

# **AVALIAÇÃO ESTRUTURAL E MECÂNICA DE SISTEMAS BICAMADAS DE ZIRCÔNIA 3Y/5Y-TZP SINTERIZADOS A DIFERENTES TEMPERATURAS: ESTUDO DA INTERFACE E DA LONGEVIDADE EM CONDIÇÕES SIMULADAS**

GIULIA GONÇALVES DIAS<sup>1</sup>; TIAGO CAMPOS MOREIRA<sup>2</sup>, GIANA DA SILVEIRA LIMA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – giuliagdias05@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – moreiratiago22@gmail.com

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas - gianalima@gmail.com

## **1. INTRODUÇÃO**

A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) tornou-se um dos principais materiais cerâmicos em reabilitações odontológicas, devido à sua elevada resistência à flexão, tenacidade à fratura, biocompatibilidade e estabilidade química (Benalcázar-Jalkh et al., 2023; Pereira et al., 2023b). Com o intuito de conciliar estética e resistência, surgiram os sistemas multicamadas, considerados a quarta geração da zircônia, que unem a resistência da 3Y-TZP à translucidez da 5Y-TZP (Benalcázar-Jalkh et al., 2023; Sousa et al., 2024). Entretanto, estudos recentes mostram que sua resistência à flexão é inferior à dos materiais monolíticos, devido à concentração de tensões nas interfaces, o que compromete a confiabilidade mecânica (Pereira et al., 2023a; Sousa et al., 2024).

A sinterização em altas temperaturas (1550 °C) favorece a densificação e reduz a porosidade interfacial, mas pode induzir crescimento de grãos e tensões residuais (Sousa et al., 2025). Já temperaturas mais baixas (1450 °C) têm sido propostas para preservar a microestrutura e manter propriedades equilibradas (Pereira et al., 2023a). Resultados divergentes entre materiais sinterizados nessas duas condições evidenciam a necessidade de padronizar metodologias e comparar as interfaces multicamadas.

Desta forma, o presente trabalho descreve o projeto de um estudo in vitro que será conduzido para investigar sistematicamente o comportamento mecânico e estrutural de sistemas bicamadas de zircônia 3Y/5Y-TZP sinterizados em diferentes condições térmicas, visando compreender os efeitos da interface e prever sua resposta a longo prazo em condições simuladas de uso clínico.

## **2. METODOLOGIA**

O presente estudo é caracterizado como uma pesquisa in vitro. As amostras serão derivadas de material zircônia divididas em três grupos, sendo dois controles (3Y-TZP e 5Y-TZP) e um experimental bicamada (3Y/5Y-TZP).

Grupo controle - as amostras serão compostas de 0,9 g de pó de cada material (3Y-TZP e 5Y-TZP) compactados uniaxialmente em matriz de aço temperado (15 mm de diâmetro) sob 166 MPa por 30 s.

Grupo experimental – amostra composta de um sistema bicamada com 0,45 g de 3Y-TZP e 0,45 g de 5Y-TZP: com deposição inicial do 3Y-TZP para pré-compactação, seguido para compactação final com 5Y-TZP.

Ao todo, 288 amostras serão confeccionadas e sinterizadas em forno convencional a 1450 °C (grupo 1) ou 1550 °C (grupo 2), por 2 h, com taxa de

aquecimento de 3 °C/min. Para cada material (3Y-TZP, 5Y-TZP e 3Y/5Y-TZP), 156 corpos de prova serão sinterizados em cada temperatura.

Para caracterização das amostras será realizado uma análise microestrutural e de densidade. A densidade aparente será determinada em um espécime de cada grupo ( $n = 6$ ) pelo método de Arquimedes (ASTM C373-18), com adaptações para materiais sinterizados. As amostras serão secas a 110 °C por 24 h, resfriadas em dessecador e pesadas. Em seguida, serão fervidas em água destilada por 2 h para completa saturação, mantidas imersas até a pesagem, enxugadas levemente e novamente pesadas no ar. Por fim, serão pesadas suspensas em água destilada. A densidade será calculada a partir dessas três medidas, e os ensaios realizados em triplicata. A densidade teórica dos pós cerâmicos será considerada com base nos valores fornecidos pelos fabricantes, permitindo também a estimativa da porosidade aparente de cada grupo analisado (Luz et al., 2021; Sousa et al., 2024).

Após, será realizado uma análise microestrutural para caracterizar as fases cristalinas (tetragonal, cúbica e monoclinica) e investigar a interface das amostras 3Y-TZP, 5Y-TZP e 3Y/5Y-TZP, serão utilizadas 18 amostras ( $n = 3$  por grupo). A difração de raios X será empregada para identificar fases e possíveis transformações decorrentes da sinterização, enquanto a microscopia eletrônica de varredura permitirá observar a interface bicamada, a porosidade, defeitos estruturais e aspectos microestruturais como tamanho e distribuição de grãos (Sousa et al., 2024, 2025).

Para avaliar as características mecânicas das amostras será utilizado o teste de flexão biaxial e o ensaio de fadiga. Será realizado o ensaio de flexão biaxial monotônico (ISO 6872:2015 em 30 amostras por grupo, usinadas em discos ( $1,2 \pm 0,2$  mm de espessura;  $14 \pm 2$  mm de diâmetro). Os testes ocorrerão em máquina universal calibrada (velocidade  $1,0 \pm 0,5$  mm/min; célula de carga 10–2500 N, precisão  $\pm 1\%$ ). O dispositivo terá três esferas de aço ( $4,5 \pm 2$  mm) dispostas a 120° em circunferência de  $11 \pm 1$  mm, e a carga será aplicada no centro por pino plano ( $1,4 \pm 0,2$  mm). Películas de polietileno (0,05 mm) serão usadas para reduzir tensões. Cada amostra será levada até a fratura, registrando-se a força máxima com resolução mínima de  $\pm 0,1$  N. (Luz et al., 2021; Pereira et al., 2023a; Sousa et al., 2024, 2025).

A fadiga cíclica dos sistemas cerâmicos bicamadas será avaliada por ensaio de flexão biaxial piston-on-three-balls (P-3B), em meio aquoso (ISO 6872). A longevidade será determinada pelo método *step-stress accelerated life testing* (SSALT), com carregamentos cíclicos progressivos até a falha ou fim do perfil. Serão aplicados três perfis (leve, moderado e agressivo), com cargas entre 30% e 60% da resistência média monotônica, distribuindo-se 18 amostras por grupo (9, 6 e 3, respectivamente). Os ensaios ocorrerão a 15 Hz, com espécimes imersos em água. Além disso, as amostras serão submetidas à fadiga em carga constante (até  $2 \times 10^6$  ciclos, abaixo do limite de fratura), seguidas de ensaio monotônico para comparação com controles.

A análise estatística dos testes mecânicos será realizada por meio do modelo de confiabilidade de Weibull, a partir do qual serão determinados a resistência característica ( $\sigma_0$ ), o módulo de Weibull ( $m$ ) e seus respectivos intervalos de confiança para estimar e comparar a confiabilidade mecânica dos grupos.

Por fim, será possível, por meio deste estudo integrar os resultados dos diferentes métodos de caracterização para correlacionar parâmetros de sinterização, microestrutura, interface e desempenho mecânico. O efeito da sinterização buscará avaliar a influência das temperaturas de 1450 °C e 1550 °C na densificação, crescimento de grãos e tensões residuais. Além disso, serão identificadas as fases cristalinas por difração de raios X (DRX) e analisadas a porosidade, a continuidade e a adaptação interfacial por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Pela interface será possível investigar a coesão entre 3Y e 5Y-TZP, destacando zonas críticas de tensões ou defeitos estruturais. As propriedades mecânicas serão relacionadas por meio de ensaios de flexão biaxial às análises microestruturais, verificando impacto da sinterização na resistência à fratura e na confiabilidade (módulo de Weibull e  $\sigma_0$ ). A correlação integrada permitirá cruzar dados microestruturais e mecânicos para explicar variações no desempenho e orientar protocolos de processamento mais eficazes. A fadiga irá analisar a sobrevivência, cargas finais e número de ciclos, sem ajuste por Weibull. Enquanto, as amostras fraturadas serão examinadas por fractografia para identificar mecanismos de falha, direção de propagação da trinca e origem da fratura, avaliando qualitativamente o papel da interface no comportamento sob carga cíclica.

### 3. RESULTADOS ESPERADOS

Espera-se que os sistemas bicamadas 3Y/5Y-TZP apresentem diferentes comportamentos mecânicos e microestruturais conforme a temperatura de sinterização. A 1450 °C, prevê-se microestrutura mais fina e tensões preservadas; a 1550 °C, maior densificação, mas também crescimento de grãos e tensões residuais na interface.

Nos ensaios monotônicos de flexão biaxial, espera-se observar diferenças significativas de resistência entre os grupos, variações nas curvas tensão-deformação e estimativas confiáveis de módulo de Weibull ( $m$ ) e resistência característica ( $\sigma_0$ ). A caracterização por DRX deve revelar alterações no conteúdo de fases, especialmente na estabilidade tetragonal interfacial, enquanto o MEV deve evidenciar o grau de coesão ou descontinuidade entre camadas, correlacionado aos modos de falha.

Enquanto, nos ensaios de fadiga (Step-Stress), projeta-se menor vida útil em amostras sinterizadas a 1550 °C, com falhas iniciando preferencialmente na interface e diferenças nos ciclos até a fratura e nas cargas finais.

Por fim, a análise integrada deve estabelecer correlações entre sinterização, microestrutura, interface e desempenho mecânico, permitindo identificar o protocolo térmico mais eficaz e subsidiar a padronização de metodologias de produção e análise de zircônias multicamadas para aplicação clínica.

### 4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BENALCÁZAR-JALKH, Ernesto B. *et al.* **A Narrative Review on Polycrystalline Ceramics for Dental Applications and Proposed Update of a Classification System.** [S. l.]: Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), 2023.

LUZ, Julio Nogueira *et al.* Novel speed sintered zirconia by microwave technology. **Dental Materials**, [s. l.], v. 37, n. 5, p. 875–881, 2021.

PEREIRA, Raíssa Monteiro *et al.* A comparative study of mechanical properties of yttria stabilized zirconia monolithic and bilayer configuration for dental application. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, [s. l.], v. 148, 2023a.

PEREIRA, Raíssa Monteiro *et al.* **An engineering perspective of ceramics applied in dental reconstructions**. [S. l.]: Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de Sao Paulo, 2023b.

SOUSA, Edisa O. *et al.* Experimental bilayer zirconia systems after aging: Mechanical, optical, and microstructural characterization. **Dental Materials**, [s. l.], v. 41, n. 4, p. 391–401, 2025.

SOUSA, Edisa O. *et al.* Nanomechanical and microstructural properties of experimental bilayered zirconia ceramics after hydrothermal aging. **Ceramics International**, [s. l.], v. 50, n. 19, p. 36418–36427, 2024.