorded, and the biaxial flexural strength (σ_f) was calculated (ISO 6872.2:2008). Data was analyzed by Two-Way ANOVA to evaluate the influence of type of zirconia and surface treatment on the σ_f . One-Way ANOVA and Tukey was performed to analyze the effect of surface treatments on each zirconia type ($\alpha=0,05$).

RESULTS

3Y presented higher σ_f than 5Y ($p<0,001$). Surface finishing have a significant influence on the mechanical strength of these materials, but the effect varied according to the type of

zirconia. For 3Y, FP and FPA showed higher σ_f compared to G and S, which presented similar behavior (Table 2). In contrary, FP decreased the 5Y σ_f compared to the other groups (Table 3). Glaze (G) and annealing (FPA) increased the ceramic's strength.

Table 2 – Biaxial flexural strength mean and statistical analysis results for 3Y.

Group	Mean (MPa)*	Standard deviation
3Y_FP	1036,4 A	241,3
3Y_FPA	814,4 AB	185,7
3Y_G	535,6 C	108,7
3Y_S	659,0 BC	188,0

*Same letters on the column indicate similarities between 3Y zirconia groups ($p < 0.001$).

Table 3 – Biaxial flexural strength mean and statistical analysis results for 5Y.

Group	Mean (MPa)*	Standard deviation
5Y_FP	348,6 c	109,1
5Y_FPA	472,2 ab	127,5
5Y_G	517,2 a	135,3
5Y_S	392,3 bc	109,8

*Same letters on the column indicate similarities between 5Y zirconia groups ($p < 0.001$).

DISCUSSION

Zirconia stands among ceramics due to their excellent mechanical properties and esthetics, which was significantly improved over the years. Zirconia restorations are obtained by CAD-CAM and are sintered in a special furnace. After sintering, the restorations are submitted to different finishing protocols at the laboratory before it is delivered to the clinician. At the dental office, clinical adjustments of fit, contour and occlusion are often necessary, and a variety of finishing and polishing protocols can be used for this purpose.

All these procedures have the potential to generate tensile and compressive stresses that could affect zirconia mechanical behavior depending on the type of material and the finishing protocol applied (13,14,16-18,20-22). Critical defects and high magnitude tensile stresses located at the surface significantly can reduce the mechanical strength of zirconia. On the other hand, compressive stresses could oppose to the forces of a crack propagation at the surface resulting on an increase of zirconia strength. Therefore, the present study investigated the influence of frequently used finishing protocols on the mechanical behavior of two types of zirconia: translucent 2nd generation 3YTZP and ultra-translucent 3rd generation 5YPSZ.

3Y zirconia presented higher mechanical strength than 5Y, accepting the first hypothesis of the study. This result agrees with the findings of other studies, which attributed the mechanical

superiority of 3Y to its higher content of tetragonal phase crystals compared to 5Y (6-8). Despite the significant improvement of translucency by the addition of cubic phase (more than 50%) (22-24), 5Y zirconia present lower content of tetragonal crystals, which the main responsible for the phase-transformation toughening mechanism of this type of material, decreasing its strength.

In the present study, surface finishing had a significant influence on the strength of zirconia, rejecting the second hypothesis of the study. Finishing and polishing protocol increased the 3Y strength. According to the literature (14,16,20,21,24), these treatments could have generated compressive stresses at the material surface by phase transformation (tetragonal to monoclinic) and by the action of polishers, increasing 3Y strength. In this ceramic, the annealing promoted similar strength to the control group (as-sintered specimens), and lower than the strength obtained by finishing and polishing. Heating the 3Y above its T_g could have contributed to release the compressive residual stresses originated by finishing and polishing resulting in the observed decrease of strength to as-sintered experimental group levels. Glaze application also resulted in strength similar to the control group (S). 3Y mechanical properties are much higher than the low-fusing glass used for glazing, resulting in low influence of glaze on the zirconia final strength. In this case, overglaze can be used with the main purposes of promoting a smooth and glossy surface and

for color characterizations, without expecting any increase on 3Y strength. The results of the present study confirm the findings of Zucuni et al. (16,20,21), that demonstrated that thermal treatment and glaze applied after finishing resulted in lower strength of this zirconia compared to polishing, which increased the strength values. In the contrary, Guazzato et al. (10) showed that fine polishing might remove the compressive stress layer at the surface decreasing the flexure strength previously obtained by sandblasting. In addition, Botelho et al. (19) found no reduction of zirconia strength after finishing with diamond rotatory instruments but emphasizes the importance of polishing after finishing procedures.

The effect of surface finishing on the 5Y flexural strength was found to be different to the 3Y. The overglaze increased the 5Y (lower toughness zirconia) flexure strength compared to the control group. Finishing and polishing protocol resulted in a significant decrease of the 5Y mechanical performance. The diamond rotatory instruments, and polishing abrasive points might have introduced defect, promoted grains detachment, or generated tensile stresses at the surface, decreasing 5Y strength. However, annealing was able to increase the 5Y strength to values similar to the glazed group. Based on these results, after finishing and polishing, 5Y should be submitted to annealing process or reglaze to reach a higher strength. However, this information could have a

significant clinical impact, since zirconia restorations often require intra-oral adjustments (finishing and polishing) after cementation, with no further possibility of a new firing cycle. The study suggests a temporary cementation of the 5Y restorations to adjust fit, contour and occlusion, enabling the removal of the piece for reglazing or annealing procedures before the final cementation.

It is important to noticed that, whenever needed finishing must be performed under water cooling, with low-grit diamond rotatory instruments (extra-fine), as the introduction of surface defects could result in a decrease of the ceramics strength (16, 20, 21). Also, polishing with silicon abrasive points and polishing paste after finishing is highly recommended to reduce or eliminate surface defects generated by the action of diamond burs (Botelho et al., 2018). Other intraoral polishing alternatives, and the surface treatments impact on the longevity of cemented zirconia restorations under service could be the topic of future studies.

CONCLUSION

This study highlights the importance of a careful election of the surface finishing protocol for zirconia restorations based on the type, composition and microstructure of each material. 2nd generation 3YTZP zirconia presented higher flexural strength than 3rd generation 5YPSZ, independently of the finishing method. Finishing and polishing resulted in the highest strength of 3Y

zirconia, thus, from the mechanical perspective, is the best final surface treatment. In the contrary, 5Y strength was significantly reduced by finishing and polishing protocols. For this zirconia, glaze or annealing is recommended after adjustments with diamond rotatory instruments and polishing to increase the material strength.

REFERENCES

1. Zhang Y, Chai H, Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *Journal of dental research*. 2012;91(3):311-5.
2. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2015;31(6):603-23.
3. Pjetursson BE, Sailer I, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: Single crowns. *Clinical oral implants research*. 2007;18 Suppl 3:73-85.
4. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2015;31(6):624-39.
5. Wendler M, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U. Characterization of residual stresses in zirconia veneered bilayers assessed via sharp and blunt indentation. *Dental materials : official*

publication of the Academy of Dental Materials. 2015;31(8):948-57.

6. Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *Journal of dental research*. 2018;97(2):140-7.

7. Zhang Y, Lawn BR. Evaluating dental zirconia. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2019;35(1):15-23.

8. Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. 2016;59:128-38.

9. Mao L, Kaizer MR, Zhao M, Guo B, Song YF, Zhang Y. Graded Ultra-Translucent Zirconia (5Y-PSZ) for Strength and Functionalities. *Journal of dental research*. 2018;97(11):1222-8.

10. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2004;20(5):449-56.

11. Benetti P, Kelly JR, Della Bona A. Analysis of thermal distributions in veneered zirconia and metal restorations during firing. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(11):1166-72.

12. Benetti P, Kelly JR, Sanchez M, Della Bona A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014;30(5):554-63.

13. 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. *The journal of advanced prosthodontics*. 2019;11(2):81-7.

14. Preis V, Grumser K, Schneider-Feyrer S, Behr M, Rosentritt M. The effectiveness of polishing kits: influence on

surface roughness of zirconia. The International journal of prosthodontics. 2015;28(2):149-51.

15. Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2018;85:57-65.

16. 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. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2017;75:512-20.

17. Bankoglu Gungor M, Yilmaz H, Karakoca Nemli S, Turhan Bal B, Aydin C. Effect of surface treatments on the biaxial flexural strength, phase transformation, and surface roughness of bilayered porcelain/zirconia dental ceramics. The Journal of prosthetic dentistry. 2015;113(6):585-95.

18. Fraga S, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, Kleverlaan CJ, May LG. Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials. 2017;33(11):1286-97.

19. Botelho MG, Dangay S, Shih K, Lam WYH. The effect of surface treatments on dental zirconia: An analysis of biaxial flexural strength, surface roughness and phase transformation. Journal of dentistry. 2018;75:65-73.

20. 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. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2019;93:222-9.

21. Zucuni CP, Guilardi LF, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Polishing of Ground Y-TZP Ceramic is Mandatory for Improving the Mechanical Behavior. Brazilian dental journal. 2018;29(5):483-91.

22. Pfefferle R, Lumkemann N, Wiedenmann F, Stawarczyk B. Different polishing methods for zirconia: impact on surface, optical, and mechanical properties. *Clinical oral investigations*. 2020;24(1):395-403.
23. Carrabba M, Vichi A, Vultaggio G, Pallari S, Paravina R, Ferrari M. Effect of Finishing and Polishing on the Surface Roughness and Gloss of Feldspathic Ceramic for Chairside CAD/CAM Systems. *Operative dentistry*. 2017;42(2):175-84.
24. Saker S, Ozcan M. Effect of surface finishing and polishing procedures on color properties and translucency of monolithic zirconia restorations at varying thickness. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2021;33(6):953-63.

APÊNDICES

APÊNDICE 1

Dear editor-in-chief,

We have the pleasure to send the manuscript **“Influence of surface finishing on the mechanical behavior of monolithic zirconia”** to be considered for publication as a research article in your prestigious journal.

This study highlights the importance of a careful election of the surface finishing protocol for zirconia restorations based on the type, composition and microstructure of each material. 2nd generation 3YTZP zirconia presented higher flexural strength than 3rd generation 5YPSZ, independently of the fishing method. Finishing and polishing resulted in the highest strength of 3Y zirconia, thus, from the mechanical perspective, annealing or reglaze are not necessary. However, 5Y strength was significantly reduced by finishing and polishing protocols. For this zirconia, glaze or annealing is recommended after adjustments with diamond rotatory instruments and polishing to increase the material strength.

We hope this manuscript is adequate for publication in Journal of Clinical Dentistry and Research.

Sincerely,

The authors

Figura 1. Cover Letter de submissão do artigo à JCDR.

APÊNDICE 2

Influence of surface finishing on the mechanical behavior of monolithic zirconia

Mariane Cássia Fabiane ^a

Jonathan Rodrigo Lauxen ^b

Larissa Simião da Rocha ^b

João Renato Dietrich ^c

Paula Benetti ^d

^a DDS, MSc in Clinical Dentistry at the University of Passo Fundo - UPF

^b DDS, MSc, PhD student in Clinical Dentistry at the University of Passo Fundo - UPF

^c DDS, Master student in Clinical Dentistry at the University of Passo Fundo - UPF

^d DDS, Restorative Dentistry Specialist and MSc at the Federal University of Pelotas, Prosthodontics Specialist and PhD at UNESP, Professor of Dental Prosthesis at the University of Passo Fundo - UPF

Corresponding author:

Paula Benetti

University of Passo Fundo Dental School - Campus I,

Bairro São José, BR 285, Passo Fundo, RS, Brazil, 99001-970

+55 54 81141400

E-mail: paulabenetti@upf.br

Figura 2. Title Page de submissão do artigo à JCDR.