

RODRIGO OTHÁVIO DE ASSUNÇÃO E SOUZA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE
JATEAMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E NA
ESTABILIDADE ESTRUTURAL DE UMA CERÂMICA
POLICRISTALINA DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL
PARCIALMENTE ESTABILIZADA COM ÍTRIA.**



2009

RODRIGO OTHÁVIO DE ASSUNÇÃO E SOUZA

INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE JATEAMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E NA ESTABILIDADE ESTRUTURAL DE UMA CERÂMICA POLICRISTALINA DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL PARCIALMENTE ESTABILIZADA COM ÍTRIA.

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para Obtenção do Título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

São José dos Campos

2009

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2008.

Souza, Rodrigo Othávio de Assunção e

Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria./ Rodrigo Othávio de Assunção e Souza. __ São José dos Campos: [s.n.]; 2009.

155.f. : il.

Projeto de Pesquisa (Programa de Pós-Graduação em Odontologia, área de Concentração em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2008.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

1. Resistência à flexão - 2. Cerâmica - 3. Materiais Dentários.

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 27/11/2009

Assinatura:

E-mail: roasouza@yahoo.com.br

Banca Examinadora

Professor Titular Marco Antonio Bottino (Orientador)

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Professor Adjunto Luiz Felipe Valandro Soares

Faculdade de Odontologia
Universidade Federal de Santa Maria - UFSM

Professor Doutor Eduardo Miyashita

Faculdade de Odontologia
Universidade Paulista - UNIP

Professor Doutor Paulo Francisco Cesar

Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo - USP

Professor Doutor Carlos Augusto Pavanelli

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista - UNESP

São José dos Campos, 13 de Agosto de 2009

DEDICO ESTA TESE:

“Entra na minha casa, entra na minha vida, mexe com minha estrutura, sara todas as feridas, me ensina a ter santidade, quero amar somente a Ti, porque o Senhor é meu bem maior, FAZ UM MILAGRE EM MIM...”

A Deus, Pai todo poderoso, por sempre ter me guiado pelo caminho da retidão, iluminado todos os meus passos e colocando pessoas tão maravilhosas e especiais em minha vida. Por abençoar, todos os dias, a minha vida, a dos meus amigos e de toda a minha família, renovando nosso espírito e lapidando nosso coração, para que sejamos pessoas melhores a cada dia.

Aos meus pais, Raimundo Nonato de Souza e Maria da Natividade Assunção de Souza, OBRIGADO, OBRIGADO, MUITO OBRIGADO. Não sei como agradecer por todo o apoio, todo o incentivo e por todas as coisas possíveis e as aparentemente impossíveis que vocês me proporcionaram. Mesmo diante das dificuldades, nós (eu e meu irmão) sempre fomos prioridade na vida de vocês, em absolutamente tudo, mas principalmente com relação a nossa educação, que vocês sempre investiram muito, por entenderem que o estudo é a melhor herança que vocês podem nos deixar. Obrigado por me ensinarem que o amor e o respeito às pessoas são sentimentos importantes para termos um convívio harmonioso na sociedade e que amigos são presentes de Deus em nossas vidas. Obrigado pela confiança, compreensão e amor incondicional. A vocês, dedico todas as minhas conquistas e toda a minha vida. Amo vocês mais do que tudo na vida!

A Felipe Aurélio de Assunção e Souza, meu irmão, melhor amigo, companheiro de todos os momentos. Não consigo imaginar minha vida sem a sua presença ao meu lado. Seria um vazio...um imenso vazio. É com você que sempre posso contar com certeza do SIM, independente do tamanho da dificuldade. Quando fecho os olhos e me lembro dos momentos mais difíceis de nossas vidas, estamos lá, eu e você, sempre um ao lado do outro. Obrigado pela sua amizade, pelo seu amor e companheirismo de todas as horas. Tenha certeza irmão que seremos sempre unidos pelo sentimento mais puro que pode existir entre duas pessoas; sentimento este que nossos pais sempre nos ensinaram a ter um pelo outro: O AMOR. Te amo muito!

Aos meus avós Lauro Miranda de Assunção (in memoriam) e Maria de Jesus Assunção, e João Nestor de Souza (in memoriam) e Vicência Alves de Sousa (in memoriam), pelos seus sábios ensinamentos e por terem me ensinado a importância da família em minha vida. Minha eterna gratidão.

A Maria José Pinheiro, minha segunda mãe, mãe de criação, mãe de coração, por ter me educado, por ter me amado como um filho, ensinando-me desde criança os conceitos de responsabilidade, organização e caráter. Zezé, te dizer obrigado é muito pouco para você que dedicou 15 anos de sua vida à minha vida e que, ainda hoje mesmo estando distante, me dá muito carinho, atenção, apoio e incentivo. Zezé, muito obrigado por você torcer e vibrar com as minhas vitórias e principalmente por ter me educado e criado como um filho. Dedico a você todas as minhas conquistas. Obrigado por tudo. Te amo muito.

Aos meus, tios, tias, avós, primos e primas. Pela certeza que a realização deste trabalho representa um momento de satisfação e orgulho para todos. Obrigado pelo carinho.

A Helga Adachi Medeiros Barbosa, minha namorada, "namorida", amiga, companheira de todos os dias, pelo seu amor, dedicação, amizade e compreensão. Amor tenha certeza que esta conquista também é sua, principalmente por você ter participado e dividido comigo as etapas difíceis ao longo da minha Pós-graduação. Saiba que dentre todos os presentes que Deus me deu, você é um dos mais especiais. Obrigado por todos os momentos inesquecíveis ao seu lado, pela sua paciência, pela paz que você me transmite e por saber que posso contar sempre contigo. Te amo muito!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu Orientador, Prof. Tit. Marco Antonio Bottino, pela amizade e por ter me acolhido nesta instituição, me dando a oportunidade de realizar mais um sonho em minha vida. Durante os 5 anos que convivi com o senhor, ao longo da minha Pós-graduação, tive a oportunidade de aprender e desenvolver pesquisas sobre materiais e técnicas restauradoras de última geração. Conheci e aprendi com os melhores e mais respeitados professores de Materiais Dentários do mundo. Tudo isso só foi possível pela sua dedicação ao Curso de Pós-Graduação e pelo teu contínuo incentivo ao nosso aprimoramento. Tenha certeza que as suas considerações e ensinamentos ao longo deste período contribuíram para o meu crescimento profissional. Obrigado pelo seu apoio e ajuda nos momentos difíceis de minha vida. Foi muito prazeroso conviver com o senhor esses anos. Meu eterno agradecimento.

Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli, meu orientador de Mestrado, pela amizade, pelo carinho e maneira amável que você e sua família (D. Heloísa, Humberto e Érica) sempre me trataram. Por todas as vezes que precisei de tua ajuda e conselhos e tu sempre me recebeste de maneira paciente e fraterna. Muito obrigado por tudo.

Ao Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro Soares, pela amizade, por ter me ensinado a difícil e árdua arte da publicação internacional, pela sua ajuda constante e dedicação às pesquisas da Pós-graduação e principalmente pelas vezes que você sempre me atendeu com atenção, mostrando-se sempre disponível para me ajudar. Obrigado pela maneira tão hospitaleira que você e a Karla Kantorski receberam-me em sua residência durante a etapa de ciclagem mecânica desse estudo. Muito obrigado.

Ao Prof. Dr. Eduardo Miyashita, mestre, amigo, com quem aprendi não só arte da Prótese Fixa e os conceitos modernos da Oclusão, mas principalmente os princípios de ética e do respeito. Obrigado pelas infinitas vezes que precisei de sua ajuda e você sempre me disse SIM. Pelos momentos que tive a oportunidade de estar ao seu lado, seja em Congressos, fotografando casos clínicos ou até mesmo comendo uma pizza ou tomando um vinho. Guardo todas essas lembranças com muito carinho porque as considero especiais. Muito obrigado Professor Edu pelos ensinamentos transmitidos desde o meu curso de especialização até os dias atuais, pelo exemplo de sabedoria, dedicação, didática, caráter, e, principalmente, pela sua amizade. Levarei sempre comigo os seus ensinamentos. Meus eternos agradecimentos.

Ao meu amigo **Alfredo Mikail Melo Mesquita**, pelas oportunidades que sempre me deu, pelos momentos inesquecíveis que passamos juntos, desde o primeiro momento que te conheci na UNIP, quando fui seu aluno. Obrigado pela sua confiança, por ter me orientado durante meu período de estágio na UNESP, pela experiência na docência que adquiri quando você me convidou para participar do seu curso de prótese na APCD, pelo apoio nos momentos difíceis e pelo prazer de te ter como meu amigo. Obrigado pelos seus conselhos e orientações, e principalmente por sempre me acolher com carinho em sua casa, juntamente com sua família: D. Ivany e Sr. Newton, pessoas maravilhosas que aprendi a gostar como se fossem de minha família. A você meu amigo, sou grato eternamente! Muito obrigado.

Aos Professores do Curso de Especialização da Faculdade de Odontologia da Universidade Paulista - UNIP/SP, Prof^ª Valéria Giannine, Prof Humberto Zanetti, Prof Edmir Colonello, Prof Henrique Cerveira Netto, Prof^ª Diana Capelli Barca e Prof^ª Mirian Pereira Novaes pela amizade, confiança e por terem contribuído intensamente para minha formação profissional e pessoal. Meus eternos agradecimentos.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. **José Roberto Rodrigues**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, Coordenado pelo Prof. Adjunto **Clovis Pagani**.

Aos **Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica, bem como pelo prazer de ter convivido com todos durante os anos de minha Pós-Graduação.

Ao chefe do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, **Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara**, pela amizade e carinho que sempre me dispensou.

Aos **Professores das Disciplinas de Materiais Odontológicos e da Disciplina Prótese Parcial Removível**, pelo carinho e momentos de convivência sincera.

Aos **Professores Dr. Fernando Eidi Takahashi e Dr. Renato Sussumo Nishioka** da Disciplina de Prótese Parcial Fixa Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, pelos ensinamentos transmitidos e pela oportunidade de participar das atividades clínicas e laboratoriais da Disciplina de Prótese Fixa. Meus sinceros agradecimentos.

Às secretárias da secção de Pós-Graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie Hasegawa e Maria Aparecida Consiglio de Souza**, por todas as vezes que me orientaram de maneira tão eficiente e prestativa. Muito obrigado meninas.

Às secretárias e amigas **Suzana Cristina de Oliveira e Eliane Wenzel**, do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pelo carinho, pela amizade e dedicação dispensada em todos os momentos. Muito obrigado por terem contribuído para tornar os meus dias ainda mais felizes. Meus sinceros agradecimentos!

Aos técnicos de laboratório, **Maria Inês Moreira dos Santos e Fernando Carlos Fontes**, pelo carinho, amizade e por todas as infinitas vezes que nos deram suporte nos trabalhos realizados em laboratório.

Ao Prof. **Ivan Balducci**, pela amizade, carinho, atenção e pela paciência durante as “aulas particulares” de estatística. Muito obrigado pela disponibilidade na realização da parte estatística deste trabalho.

Às minhas amigas de turma de Doutorado, **Sheila Pestana Passos (Sheu), Sandra da Costa Zamboni (Sandrinha) e Liliana May (Lili)** pelo forte laço de amizade que nos une, pelo convívio harmonioso e por todos os momentos inesquecíveis que passamos juntos.

À **Silvia Masae de Araújo Michida**, amiga de turma de Doutorado, irmã de coração, pelos momentos ímpares que compartilhamos durante nossa Pós-graduação, pela amizade, pelo carinho e pelo apoio em todos os momentos. Sil, obrigado por você bem como toda a sua família (**Tia Amélia, Sr. Sílvio, Cris e Juliano**), que sempre me trataram com muito carinho e atenção. O convívio com vocês foi extremamente importante e prazeroso para mim durante estes últimos 5 anos, principalmente em minha fase de adaptação. Muito obrigado por tudo.

Aos demais amigos do Programa de Pós-Graduação, **Anderson Castilho, Lucas Zogheib, Humberto Lago de Castro, Diana Barca, Luis Guilherme, Priscilla Cristoforides, Aleska Vanderlei, Eurípedes Kaizo, Mariana Gonçalves, Paula Benetti, Fernanda Pelógia, Renata Melo, Regina Amaral e Susana Salazar**, pelos momentos compartilhados. Foi um prazer conviver com todos vocês.

À **Prof^a.Dr^a Mutlu Ozcan**, Professora da Universidade de Groningen, por todos os ensinamentos que me transmitiu, pelo carinho e amizade formada ao longo desses anos de convívio. Muito obrigada pela sua imensa contribuição no delineamento desta pesquisa. Sou eternamente grato por tudo que me ensinastes.

Ao **Prof. Dr. João Paulo Barros Machado**, Engenheiro do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE, pelo imensurável auxílio nas etapas de difração de Raios-X deste trabalho. Muito obrigado pela atenção e paciências em todos os momentos que solicitei tua ajuda.

Ao Laboratório Vagner, na pessoa de **José Vagner Ferreira**, pela amizade e grande atenção dispensada em todos os momentos que necessitei do teu apoio. Muito obrigado.

À Diretora Técnica dos Serviços de Biblioteca e Documentação, **Ângela de Brito Bellini**, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e muita dedicação.

Aos **funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** pela ajuda na execução de todas as tarefas.

Aos **funcionários da Limpeza do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, pelo carinho e por nos possibilitar trabalhar em um ambiente sempre limpo e organizado.

**À Coordenação de Aperfeiçoamento de
Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pelo apoio financeiro
concedido.

E a todos que, direta ou indiretamente,
contribuíram para a realização deste trabalho.

"Cada pessoa que passa em nossa vida passa sozinha, é porque cada pessoa é única e nenhuma substitui a outra. Cada pessoa que passa em nossa vida passa sozinha, e não nos deixa só, porque deixa um pouco de si e leva um pouquinho de nós. Essa é a mais bela responsabilidade da vida e a prova de que as pessoas não se encontram por acaso."

Charles Chaplin

SUMÁRIO

RESUMO	22
LISTA DE FIGURAS	23
LISTA DE QUADROS E TABELAS	30
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	32
1 INTRODUÇÃO	33
2 REVISÃO DA LITERATURA	39
2.1 Resistência à fratura	39
2.2 Tratamento de superfície X Resistência à fratura	51
2.3 Ciclagem mecânica	61
3 PROPOSIÇÃO	67
4 MATERIAL E MÉTODO	69
4.1 Material	69
4.2 Método	70
4.2.1 Obtenção das amostras	70
4.2.2 Jateamento das amostras.....	72
4.2.3 Fadiga mecânica.....	76
4.2.4 Ensaio de resistência à flexão biaxial	80
4.2.5 Análise em difração de Raios-X.....	84
4.2.6 Análise química e topográfica: microscopia eletrônica de varredura, perfilometria digital e espectrometria por energia dispersiva de Raios-X.	88
4.2.7 Delineamento experimental	90
5 RESULTADOS	92
5.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial	92
5.1.1 Comparação entre grupos controles e grupos experimentais.....	93
5.1.2 Comparação entre grupos experimentais	99
5.1.3 Comparação dos grupos experimentais: fator tipo de partícula....	103

5.2 Difração de Raios-X	104
5.3 Análise química e topográfica da superfície da cerâmica.....	114
6 DISCUSSÃO.....	131
6.1 Importância da pesquisa	131
6.2 Ensaio de resistência à flexão	132
6.3 Fadiga mecânica	135
6.4 Discussão dos resultados.....	138
7 CONCLUSÃO	145
8 REFERÊNCIAS	146
ABSTRACT	155

Souza ROA. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria. [Tese de Doutorado]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2009, 155p.

RESUMO

Este estudo avaliou o efeito de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão biaxial e na estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP. Para tanto, duzentos e dezesseis discos sinterizados de Y-TZP (Lava, 3M ESPE) (ISO 6872, diâmetro: 15 mm, espessura: 2 mm) foram confeccionados pelo fabricante. Para o ensaio de resistência à flexão, 180 discos (n=10) foram divididos entre 18 grupos de acordo com os fatores “tipo de partícula (Al_2O_3 - 50 e 110 μm ; SiO_2 - 30 e 110 μm)”, “pressão (2,5 e 3,5 bar)” e “ciclagem mecânica (CM) (com e sem)”. O jateamento foi realizado a uma distância de 10 mm e com duração de 20 s: Gr1- Controle – (sem tratamento de superfície); Gr2- Al_2O_3 50 μm /2,5 bar; Gr3- Al_2O_3 50 μm /3,5 bar; Gr4- Al_2O_3 110 μm /2,5 bar; Gr5- Al_2O_3 110 μm /3,5 bar; Gr6- SiO_2 30 μm /2,5 bar; Gr7- SiO_2 30 μm /3,5 bar; Gr8- SiO_2 110 μm /2,5 bar; Gr9- SiO_2 110 μm /3,5 bar. Os grupos Gr10 a Gr18 são respectivamente os grupos anteriores submetidos à CM (100.000 ciclos, 50 N, 4 Hz, água 37^oC. Em seguida todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial (ISO 6872) em máquina de ensaio universal (EMIC, 1 mm/min). Após ensaio de flexão, os dados obtidos (MPa) foram submetidos ao teste de Dunnett (5%) e à Análise de Variância (3 fatores). Para determinar a quantidade e profundidade de possíveis transformações de fase da zircônia (t→m) induzida pelo jateamento e/ou pela ciclagem mecânica, foi realizada a análise de difração de Raios-X em vinte amostras (n=2) dos grupos Gr1 ao Gr9 e Gr18, antes e após tratamento térmico (ciclo de queima da VM9/Vita). Os resultados demonstraram que todos os protocolos de jateamento promoveram um aumento significativo da resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP em relação ao grupo Controle (-), independente da CM (Dunnett 5%). A análise de variância revelou que o tipo de partícula (p=0,2746) e a pressão (p=0,5084) utilizadas durante o jateamento, bem como a CM (p=0,1610), não influenciaram os valores de resistência entre os grupos experimentais. Adicionalmente, os jateamentos com Al_2O_3 e SiO_2 e a CM promovem a transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclínica e que o tratamento térmico reverteu em 100 % a zircônia de monoclínica para tetragonal. Concluiu-se que o jateamento com SiO_2 30 μm /2,5 bar e SiO_2 30 μm /3,5 bar, parecem ser os tratamentos de superfície mais indicados para aumentar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP, já que não foi observada diminuição da resistência após a fadiga mecânica nas amostras desses grupos.

Palavras-chave: Resistência à flexão, Cerâmica, Materiais Dentários.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Representação gráfica das dimensões da amostra.....	70
FIGURA 2-	Representação gráfica em forma de diagrama das combinações entre os fatores: tipo de partícula, pressão e ciclagem.....	71
FIGURA 3-	Microjateador posicionado no dispositivo metálico para padronização dos procedimentos de jateamento: A= base do dispositivo; B= hastes verticais; C= parafuso calibrador da distância entre a ponta do jateador e base metálica; D= base metálica para posicionar as amostras durante jateamento; E= ponta do microjateador; F= microjateador; G= parafuso fixador da braçadeira metálica; H= braçadeira metálica para fixar o microjateador ao dispositivo; I= recipiente conectado ao microjateador onde se armazenam as partículas do jateamento (vista lateral).....	73
FIGURA 4-	Disco cerâmico apoiado sobre a base metálica em momento de jateamento.....	74
FIGURA 5-	Vista frontal da máquina simuladora de fadiga mecânica.....	76
FIGURAS 6a-b-	Dispositivo metálico para suporte das amostras durante o ensaio de fadiga mecânica, com (a) e sem o parafuso central (b).....	78
FIGURA 7-	Dispositivo metálico encaixado no interior do recipiente plástico da cicladora mecânica. Notar	

	posicionamento do disco cerâmico sobre as esferas metálicas.....	79
FIGURA 8-	Vista frontal da amostra cerâmica em momento de ensaio de fadiga mecânica, evidenciando o posicionamento das fitas adesivas amarelas entre a superfície da cerâmica e a haste metálica da cicladora mecânica (água, 37 ⁰ C).....	80
FIGURAS 9a-b	Dispositivos metálicos utilizados para ensaio de resistência à flexão biaxial: a) base metálica e b) ponta de tungstênio.....	81
FIGURA 10-	Amostra cerâmica imersa em água em momento de flexão biaxial.....	82
FIGURA 11-	Difratômetro de Raios X. Seta (→) = compartimento de leitura.....	84
FIGURAS 12a-b	a) Disco cerâmico sendo posicionado no dispositivo metálico e b) fixado no compartimento de leitura do difratômetro de Raios X.....	85
FIGURA 13-	Representação gráfica (média±desvio-padrão) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais sem CM e do grupo Controle (-).....	94
FIGURA 14-	Representação gráfica (média±desvio-padrão) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais sem CM e do grupo Controle (+).....	95
FIGURA 15-	Representação gráfica (média±desvio-padrão) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais com CM e dos grupos Controle (-) e Controle (+).....	97
FIGURA 16-	Representação gráfica (média±desvio-padrão) dos	

	valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais com CM e do grupo Controle (+).....	98
FIGURA 17-	Gráfico de médias referente aos grupos experimentais segundo o fator: ciclagem mecânica.....	100
FIGURA 18-	Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula Al_2O_3 50 μm	101
FIGURA 19-	Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula Al_2O_3 110 μm	101
FIGURA 20-	Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula SiO_2 30 μm	102
FIGURA 21-	Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula SiO_2 110 μm	102
FIGURA 22-	Representação gráfica (média \pm desvio padrão) dos valores de resistência à flexão (MPa), segundo as condições experimentais estabelecidas pelo fator tipo de partícula.....	104
FIGURAS 23a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostra sem jateamento e sem ciclagem (controle -) a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos apenas da zircônia na tetragonal (T)	106
FIGURAS 24a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostra sem jateamento e com ciclagem (controle +)	

	a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	106
FIGURAS 25a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 50 μ m/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	107
FIGURAS 26a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 50 μ m/3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	107
FIGURAS 27a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 110 μ m/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	108
FIGURAS 28a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 110 μ m/3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	108
FIGURAS 29a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO_2 30 μ m/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	109
FIGURAS 30a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO_2 30 μ m/3,5	

	bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	109
FIGURAS 31a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO ₂ 110µm/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	110
FIGURAS 32a-b-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO ₂ 110µm/3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).....	110
FIGURA 33-	Representação gráfica da FM (%) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e CM, com e sem tratamento térmico (950 ⁰ C).....	112
FIGURA 34-	Representação gráfica da PZT (µm) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e à CM, de acordo com o fator: pressão.....	113
FIGURA 35-	Representação gráfica da rugosidade superficial (µm) da cerâmica nas amostras dos grupos controle e experimentais, de acordo com o fator: pressão.....	115
FIGURAS 36a-b-	Aspecto superficial da cerâmica não jateada (controle): a) Fotomicrografia (5.000X); b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	117
FIGURAS 37a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al ₂ O ₃ 50µm/2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	118

FIGURAS 38a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 50 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	119
FIGURAS 39a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 110 μm /2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	120
FIGURAS 40a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 110 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	121
FIGURAS 41a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO_2 30 μm /2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	122
FIGURAS 42a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO_2 30 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	123
FIGURAS 43a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO_2 110 μm /2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	124
FIGURAS 44a-b-	Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO_2 110 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.....	125
FIGURA 45-	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica sem tratamento de superfície.	126
FIGURAS 46a-b	Representação gráfica da análise em EDS da	

	superfície da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 50 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.....	127
FIGURAS 47a-b	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 110 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.....	128
FIGURAS 48a-b	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com SiO_2 30 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.....	129
FIGURAS 49a-b	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com SiO_2 110 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.....	130

LISTA DE TABELAS E QUADROS

TABELA 1-	Nomes comerciais, tipos de material e fabricantes dos produtos a serem utilizados os experimentos.....	69
TABELA 2-	Média (\pm DP) dos dados de resistência à flexão (MPa) segundo os fatores “partícula”, “pressão” e “ciclagem mecânica” *n=10.....	92
TABELA 3-	Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais sem CM em relação ao Controle negativo (Gr1).....	93
TABELA 4-	Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais sem CM em relação ao Controle positivo (Gr18).....	95
TABELA 5-	Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais com CM e grupo Controle positivo em relação ao Controle negativo (Gr1).....	96
TABELA 6-	Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais com CM em relação ao Controle positivo (Gr18).....	98
TABELA 7-	ANOVA (três fatores) para os dados de resistência à flexão dos grupos experimentais.....	99
TABELA 8-	ANOVA (um fator) para os dados de resistência à flexão dos grupos experimentais.....	103
TABELA 9-	Fração volumétrica de fase monoclinica (%) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e à CM, com e sem tratamento térmico (950 ⁰ C).....	111

TABELA 10-	Profundidade da zona de transformação da zircônia (µm) nas amostras submetidas ao jateamento e à CM.....	113
QUADRO 1-	Grupos experimentais conforme os fatores: partícula (4 níveis), pressão (2 níveis) e ciclagem (2 níveis). * n=10.....	75
QUADRO 2-	Ciclo de queima da cerâmica Vita VM9 tipo dentina....	87

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å	= angstrom
bar	= unidade de pressão
CET	= coeficiente de expansão térmica
DP	= desvio padrão
FM	= fração volumétrica de fase monoclinica
Gr	= grupo
Hz	= Hertz
IE	= infraestrutura
Kg	= quilograma
EDS	= espectroscopia por energia dispersiva de Raios-X
MEV	= microscopia eletrônica de varredura
mm ²	= milímetro quadrado
min	= minuto
mm	= milímetros
<i>mo</i>	= fase monoclinica da zircônia
MPa	= Mega Pascal
N	= Newton
PPF	= prótese parcial fixa
PZT	= profundidade da zona de transformação
rpm	= rotação por minuto
s	= segundo
<i>te</i>	= fase tetragonal da zircônia
X	= vezes
Y-TZP	= zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria
%	= unidade de porcentagem
<	= menor
>	= maior
∅	= diâmetro
°C	= graus Celsius
µm	= micrometro

1 INTRODUÇÃO

Diversos sistemas cerâmicos livres de metal têm sido desenvolvidos nos últimos anos. Esta demanda se deve ao aumento da exigência estética dos pacientes associado ao fato de que próteses metalocerâmicas apresentam limitado resultado estético, em algumas situações clínicas, além de efeitos alergênicos (Morris, 1987; Wang e Fenton, 1996).

Atualmente existe uma grande variedade de materiais cerâmicos que podem ser utilizados para restaurar o elemento dentário em diversas situações clínicas: cerâmica feldspática, cerâmica de fluorapatita, cerâmica feldspática reforçada com leucita, cerâmicas de dissilicato de lítio, cerâmicas a base de alumina infiltrada por vidro, cerâmicas a base de alumina reforçada com zircônia infiltrada por vidro e cerâmicas policristalinas de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria (Y-TZP) (Rosenblum e Shulman, 1997; Qualtrough e Piddock, 2002; Aboushelib et al., 2007).

Como os principais critérios para seleção de um material restaurador, seja para confecção de uma coroa ou de uma prótese parcial fixa (PPF), são a estética e a resistência à fratura em longo prazo, as cerâmicas de alta resistência, dureza e módulo de elasticidade, como as cerâmicas de Y-TZP, são os materiais mais atrativos para confecção de *copings* e de infraestruturas (IEs) de PPFs na região anterior e posterior, uma vez que elas possuem propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas (Zhang et al., 2004; Sundh et al., 2005).

A zircônia (ZrO_2) é um material polimórfico que existe em três principais fases (monoclínica, tetragonal e cúbica) que são

estáveis em diferentes faixas de temperatura (Guazzato et al., 2005). A zircônia pura é monoclinica (*mo*) na temperatura ambiente e estável até 1.170⁰C. Entre 1.170⁰C e 2.370⁰C, a zircônia se modifica para fase tetragonal (*te*), a qual pode ser estabilizada na temperatura ambiente dependendo da concentração de alguns óxidos estabilizadores adicionado à sua estrutura bem como do tamanho da partícula de zircônia. Acima de 2.370⁰C, a zircônia é transformada na fase cúbica, que é estável apenas em altíssimas temperaturas. Em cerâmicas de zircônia pura, sem óxidos estabilizadores, uma transformação reversa de tetragonal para monoclinica acontece durante o resfriamento. Esta transformação (*te*→*mo*) é acompanhada por um substancial aumento de volume (~4,5%) da zircônia, suficiente para causar a fratura catastrófica deste material. Essa transformação é reversível e ocorre cerca de 100⁰C abaixo da temperatura crítica de 1.170⁰C, caso não tenha estabilizador. Esse estresse gerado em toda a estrutura, devido à expansão em volume da zircônia, causa microfraturas em toda a cerâmica, tornando-a imprópria para o uso (Piconi e Maccauro, 1999; Papanagiotou et al., 2006; Denry e Kelly, 2008; Kelly e Denry, 2008). Por este motivo óxidos estabilizadores são utilizados. Por volta de 1972, a engenharia descobriu que incluindo uma pequena quantidade de óxidos como óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO), óxido de lantânio (La₂O₃), óxido de ítrio (Y₂O₃) ou óxido de cério (CeO₂) era possível estabilizar a zircônia tetragonal na temperatura ambiente (Guazzato et al., 2005; Sundh e Sjogren, 2006; Kelly e Denry, 2008).

Desde 1985, após o reconhecimento das vantagens das cerâmicas de zircônia, especialmente as de Y-TZP, a indústria médica desenvolveu e incentivou a utilização deste material para resolver os problemas da baixa resistência da alumina e conseqüente potencial de fratura dos implantes ortopédicos (Chevalier, 2006). Na Odontologia, as cerâmicas de zircônia são utilizadas para confecção de pinos

intraradiculares (Akgungor et al., 2008), IEs de PPFs e de coroas (Von Steyern et al., 2005; Raigrodski et al., 2006; Sailer et al., 2007), implantes dentários (Wenz et al., 2008), *brackets* ortodônticos (Kittipibul e Godfrey, 1995) e PPFs adesivas (Kiliçarslan et al., 2004).

Para confecção de IEs de PPFs ou de coroas, as cerâmicas de Y-TZP são comercialmente apresentadas na forma de blocos ou cilindros pré-fabricados os quais podem ser fresados por um sistema CAD/CAM ou por um Pantógrafo, que utiliza um sistema de fresagem manual. Esses blocos ainda podem ser totalmente livres de contração após sinterização (blocos totalmente sinterizados) (DC-Zircon, DCS Precident), isto é, a estrutura é fresada nas dimensões finais, não sofrendo contração após sinterização, ou com contração de aproximadamente 25-30% após a sinterização (*Green blocks*) (Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes, Vita Zahnfabrik; IPS e-max ZirCAD, Ivoclar Vivadent; Cercon, Dentsply/Ceramco; Lava, 3M ESPE), isto é, a estrutura é fresada com aproximadamente 25-30% a mais em volume, sendo esta contração minuciosamente controlada pelo sistema computacional, garantindo que a estrutura após sinterização apresente as dimensões planejadas inicialmente (Guazzato et al., 2005).

Apesar da zircônia apresentar em sua composição óxidos que a estabilizam em temperatura ambiente, ela ainda assim pode modificar de fase ($te \rightarrow mo$), basicamente pela ação de dois processos: devido a uma carga (estresse) (*transformation toughening*) ou devido à ação de baixas temperaturas (*low temperature degradation*), sendo esta última considerada danosa (Papanagiotou et al., 2006; Sato et al., 1985).

A transformação de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$) frente a uma carga/estresse, por exemplo, por uma fratura inicial (*transformation toughening*) é uma propriedade altamente desejável uma vez que a expansão em volume da partícula de zircônia dificulta a propagação da

fratura, aumentando de maneira significativa a resistência deste material, que por esta propriedade também é conhecido como cerâmica inteligente (*smart ceramic*). Isto ocorre devido à adição de óxidos metálicos que controlam a transformação da zircônia de $te \rightarrow mo$, dificultando a propagação de fraturas. Neste caso, essa transformação ocorre em uma determinada área da cerâmica (região de estresse) ou ao longo do caminho da fratura, e não em toda a sua estrutura, como no caso da degradação por ação de baixas temperaturas (120-400°C), causando micro e macro trincas em toda superfície da cerâmica as quais se propagam para o seu interior, reduzindo a resistência mecânica da cerâmica (Denry e Kelly, 2008; Kelly e Denry, 2008). Na Odontologia, o óxido de ítrio é o estabilizador mais utilizado, pois ele permite uma transformação de fase ($te \rightarrow mo$) mais pronunciada comparado aos demais estabilizadores (Papanagiotou et al., 2006).

Diversos procedimentos clínicos e laboratoriais podem induzir a transformação de fase da zircônia de $te \rightarrow mo$, dentre os quais se destaca o jateamento. O jateamento, seja com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) ou com partículas de óxido de silício (SiO_2), é um procedimento corriqueiro realizado previamente à cimentação de coroas e PPFs de zircônia com o objetivo de aumentar a resistência de união ao cimento resinoso (Bottino et al, 2005; Valandro et al., 2005; Bindl et al., 2006; Valandro et al., 2006; Della Bona et al., 2007; Fischer et al., 2008; Tsukakoshi et al., 2008).

Estudos recentes relatam que o jateamento, além de aumentar a resistência de união da cerâmica ao cimento, também aumenta a resistência à fratura das cerâmicas de Y-TZP (Guazzato et al., 2004b; Guazzato et al., 2005; Curtis et al., 2006b; Papanagiotou et al., 2006; Sato et al., 2008; Souza et al., 2008) . Isto pode ser explicado pelo fato do jateamento causar uma transformação de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$) na região jateada, formando uma camada de estresse

compressivo, com profundidade média de 0,30 μm , a qual é clinicamente desejável por dificultar ainda mais a propagação de fraturas, aumentando a resistência mecânica do material nessa região (Kosmac et al., 1999; Guazzato et al., 2005).

Outra aplicação clínica do jateamento é aumentar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP na região inferior de conectores de PPFs, uma vez que esta é a região de maior estresse em uma PPF, e conseqüentemente a região de origem das fraturas (Kiliçarslan et al., 2004; Sundh e Sjogren, 2006). Devido a esta susceptibilidade à fratura, os conectores de PPFs livres de metal devem ter secção transversal de 9 a 16 mm^2 (variando de acordo com o sistema) para que se garanta resistência dos conectores das PPFs, que é a área mais frágil dessa estrutura. Entretanto este aumento da área do conector pode causar problemas periodontais e estéticos além de muitas vezes limitar a indicação deste tipo de prótese uma vez que é necessário ter espaço suficiente para a confecção deste conector (Sailer et al., 2007).

Como a zircônia é um material biocompatível e com baixa tendência a acumular biofilme dental (Rimondini et al., 2002; Scotti et al., 2006; Scotti et al., 2007) é possível deixá-la exposta na região inferior dos conectores. Este procedimento, também indicado por outros autores (Guazzato et al., 2004a; Guazzato et al., 2004b), além de não afetar a estética, economiza aproximadamente 0,7- 1,0 mm de espaço já que não é necessária a aplicação da cerâmica de cobertura nessa região. Resultados promissores foram relatados por Sundh e Sjogren (2006), que em um estudo piloto utilizando PPFs de Y-TZP com conectores livres de cerâmica de cobertura na região gengival, observaram que o jateamento nessa região aumentou significativamente a resistência à fratura das PPFs.

Entretanto alguns estudos têm relatado uma diminuição da resistência à fratura das cerâmicas de Y-TZP após jateamento (Zhang et al., 2004), por este procedimento gerar microtrincas na superfície da cerâmica, favorecendo a formação de pontos de fragilidade quando este material é submetido a uma determinada carga (Guazzato et al., 2005; Sato et al., 2008).

Neste sentido, como o efeito do jateamento na resistência à fratura das cerâmicas de Y-TZP está diretamente relacionado com o tipo da partícula (Sato et al., 2008; Souza et al., 2008), outros fatores como o tamanho da partícula e a pressão também podem ser aspectos relevantes a serem considerados durante o jateamento. Assim, como na literatura não foram encontrados estudos sobre a influência de partículas de óxido de silício bem como sobre a influência da pressão do jateamento na resistência mecânica das cerâmicas de Y-TZP, o presente estudo foi desenvolvido neste sentido.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Baseado no tema proposto a ser estudado nesta pesquisa – Efeito de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão de uma cerâmica de Y-TZP - realizou-se uma revisão da literatura buscando informações acerca de estudos sobre a resistência à fratura deste tipo de cerâmica.

Com o intuito de facilitar o entendimento dos estudos relatados a seguir, a revisão da literatura foi dividida em tópicos.

2.1 Resistência à fratura

Ardlin (2002) pesquisou o efeito da estabilidade química e o efeito do envelhecimento por baixa temperatura na resistência à flexão e na estrutura superficial e cristalina de uma cerâmica policristalina de Y-TZP. Quarenta barras (20 x 4 x 1,2 mm - ISO 6872) foram fabricadas a partir de blocos cerâmicos (Sistema Denzir), sendo vinte na cor branca (P0) e vinte na cor amarela (P17). Metade das amostras de cada grupo foi submetida ao envelhecimento por baixa temperatura, onde foram imersas em uma solução de ácido acético a 4% e 80⁰C (n=10). A análise da rugosidade superficial foi realizada nas amostras dos grupos com e sem envelhecimento (P0 e P17). A análise da solubilidade química foi realizada nas barras após envelhecimento (P0₂ e P17₂), sendo a

cerâmica feldspática Vita Mark II utilizada como grupo controle. O teste de resistência à flexão de três pontos foi realizado em seguida. Os resultados demonstraram que a rugosidade inicial não foi influenciada pela cor da cerâmica (P0: 0,05 μm ; P17: 0,04 μm), entretanto a rugosidade após envelhecimento foi estatisticamente superior para os grupos P0₂ e P17₂ comparado aos grupos controles. Com relação à resistência à flexão, o grupo P17 apresentou valores superiores ($p < 0,05$) comparado ao grupo P0, antes e após envelhecimento. A análise em difração de Raios-X revelou que a imersão em solução de ácido acético a 4% transformou a zircônia de tetragonal para monoclinica, sendo esta fase constituída por 20-25% na superfície da cerâmica, ao contrário do grupo controle que apresentou cerca de 2% de fase monoclinica. Os autores concluíram que a cerâmica de Y-TZP é quimicamente estável e que o envelhecimento não afeta a resistência deste material.

Ban et al. (2008) avaliaram o efeito da temperatura na resistência à flexão e no grau de transformação de fase da zircônia de uma cerâmica a base de alumina/zircônia estabilizada com Céria (Ce-TZP) em comparação com uma cerâmica de Y-TZP. Amostras em forma de disco (\varnothing :14 mm; espessura: 0,5 mm) foram confeccionados para cada cerâmica e submetidas a diferentes tratamentos térmicos ($n=15$): A- Controle, B- Soro fisiológico (0,88% de NaCl) a 80⁰C/30 dias, C- Ácido acético (4%, pH de 2,6) a 80⁰C/30 dias, D- Autoclave a 121⁰C durante 10 dias. Os resultados demonstraram que os tratamentos não afetaram de maneira significativa a resistência mecânica da cerâmica Ce-TZP (A: 1.422 MPa; B: 1.412 MPa, C: 1.371 MPa e D: 1.386 MPa) e que esta cerâmica apresentou valores de resistência à flexão superiores estatisticamente à cerâmica de Y-TZP (A: 1.046 MPa; B: 991 MPa, C: 980 MPa e D: 892 MPa) para todos os tratamentos térmicos utilizados. Com relação à modificação de fase da zircônia (te \rightarrow mo), não houve diferença entre os tratamentos térmicos para a cerâmica Ce-TZP (4,8 a 5,5 %). Entretanto, a porcentagem de fase monoclinica da cerâmica de Y-TZP

variou entre os grupos, sendo mais acentuada para o grupo submetido à autoclave (49,9 %) em relação ao controle (0,3 %).

Guazzato et al. (2004a) estudaram a resistência à fratura e o modo de falha de uma cerâmica de Y-TZP com e sem aplicação da cerâmica de cobertura. Oitenta amostras cerâmicas em forma de disco (14 mm x 1,6 mm) foram preparadas e divididas entre quatro grupos de acordo com o material e com a região da aplicação da cerâmica de cobertura (n=20): F- cerâmica feldspática (Vita D, Vita), Y-TZP- cerâmica de Y-TZP (DC-Zircon, DCS Dental), F/Y-TZP- cerâmica de Y-TZP + cerâmica de cobertura (na face superior - em contato com o pistão) e Y-TZP/F- cerâmica de Y-TZP + cerâmica de cobertura (na face inferior). As amostras foram lixadas com lixas de granulação 600 e em seguida submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os valores obtidos de resistência à flexão foram: F- 95 ± 20 MPa, Y-TZP- 1.150 ± 150 MPa, F/Y-TZP- 1.470 ± 165 MPa, Y-TZP/F- 140 ± 40 MPa. A resistência à flexão do grupo F/Y-TZP foi estatisticamente superior comparado aos demais grupos. O grupo Y-TZP apresentou valores de resistência significativamente superiores aos dos grupos F e Y-TZP/F, os quais foram semelhantes estatisticamente entre si. O módulo de Weibull foi influenciado significativamente pela região da aplicação da cerâmica de cobertura (módulo de Weibull: F- 5; Y-TZP- 7,5; F/Y-TZP- 9; Y-TZP/F- 4). A análise de elemento finito demonstrou que quando a cerâmica de cobertura é aplicada na superfície superior do disco, ocorre uma distribuição muito mais uniforme das tensões ao longo da estrutura. Já quando a cerâmica de cobertura é aplicada na face inferior, ocorre uma concentração de tensões na cerâmica de cobertura. Os autores concluíram que em PPF de Y-TZP a região inferior do conector deveria ficar livre da cerâmica de cobertura, objetivando aumentar a resistência desse tipo de restauração.

Em um estudo *in vitro*, Kiliçarslan et al. (2004) mensuraram a resistência à fratura de PPFs adesivas metalocerâmicas e ceramocerâmicas. Para este estudo, trinta e duas PPFs posteriores foram confeccionadas de acordo com o sistema utilizado (n=8): G1- PPFs metalocerâmicas (Ni-Cr/ IPS d.SIGN) com recobrimento total dos pilares; G2- PPFs metalocerâmicas retidas por preparos do tipo *inlay* (Ni-Cr/ IPS d.SIGN); G3- PPFs cerâmicas retidas por preparos do tipo *inlay* (Empress II - dissilicato de lítio); G4- PPFs cerâmicas retidas por preparos do tipo *inlay* (Cercon - Y-TZP). A partir de dois modelos metálicos padrões, ambos simulando a ausência de um primeiro molar inferior entre dois pilares, sendo que um modelo apresentava preparos totais nos pilares protéticos (prémolar e molar) o qual foi utilizado para fabricar as PPFs do grupo controle e no outro, pilares com preparos parciais do tipo *inlay*. Os preparos totais apresentaram término do tipo ombro arredondado e desgaste axial de 1,3 mm. Já os reparos parciais possuíam 2 mm de redução oclusal, ângulos internos arredondados, largura do istmo de 2 mm para o prémolar e de 3 mm para o molar. As dimensões dos conectores foram padronizada em 4 x 4 mm. As PPFs foram fabricadas de acordo com as recomendações dos fabricantes. Todas as restaurações foram cimentadas aos preparos metálicos com cimento temporário a base de óxido de zinco e eugenol e em seguida submetidas a uma carga compressiva no centro do pântico. Observou-se que G1 (1.318 ± 211 MPa) apresentou valores de resistência à fratura semelhantes ao G4 ($1.247 \pm 262,52$ MPa) os quais foram superiores estatisticamente aos grupos G2 (958 ± 194 MPa) e G3 ($303,23 \pm 92,54$ MPa). A análise de fratura revelou que as restaurações metalocerâmicas em geral apresentaram fraturas adesivas já as restaurações livres de metal fraturaram no conector. Os autores concluíram que PPFs adesivas em Y-TZP retidas por preparos do tipo *inlay* apresentam uma alta resistência à fratura.

Já Sundh e Sjogren (2004), utilizando um preparo padrão metálico (altura: 4,5 mm; término em chanfro largo: 120° , expulsividade de 6°), investigaram a influência da espessura da cerâmica de IE, da forma da coroa e do tipo de cerâmica de cobertura na resistência à fratura de coroas totais de Y-TZP (Denzir, Decim AB). O padrão metálico foi duplicado com silicone polimerizado por reação de adição e modelos em gesso foram fabricados. Sobre estes modelos foram confeccionadas coroas cerâmicas, sendo a cerâmica de Y-TZP a utilizada para a IE e a) Empress II (Ivoclar Vivadent) ou b) Eris veneer (Ivoclar Vivadent) as cerâmicas de cobertura. Foram utilizadas IEs de espessura uniforme com 0,5 mm (a e b) e IEs de espessuras não uniformes (a* e b*), as quais foram divididas em cinco grupos (n=10): a) Y-TZP/Empress II, b) Y-TZP/Eris, a*) Y-TZP/Empress II, b*) Y-TZP/Eris e c) coroa em Empress II (controle). Em seguida, as coroas foram cimentadas nos respectivos preparos com cimento de fosfato de zinco e submetidas ao ensaio de resistência à fratura. Os dados de resistência à fratura (N) para todos os grupos foram: a) 2.226 ± 553 , b) 4.414 ± 321 N, a*) 3.486 ± 1.067 N, b*) 2.740 ± 272 N e c) 2.346 ± 371 N. A análise dos dados demonstrou que os grupos a* e b* apresentaram valores de resistência estatisticamente superiores aos demais grupos, entretanto a cerâmica de cobertura não influenciou a resistência das coroas, independente da uniformidade da IE.

Sundh et al. (2005) desenvolveram um estudo para avaliar a influência da ciclagem mecânica e da aplicação da cerâmica de cobertura na resistência à fratura de PPFs de Y-TZP, confeccionadas utilizando o sistema CAD/CAM Cad.esthetics (Denzir). Após a confecção de dois preparos totais metálicos com dimensões padrões (4,5 mm de altura; 3,1 mm de diâmetro na região oclusal; término do tipo chanfro largo 1,2 mm; 6° de expulsividade do preparo), estes foram fixados em uma base metálica, de maneira que a distância entre os seus centros fosse de 17,5 mm, simulando uma PPF de três elementos tendo como

pôntico o segundo molar inferior. A área do conector era de 3 x 3 mm (9 mm²) e a espessura da IE de 0,5 mm em todas as faces. Os troquéis foram duplicados com material de alta precisão (silicone polimerizado por reação de adição) e a partir dos modelos em gesso foram fabricadas as PPFs. As amostras distribuídas entre os grupos de acordo com os fatores ciclagem mecânica (100.000 ciclos; carga: 50 N; meio: água) e aplicação da cerâmica de cobertura (Eris/Ivoclar; Vita D/Vita) (n=05): G1- IE após fresagem; G2- IE após fresagem + ciclagem; G3- IE + tratamento térmico com temperatura igual à utilizada para aplicação da cerâmica de cobertura Eris + ciclagem; G4- IE + aplicação da cerâmica de cobertura (Eris) + ciclagem; G5- IE+ tratamento térmico com temperatura igual à utilizada para aplicação da cerâmica de cobertura Vita D + ciclagem; G6- IE + aplicação da cerâmica de cobertura (Vita D) + ciclagem. As IEs foram condicionadas internamente com ácido fosfórico 37%, lavadas, secas e cimentadas nos troquéis com cimento de fosfato de zinco. Não foi observado nenhum sinal de fratura e/ou defeito nas amostras após a ciclagem. Os resultados demonstraram que a resistência à fratura das amostras logo após a fresagem da IE (G1- 3.480±139 N; G2- 3.291±444 N) foi estatisticamente superior quando comparado com os demais grupos (G3- 2.251±120 N; G4- 2.237±363 N; G5- 1.611±463; G6- 1.973±175 N). A ciclagem não afetou de maneira significativa a resistência das PPFs (p<0.05). As amostras submetidas ao tratamento térmico (G3 e G5) apresentaram resistência semelhante às amostras recobertas com as respectivas cerâmicas (G4 e Gr). Adicionalmente, a cerâmica de cobertura não afetou de maneira significativa a resistência à fratura das PPFs (p>0.05). Os autores concluíram que a temperatura e a aplicação de cerâmica de cobertura afetam negativamente na resistência de próteses fixas de Y-TZP.

Utilizando o sistema Cerec inLab, Bindl et al. em 2006, pesquisaram a resistência à fratura de *copings* confeccionados por

diferentes materiais cerâmicos. A partir de um preparo padrão realizado em um dente de acrílico (expulsividade: 6^0 ; término em ombro arredondado: 1 mm; altura do preparo: 5 mm; redução oclusal: 1,5 mm) e com o auxílio de um material de alta precisão (silicone polimerizado por reação de adição), noventa réplicas foram obtidas em resina epóxica e para cada uma foi fabricada uma coroa total de acordo com material cerâmico: A- Dissilicato de lítio (Postaris, Ivoclar Vivadent); B- Cerâmica a base de alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Classic, Vita) e C- Cerâmica de Y-TZP (In-Ceram 2000 Y-TZP, Vita). Todos os *copings* apresentavam espessura de 4 mm. Em seguida, os *copings* foram jateados internamente com Al_2O_3 (50 μm , 2 bar, 5 mm de distância) e cimentados em seus respectivos troquéis com cimento de fosfato de zinco (Az, Bz e Cz) e a outra metade com cimento resinoso quimicamente ativado/Panavia 21 (Ap, Bp e Cp). Em seguida, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à fratura (N) a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados demonstraram que a cimentação com fosfato de zinco (Az: 862 ± 162 ; Bz: 975 ± 147 ; Cz: 1.607 ± 145) apresentou valores inferiores de resistência à fratura ($p < 0,05$) quando comparado aos grupos cimentados adesivamente (Ap: 1.919 ± 326 ; Bp: 1.820 ± 211 ; Cp: 1.973 ± 287). Os autores concluíram que as restaurações em Y-TZP apresentam alta resistência mecânica, sejam cimentadas adesivamente ou não.

Utilizando uma cerâmica de Y-TZP livre de contração após sinterização (Everest HPC, Kavo), Okutan et al. (2006) estudaram a influência do tipo de cimento na resistência à fratura e no grau de desajuste marginal de coroas totais. Para tanto, trinta e dois molares humanos foram selecionados e preparados (redução oclusal: 2 mm; término cervical em chanfro largo: 1,2 mm; ângulos arredondados). Os preparos foram moldados com silicone polimerizado por reação de adição, o molde preenchido com o gesso do sistema Everest e as coroas

confeccionadas em seguida. As amostras foram divididas em dois grupos de acordo com o tipo de agente cimentante: G1- cimento de ionômero de vidro (Ketac Cem) e G2- cimento resinoso quimicamente ativado (Panavia 21). As coroas foram cimentadas de acordo com as recomendações dos fabricantes e submetidas a uma ciclagem mecânica por 1.200.000 ciclos (50 N, 1,3 Hz, 5-55^oC). Utilizando a técnica da réplica, analisou-se o desajuste marginal de todas as amostras antes e após a cimentação. Após análise dos dados, observou-se que nenhuma amostra fraturou durante o período de ciclagem. A resistência à fratura não foi influenciada pelo tipo de agente cimentante: G1- 1.622±433 N; G2- 1.957±806 N. Com relação ao desajuste marginal, não foi observada diferença estatística entre os grupos antes (G1- 32,7±6,8 µm; G2- 33±6,7 µm) e após (G1- 44,6±6,7 µm; G2- 46,6±7,7 µm) a cimentação. Os autores concluíram que os dados de resistência e de desajuste marginal estão dentro dos valores aceitáveis clinicamente.

Sundh e Sjogren (2006) pesquisaram o efeito de diferentes estabilizadores de zircônia e da qualidade da sinterização de uma cerâmica de Y-TZP na resistência à fratura de PPFs. Quatro troquéis metálicos foram confeccionados nas seguintes dimensões: 4,5 mm de altura; 3,1 mm de diâmetro na região oclusal; término do tipo chanfro largo 1,2 mm; 6^o de expulsividade do preparo. Com o intuito de reproduzir uma PPF de três elementos, os troquéis foram organizados em pares e fixados em uma base metálica, de maneira que ficassem distantes 17,5 mm entre seus centros. Quinze moldes de cada conjunto de troquel metálico foram obtidos e em seguida preenchidos com gesso especial. Trinta PPFs foram fabricadas, sendo metade com Y-TZP (Vita In-Ceram 2000 Y-TZP Cubes, Cerec) e os demais com blocos cerâmicos de zircônia estabilizada com óxido de magnésio densamente sinterizados (Denzir-M, Cad.esthetics). Os conectores das IEs foram padronizados em 3 x 3 mm (9 mm²) e a todas as IEs apresentaram espessura de 0,5 mm em todas as

faces. As amostras de cada grupo foram divididas em três subgrupos de acordo com a presença ou não da cerâmica de cobertura (n=5): a) IE (controle); b) IE+ tratamento térmico com temperatura igual à utilizada para aplicação da cerâmica de cobertura (Vita D, Vita); c) IE + aplicação da cerâmica de cobertura (Vita D). As superfícies internas das IEs foram condicionadas (ácido fosfórico 37%) e o cimento de fosfato de zinco selecionado para cimentação das próteses sobre os troquéis. As amostras foram submetidas à ciclagem mecânica (100.000 ciclos; carga: 50 N; meio: água) e ao teste mecânico de resistência à fratura. Os resultados demonstraram que a carga necessária para fraturar as amostras do grupo Denzir-M(a) [1.600 N] foi significativamente superior a dos grupos Denzir-M(b) [1.300 N], Vita Y-TZP(a) [900 N] e Vita Y-TZP(b) [1.000 N]. Já o grupo Vita Y-TZP(c) [1.900 N] apresentou valores superiores ($p < 0,05$) comparados ao grupo Denzir-M(c) [1.400 N]. Os autores concluíram que a aplicação da cerâmica de cobertura aumenta significativamente a resistência à fratura de PPFs de Y-TZP confeccionadas com o bloco Vita In-Ceram 2000 Y-TZP.

Aboushelib et al. (2007) propuseram em seus estudos analisar a resistência à fratura e ao impacto de dois sistemas de livres de metal. A partir de um preparo total padrão confeccionado em resina (altura: 7 mm; largura vestibulo/lingual: 8,5 mm; largura mesio/distal: 6,5 mm) representando um preparo em um molar superior, foram realizadas sessenta duplicações e os moldes preenchidos com resina epóxica. Trinta coroas totais foram fabricadas para cada sistema, de maneira que a cerâmica de IE apresentasse 0,5 mm de espessura e a cerâmica de cobertura 0,5 mm de espessura na região de fossa central e 1,0 mm na região de ponta de cúspides, de acordo com o sistema cerâmico: C-Cercon + Ceram S (cerâmica de Y-TZP + cerâmica feldspática) e E-Empress II + Eris (cerâmica de dissilicato de lítio + cerâmica feldspática). As coroas foram cimentadas em seus respectivos preparos com um

cimento resinoso (RelyX ARC). Trinta coroas de cada sistema foram selecionadas para o ensaio de resistência à fratura e a outra metade para o ensaio de resistência ao impacto. Após os ensaios mecânicos e análise dos dados, observou-se que a resistência à fratura das coroas do sistema Cercon ($837,1 \pm 723,4$ MPa) foi superior estatisticamente ao sistema Empress II ($81,5 \pm 10,8$ MPa), embora a resistência ao impacto tenha sido semelhante entre os grupos (C- $64,2 \pm 3,1$ MPa; E- $87,8 \pm 28,9$ MPa). Os autores concluíram que embora a cerâmica de Y-TZP tenha uma alta resistência mecânica, a cerâmica de cobertura apresentou alta taxa de delaminação após teste de impacto.

Em um estudo *in vitro*, Att et al. (2007) investigaram a influência da ciclagem mecânica na resistência à fratura de PPFs de Y-TZP confeccionadas por diferentes sistemas cerâmicos. A partir de 96 dentes humanos (48 molares e 48 pré-molares), foi construído um modelo clínico representativo de uma PPF de três elementos, sendo o primeiro molar selecionado como elemento perdido (pôntico). Para isso, cada conjunto pré-molar e molar foi incluído em um bloco de resina acrílica, distantes entre si 11 mm, e depois confeccionados preparos padrões para coroas totais: redução oclusal (1,5 mm), redução axial (1,5 mm) e término em chanfro largo (1,2 mm). Em seguida, os preparos foram moldados e os modelos em gesso divididos aleatoriamente entre os grupos, de acordo com o tipo de sistema a ser utilizado para confecção das PPF (N=16): DCS, Procera e Cerec. Após confecção e ajuste interno das IEs cerâmicas, foi aplicada a cerâmica de cobertura (Vita VM9) e cada PPF cimentada em seus respectivos preparos utilizando cimento de ionômero de vidro (Ketac Cem). Metade das amostras de cada grupo foi submetida à ciclagem termomecânica ($1,2 \times 10^6$ ciclos ($5^0/55^0 \pm 1^0$ C; carga: 49N). Cada amostra foi submetida ao ensaio mecânico de resistência à compressão realizado sobre a superfície oclusal do pôntico, com velocidade de 2 mm/min. Os resultados demonstraram que a ciclagem mecânica reduziu a resistência à fratura das amostras em

aproximadamente 12%, 19% e 8% para os grupos DCS, Procera e Cerec, respectivamente. Não foram observadas diferenças significantes entre os grupos antes da ciclagem (DSC=2.071±223 N, Procera=1.730±203 N, Cerec=1.771±258 N). Após a ciclagem, o grupo Procera (1.396±206 N) apresentou valores de resistência significativamente inferiores comparado ao grupo DSC (1.823±278 N), os quais foram semelhantes estatisticamente ao grupo Cerec (1.630±141 N). Assim, os autores concluíram que todos os sistemas estudados têm capacidade de resistir as forças oclusais, sendo todos uma alternativa viável para confecção de PPF na região posterior.

Kou et al. (2007) utilizando um programa computacional, analisaram o processo e o mecanismo de fratura de PPFs de Y-TZP quando submetidas a uma carga mecânica. Para isto, foi confeccionada uma PPF de três elementos sobre dois pilares metálicos, sendo o pântico o 1^o molar. Em seguida, a PPF foi fixada sobre os preparos metálicos e aplicada uma carga no centro do pântico. Utilizando o programa computacional R-T^{2d}, estudaram-se quais as áreas de maior tensão nesse tipo de restauração protética. Para o programa R-T^{2d}, a cerâmica de Y-TZP foi considerada um material heterogêneo, ou seja, contendo impurezas e bolhas em sua composição. Os resultados demonstraram que a região inferior dos conectores é a área de maior tensão, seja em cargas mínimas ou em cargas máximas, e que as fraturas começam nesta região (região de tração), se propagando em direção à região oclusal (área de compressão).

Larsson et al. (2007) pesquisaram a influência de diferentes diâmetros do conector na resistência à fratura de PPFs confeccionadas com IE de Y-TZP (Procera Zircon, Nobel). A partir de um modelo padrão em resina o qual simulava uma situação clínica de uma PPF de quatro elementos (pânticos: 45 e 46; pilares: 44 e 47), os dentes pilares, 17 mm distantes entre si, foram preparos para coroas totais

(ângulo de convergência: 15° ; término: chanfro largo). Cinquenta modelos em gesso foram fabricados após duplicação do modelo padrão, e sobre estes foram confeccionados PPFs as quais variavam o diâmetro dos conectores ($n=8$): G1- 2 mm, G2- 2,5 mm, G3- 3 mm, G4- 3,4 mm e G5- 4 mm. As IEs foram submetidas à temperatura correspondente à aplicação da cerâmica de cobertura e em seguida cimentadas com cimento resinoso (Panavia F) em seus respectivos modelos. Em seguida, as PPFs foram submetidas à ciclagem mecânica (10.000 ciclos, 30-300 N, 1 Hz) e à termociclagem (5.000 ciclos, $5-55^{\circ}\text{C}$). Os resultados demonstraram que todas as amostras com conector de espessura variando entre 2-2,5 mm fraturaram antes do final da ciclagem mecânica. Adicionalmente, os demais grupos apresentaram valores de resistência diretamente proporcional ao aumento da espessura do conector: G3- 428 ± 28 N, G4- 602 ± 79 N e G5- 897 ± 113 N ($p<0,05$). Todas as fraturas ocorreram na região de conector. Os autores concluíram que o diâmetro mínimo para se confeccionar uma PPF de Y-TZP é de 4 mm de diâmetro.

Yilmaz et al. (2007) propuseram em seu estudo avaliar a resistência à flexão e a tenacidade à fratura de diferentes materiais cerâmicos utilizados para confecção de IEs. Foram comparados seis cerâmicas: Finesse, Cergo, Empress, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Cercon. Para tanto, foram fabricados vinte e cinco discos (15 mm x 1,2 mm) de cada material, de acordo com as recomendações de cada fabricante. Quinze amostras de cada material foram submetidas ao teste de resistência à flexão biaxial (ISO 6872). As demais amostras ($n=10$) foram utilizadas para a análise da tenacidade à fratura pelo método da endentação. Após ensaio mecânico e análise estatística dos dados, observou-se que a cerâmica do sistema Cercon ($1.140,89\pm 121,33$ MPa) apresentou valor de resistência superior estatisticamente às demais: Finesse ($88,04\pm 31,61$ MPa), Cergo ($94,97\pm 13,62$ MPa), Empress ($101,08\pm 13,49$ MPa), In-Ceram Alumina ($341,80\pm 61,13$ MPa), In-Ceram

Zircônia ($541,80 \pm 61,10$ MPa). Não houve diferença estatística entre os materiais Finesse, Cergo, Empress. Entretanto as cerâmicas In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Cercon foram superiores às demais ($p < 0,05$). O módulo de Weibull foi superior para os grupos Empress (10,13), In-Ceram Zircônia (10,17) e Cercon (13,26) comparado aos demais grupos: Finesse (3,17), Cergo (7,94) e In-Ceram Alumina (6,96). Já o teste de tenacidade à fratura revelou que a cerâmica Cercon apresentou maior tenacidade entre todos os demais materiais e a cerâmica Cergo a de menor tenacidade.

2.2 Tratamento de superfície x Resistência à fratura

Em um estudo *in vitro*, Kosmac et al. (1999) avaliaram o efeito do desgaste com pontas diamantadas e do jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de duas cerâmicas da Y-TZP. Duas cerâmicas de Y-TZP foram utilizadas, sendo uma formada por grãos finos (TZ-3YB) ou a outra por grãos grossos (TZ-3YSB), ambas contendo 3% de óxido de ítrio. Sessenta discos (diâmetro: $15,5 \pm 0,03$ mm; espessura: $1,5 \pm 0,03$ mm) de cada material foram obtidos e divididos aleatoriamente entre seis grupos experimentais ($n=10$): A1- Controle, A2- Desgaste a seco (espessura do grão de diamante: $150 \mu\text{m}$, 15 s), A3- Desgaste em água (espessura do grão de diamante: $150 \mu\text{m}$, 15 s), A4- Jateamento Al_2O_3 ($110 \mu\text{m}$, 15 s, 4 bar), A5- Desgaste a seco + jateamento Al_2O_3 e A6- Jateamento Al_2O_3 + desgaste a seco. As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial e os resultados demonstraram a resistência não foi influenciada pelo tipo de cerâmica. Os grupos controles (Fino: $1021 \pm 89,5$ MPa; Grosso: $914 \pm 58,3$ MPa) apresentaram valores estatisticamente superiores aos grupos A2

(Fino: $543 \pm 84,9$ MPa; Grosso: $724 \pm 153,3$ MPa) e A3 (Fino: $642 \pm 116,1$ MPa; Grosso: $751 \pm 132,3$ MPa), para ambas cerâmicas. Entretanto o jateamento com Al_2O_3 (Fino: $1239 \pm 146,6$ MPa; Grosso: $1224 \pm 119,5$ MPa) aumentou a resistência à flexão de ambas as cerâmicas ($p < 0,05$). Com relação ao grau de modificação de fase da zircônia, o jateamento foi o tratamento que mais promoveu essa transformação (A4: 13,9-15,2 %; A5- 12,7-15,7 %), a uma profundidade média de $0,30 \mu\text{m}$. Já os demais grupos apresentaram em média 3-5 % de fase monoclinica, sendo de $0,05 \mu\text{m}$ a espessura da camada de transformação.

Em outro estudo, Kosmac et al. (2000) investigaram também o efeito do desgaste com pontas diamantadas e do jateamento na resistência à flexão e na confiabilidade de uma cerâmica de Y-TZP. Duas cerâmicas de Y-TZP foram utilizadas, sendo uma formada por grãos finos (TZ-3YB) ou a outra por grãos grossos (TZ-3YSB), ambas contendo 3% de óxido de ítrio. Uma terceira cerâmica contendo alumina (0,25%) também foi utilizada (TZ-3YS-E). Discos (\varnothing : 15,5 mm; espessura: 1,5 mm) de cada material foram obtidos fabricados e divididos aleatoriamente entre seis grupos experimentais ($n=10$): A1- Controle, A2- Desgaste a seco (espessura do grão de diamante: $50 \mu\text{m}$, 15s), A3- Desgaste a seco (espessura do grão de diamante: $150 \mu\text{m}$, 15s), A4- Desgaste em água (espessura do grão de diamante: $150 \mu\text{m}$, 15s), A5- Jateamento Al_2O_3 ($110 \mu\text{m}$, 15 s, 4 bar), A6- A3+A5, A7- A3+A5, A8- A2+A5. Os resultados demonstraram que os maiores valores de resistência à flexão foram para os grupos jateados com óxido de alumínio (A5: 1.200 – 1.300 MPa) e para as amostras submetidos inicialmente ao desgaste com pontas diamantadas grossas (A3: 1.100 – 1.200 MPa) ou finas (A8: 1.100 – 1.200 MPa) e jatedas em seguida independente da cerâmica utilizada. O jateamento também foi o tratamento que promoveu maior modificação de fase da zircônia (13,9 a 17,1 %), sendo os menores valores obtidos para as amostras desgastadas com pontas diamantadas grossas (3,4 a 5,3 %) e finas (3,5 a 3,9 %). Os autores concluíram que, o embora a

confiabilidade (módulo de Weibull) da cerâmica sem jateamento tenha sido um pouco maior que a cerâmica jateada, o jateamento aumenta a resistência mecânica das cerâmicas de Y-TZP, o que compensa os valores inferiores de confiabilidade.

Zhang et al. (2004) analisaram o efeito do jateamento e do polimento na resistência à fratura de dois materiais cerâmicos, frente a diferentes regimes de ciclagem. Foram selecionados dois materiais; um a base de alumina (AD995, Coors Tek) e outro a base de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Prozyl Y-TZP, Norton). Amostras cerâmicas (20 x 20 mm) com espessura de 1,2 mm foram obtidas para cada material. As amostras de cada material foram divididas em dois grupos, de acordo com a realização ou não do jateamento (Al_2O_3 ; 50 μm ; duração: 5s; pressão: 2,76 bar; distância: 10 mm): Ac- alumina controle, Bc- Y-TZP controle, Aj- alumina jateada e Bj- Y-TZP jateada. Em seguida as amostras foram coladas, em sua face jateada, com uma fina camada de adesivo (10 μm) a uma placa de policarbonato (espessura: 1,2 mm). As amostras foram então divididas de acordo com o tipo de carga utilizada na ciclagem, seja com uma carga constante ou não. Os resultados demonstraram que a ciclagem com carga constante gerou menor redução (< 10%) na resistência das amostras jateadas comparado à ciclagem com carga não constante (~30% na Y-TZP e 20% na alumina). Já para os grupos não jateados, a ciclagem não afetou a resistência. Os autores concluíram que apesar da diminuição dos valores de resistência após ciclagem mecânica (10^9 ciclos=10 anos de uso clínico), a cerâmica de Y-TZP, mesmo após jateamento, apresentou valores de resistência (400 N) capaz de resistir às forças mastigatórias acima da normalidade.

Guazzato et al. (2005) estudaram a influência do tratamento térmico e do tratamento de superfície na resistência à flexão e na quantidade da fase monoclinica de uma cerâmica de Y-TZP. Utilizando blocos cerâmicos totalmente sinterizados (DC-Zirkon, DCS), foram confeccionadas 160 barras nas dimensões de 20 x 1,3 x 4 mm), as quais

foram divididas entre oito grupos, de acordo com o tipo de tratamento de superfície e a presença de tratamento térmico (ciclo da cerâmica de cobertura Vita D/Vita) (n=20): A1- jateamento com Al_2O_3 (tamanho: 110 μm ; pressão: 5 bar; tempo: 20 s); A2- A1 + tratamento térmico; B1- desgaste com lixa paralelamente ao longo eixo da amostra (velocidade: 3.300 rpm, granulação: 91 μm); B2- B1 + tratamento térmico; C1- desgaste com lixa perpendicular ao longo eixo da amostra; C2- C1 + tratamento térmico; D1- Polimento com discos diamantados de granulação decrescente (90, 70, 30, 15, 3 e 1 μm ; velocidade: 800 rpm); D2- D1 + tratamento térmico. As amostras foram então submetidas ao ensaio de resistência à flexão. As médias obtidas foram: A1 (1.540 \pm 120 MPa), A2 (955 \pm 92 MPa), B1 (1.330 \pm 175 MPa), B2 (1.225 \pm 137 MPa), C1 (1.325 \pm 128 MPa), C2 (1.185 \pm 97 MPa), D1 (1.095 \pm 135 MPa) e D2 (1.165 \pm 109 MPa). O grupo A1 apresentou os maiores valores de resistência comparado aos demais grupos ($p < 0,05$). No geral o tratamento térmico tende a diminuir a resistência da cerâmica de Y-TZP após jateamento. Utilizando-se a difração de Raios-X, observou-se que as amostras dos grupos não submetidos ao tratamento térmico apresentaram valores elevados da fase monoclinica em sua composição, sendo as amostras jateadas com óxido de alumínio as de maiores valores: A1- 9,5 %, B1- 8,3 %, C1- 8,3 % e D1- 0,8 %. Para as amostras submetidas ao tratamento térmico não foi observada fase monoclinica em composição, com exceção ao grupo A2 (0,3 %). Segundo os autores, apesar do jateamento com Al_2O_3 gerar defeitos na superfície da cerâmica, ele promove a formação de uma camada residual de estresse compressivo nessa região devido à transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica, aumentando a resistência mecânica desse material. Assim, o jateamento deve ser recomendado para aumentar a resistência de cerâmicas de Y-TZP, desde que em seguida não sejam submetidas ao tratamento térmico.

Curtis et al. (2006b) investigaram a influência do jateamento e do desgaste com pontas diamantadas na resistência à flexão, rugosidade e na modificação de fase de uma cerâmica de Y-TZP (Lava). Foram fabricados 460 discos (diâmetro: 13 mm; espessura: 1,5 mm) de acordo com a norma ISO 6872. O jateamento com Al_2O_3 foi realizado com partículas de diferentes tamanhos a uma distância de 2 cm da cerâmica, durante 5 segundos e pressão de 4,8 bar. Já o desgaste foi realizado com pontas diamantadas de granulação grossa (20-40 μm) e fina (125-150 μm). Os discos foram divididos aleatoriamente entre os grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento e meio de armazenagem (n=30): A- controle (seco); B- jateamento com Al_2O_3 (25 μm , seco), C- jateamento com Al_2O_3 (50 μm , seco), D- jateamento com Al_2O_3 (110 μm , seco), E- controle (água 37⁰C); F- jateamento com Al_2O_3 (25 μm , água 37⁰C), G- jateamento com Al_2O_3 (50 μm , água 37⁰C), H- jateamento com Al_2O_3 (110 μm , água 37⁰C), I- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μm , seco), J- Desgaste com ponta diamantada (125-150 μm , seco), K- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μm , água 37⁰C), L- Desgaste com ponta diamantada (125-150 μm , água 37⁰C). Análises de difração de Raios-X e da rugosidade foram realizadas em seguida. Após 24h, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os resultados demonstraram que a rugosidade não foi afetada pelo jateamento e nem pelo desgaste com pontas diamantadas comparado ao grupo controle ($p>0.05$). O meio de armazenagem não influenciou a resistência à flexão deste tipo de cerâmica ($p>0,05$). Os regimes de jateamento com Al_2O_3 não afetaram a resistência da cerâmica em relação ao grupo controle (A- 1.267±161 MPa; E- 1.308±188 MPa), seja após a armazenagem em ambiente seco (B- 1.269±128 MPa; C- 1.319±129 MPa; D- 1.260±118 MPa) ou em água (F- 1.226±153 MPa; G- 1.211±144 MPa; H- 1.222±135 MPa), embora tenha causado um aumento da camada residual de compressão, devido à modificação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica.

Entretanto, a análise em MEV revelou que os regimes de jateamento utilizados danificaram a superfície da cerâmica, causando marcações em forma de crateras. Já o desgaste com brocas de granulação grossa (J- 1.057 ± 179 MPa; L- 1.074 ± 193 MPa) causou uma redução significativa nos valores de resistência comparado aos grupos de granulação fina (I- 1.319 ± 165 MPa; K- 1.210 ± 156 MPa) e aos controles. Estes resultados são explicados devido ao elevado dano causado por este procedimento na superfície da cerâmica, como a formação de largas e profundas ranhuras. Adicionalmente, a análise de Weibull revelou que, em comparação ao grupo controle, o jateamento aumentou o módulo de Weibull (m), isto é, a probabilidade de sobrevivência, para todos os grupos, independente do tamanho da partícula utilizada.

Denry e Holloway (2006) propuseram analisar a influência do desgaste na resistência à flexão e na morfologia superficial e no grau de transformação da zircônia de uma cerâmica de Y-TZP (Cercon, Dentsply), antes e após tratamento térmico (*annealing*: $1.000^{\circ}\text{C}/1$ h). Amostras em forma de disco ($\varnothing=25$ mm; espessura: 1,8 mm) foram confeccionadas e divididas entre os grupos ($n=10$): G1- Controle, G2- desgaste com disco diamantado (30-40 μm) + tratamento térmico, G3- desgaste com disco diamantado (30-40 μm) + polimento (0,5 μm) e G4- desgaste com disco diamantado (30-40 μm). Os resultados demonstraram que o desgaste com disco diamantado (G4- 1.189 ± 250 MPa) aumentou a resistência da cerâmica comparado ao grupo controle (G1- 944 ± 156 MPa), embora o disco diamantado tenha formado grande irregularidades em formato de crateras na superfície da cerâmica. Adicionalmente, a análise em difração de Raios-X detectou que o desgaste seguido ou não do polimento promoveu a transformação de fase da zircônia de tetragonal para romboédrica, aumentando a resistência mecânica da cerâmica. Entretanto, após o tratamento térmico, a zircônia voltou a ser 100% tetragonal.

Papanagiotou et al. (2006) desenvolveram uma pesquisa com o objetivo de estudar o efeito da temperatura e do polimento na resistência à fratura e na estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP. Trezentas e dez barras (25 x 4 x 2 mm) foram confeccionadas a partir do seccionamento de blocos cerâmicos (Vita In-Ceram Y-TZP, Vita), os quais foram distribuídos de acordo com os fatores temperatura e polimento (N=9): C- controle (após sinterizado); B24h- imersão em água fervente por 24 h; B7d- imersão em água fervente por 7 dias; H6h- armazenagem em umidificador de ar por 6 h (250⁰C); H24h- armazenagem em umidificador de ar por 24 h (250⁰C); H7d- armazenagem em umidificador de ar por 7 dias (250⁰C); P- polimento com pontas diamantadas; Ja- jateamento com óxido de alumínio (tamanho: 50 µm; pressão: 5,5 bar; tempo: 2,5 min); Jb- Ja + imersão em água fervente por 7 dias. As amostras foram submetidas ao teste de resistência à flexão de três pontos. Observou-se que os procedimentos de envelhecimento e de acabamento/polimento não afetaram de maneira significativa a resistência à fratura das amostras, entretanto o grupo Ja (950±126,7 MPa) foi o que apresentou os maiores valores de resistência: C (827,9±108 MPa), B24h (819,1±131 MPa), B7d (907±110 MPa), H6h (851,2±126,5 MPa), H24h (796,7±138 MPa), H7d (851,5±98 MPa), P (844,3±131,2 MPa), Ja (950±126,7 MPa), Jb (861±166 MPa). A análise em difração em Raios-X demonstrou que a armazenagem em água fervente durante 7 dias (B7d) e em umidificador de ar a 250⁰C por 7 dias (H7d) geraram maior transformação da fase tetragonal para monoclinica na cerâmica: C- 6,76 %; B7d- 4,83 %. O EDS revelou que a concentração de óxido de ítrio foi menor para o grupo B7d. Segundo os autores, o envelhecimento e o polimento não afetam a resistência das cerâmicas de Y-TZP.

Zhang et al. (2006) investigaram a influência do jateamento e da CM na resistência à fratura de diferentes tipos de cerâmica. Vinte amostras de cada cerâmica foram fabricadas para avaliar

a influência do jateamento (Al_2O_3 50 μm , 2,7 bar, 5s) na resistência à fratura de duas cerâmicas, sendo uma a base de alumina (AD995, CoorsTek; 20x20x1 mm) e outra Y-TZP (Pro-TZP, Norton; 20x20x0,6 mm), antes e após CM, (n=5): G1a- Alumina/polida, Gr1b- Alumina/ Al_2O_3 50 μm ; G1c- Alumina/polida+CM, G1d- Alumina/ Al_2O_3 50 μm +CM; G2a- Y-TZP/polida, G2b- Y-TZP/ Al_2O_3 50 μm ; G2c- Y-TZP/polida+CM, G2d- Y-TZP/ Al_2O_3 50 μm +CM. Cada amostra foi unida a um substrato de policarbonato (12,5 mm de espessura) por meio de uma fina camada de resina epóxica (10 μm) e em seguida submetida ao ensaio de resistência à fratura. A CM foi realizada com frequência de 10 Hz e carga de 90% da resistência inicial de cada cerâmica, até o momento da fratura. Adicionalmente, para avaliar o efeito de diversos tratamentos de superfície na resistência da cerâmica de Y-TZP após CM, 10 amostras foram confeccionadas e divididas de acordo com o tratamento de superfície (n=5): B- endentação com ponta de diamante aguda (1 N) e C- endentação de forma arredondada (3.000 N). Após cimentação, as amostras foram submetidas à CM até o momento da fratura. Para as amostras não cicladas, os resultados demonstraram que apenas para a cerâmica de Y-TZP o jateamento diminuiu a resistência após o jateamento (A= 2.078 \pm 60 MPa), comparado ao grupo controle (C=2.486 \pm 88 MPa). Para as amostras jateadas, a CM diminuiu em 30% (Y-TZP) e em 20% (Alumina) a resistência mecânica das cerâmicas. Adicionalmente, os demais tratamentos de superfície aplicados à cerâmica de Y-TZP (endentações em forma aguda e arredondada), geraram uma diminuição da resistência semelhante ao jateamento, após CM. Os autores concluíram que a camada residual de estresse compressivo formada após jateamento das cerâmicas de Y-TZP não foi suficiente para compensar a perda da resistência causada pelo jateamento após CM.

Sato et al. (2008), em um estudo *in vitro*, pesquisaram o efeito do tipo de partícula e do tempo de jateamento na resistência à

flexão biaxial e na rugosidade superficial de dois tipos de cerâmica policristalina de zircônia tetragonal, sendo uma estabilizada com óxido de ítrio (Y-TZP) e outra estabilizada com óxido de cério (CZA). Para análise da rugosidade, foram confeccionadas amostras cerâmicas na forma de disco (14 mm x 2 mm) as quais foram lixadas com lixas de granulação decrescente (220, 400, 600 e 1.000) e em seguida submetidas a uma temperatura de 1.200⁰C (10 min) para homogeneizar a zircônia na fase tetragonal. As amostras foram divididas entre dez grupos de acordo com o tipo de cerâmica (Y-TZP e CZA), tipo de partícula (óxido de alumínio/Al₂O₃ ou carbonato de silício/SiC) e tempo de jateamento (10 e 90 s): CZA (Ru1- controle, Ru2- Al₂O₃/10s, Ru3- Al₂O₃/90s, Ru4- SiC/10s e Ru5- SiC/90s) e Y-TZP (Ru1*- controle, Ru2*- Al₂O₃/10s, Ru3*- Al₂O₃/90s, Ru4*- SiC/10s e Ru5*- SiC/90s). O jateamento foi realizado de maneira que as partículas de Al₂O₃ (75 µm) e de SiC (125 µm) incidissem perpendicularmente à superfície das amostras, com pressão de 4 bar e a uma distância de 10 mm. Para análise de resistência à flexão, seis amostras (Ø: 15mm, espessura: 2 mm) foram confeccionadas para cada grupo experimental: CZA (F1- Al₂O₃/10s, F2- Al₂O₃/10s/tratamento térmico, F3- SiC/10s e F4- SiC/10s/tratamento térmico) e Y-TZP (F1*- Al₂O₃/10s, F2*- Al₂O₃/10s + tratamento térmico, F3*- SiC/10s e F4*- SiC/10s + tratamento térmico). Os resultados demonstraram que o jateamento com partículas de SiC gerou valores médios de rugosidade estatisticamente superiores aos grupos jateados com Al₂O₃, independente do tempo de jateamento: CZA (Ru0- 0,33 µm, Ru2- 0,60 µm, Ru3- 0,56 µm, Ru4- 1,18 µm e Ru5- 0,96 µm) e Y-TZP (Ru1*- 0,3 µm, Ru2*- 0,47 µm, Ru3*- 0,68 µm, Ru4*- 1,09 µm e Ru5*- 0,84 µm). A análise em MEV demonstrou que jateamento com SiC e com Al₂O₃ causou a formação de ranhuras e de cavidades na superfície das cerâmicas, sendo o SiC mais danoso. A análise em difração de Raios-X, revelou que o jateamento causou modificação da zircônia de tetragonal para monoclinica, sendo que após o tratamento térmico, a porcentagem

de fase monoclinica diminui drasticamente. Com relação à resistência à flexão, os autores observaram que ocorreu um aumento desta propriedade após o jateamento, entretanto, se após o jateamento as amostras forem submetidas a uma temperatura elevada, a resistência do material cai significativamente.

Souza et al. (2008) estudaram o efeito do jateamento com diferentes partículas na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP (Vita In-Ceram 2000 YZ cubes, Vita). Tinta e dois discos sinterizados de Y-TZP (diâmetro: 15 mm, espessura: 2 mm) (N=32 / n=8 por grupo) foram confeccionados pelo fabricante, de acordo com a norma ISO 6872. Três protocolos de jateamento foram realizados na superfície de cimentação das amostras de acordo com o tipo de partícula (distância: 10 mm; pressão: 2,9 bar, duração: 20 s): G1- Controle (sem tratamento de superfície); G2- Al_2O_3 com 50 μm ; G3- SiO_2 com 110 μm (Rocatec Plus, 3M ESPE) e G4- SiO_2 com 30 μm (CoJet, 3M ESPE). Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, 1 mm/min) após serem submetidas à ciclagem mecânica (20.000 ciclos; 50 N de carga; imersão em água destilada a 37°C). Os resultados demonstraram que o fator jateamento foi significativo. O jateamento com óxido de silício (Cojet^A: 1.266,3±63,6 MPa; Rocatec^{AB}: 1.170±104,1 MPa) gerou valores superiores de resistência à flexão comparado ao jateamento com Al_2O_3 ^C (915,2±89,8 MPa) e ao grupo Controle^{BC} (942,4±35,9 MPa). Os autores concluíram que o jateamento das cerâmicas de Y-TZP com partículas de óxido de silício, seja em consultório (Cojet) ou em laboratório (Rocatec), pode ser sugerido para o tratamento da superfície de cimentação da cerâmica de Y-TZP por aumentar a resistência mecânica destas cerâmicas.

2.3 Ciclagem mecânica

Morena et al. (1986) avaliaram o efeito do meio de imersão no crescimento subcrítico de trincas de uma cerâmica vítrea bem como determinaram o coeficiente do crescimento de fratura (n) de diferentes tipos de cerâmica. Foram confeccionados quarenta discos cerâmicos ($\varnothing=12,5$ mm; espessura: 1,0 mm) de acordo com o tipo de cerâmica utilizada, sendo vinte amostras de cerâmica feldspática (Ceramco Gingival, Ceramco), dez amostras de uma cerâmica aluminizada (Vitadur-N, Vident) e dez amostras de uma cerâmica base de óxido de alumínio (Cerestone). As amostras foram submetidas a uma ciclagem mecânica em água com uma carga de 85 MPa/segundo, sendo dez amostras de cerâmica feldspática imersas em saliva artificial durante a ciclagem. Em seguida as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os resultados demonstraram que o valor de n foi diferente entre as cerâmicas cicladas em água: feldspática ($14,6\pm 1,4$), aluminizada ($28,9\pm 5,8$) e a base de óxido de alumínio ($80,8\pm 20,7$) e que o meio de imersão não afetou o valor de n para a cerâmica feldspática ($14,9\pm 1,8$). Os valores de resistência obtidos foram: feldspática ($72,9\pm 5,3$), aluminizada ($147,1\pm 11,3$) e a base de óxido de alumínio ($151,4\pm 9,9$). Conclui-se que os três tipos de cerâmica apresentam comportamento bastante diferente no que diz respeito ao crescimento subcrítico de trincas quando foram cicladas em meio aquoso e que a saliva como meio de imersão não influenciou o valor de n .

Curtis et al. (2006a) objetivaram mensurar a resistência à flexão biaxial e a dureza superficial de uma cerâmica de Y-TZP (Lava) após diferentes protocolos de ciclagem mecânica. Trezentas amostras em formato de disco (diâmetro: 13 mm; espessura: 1,48 mm) confeccionadas pelo fabricante foram aleatoriamente distribuídas entre dez grupos de

acordo com a quantidade de ciclos, carga e meio de imersão (n=30): A1- Controle, meio seco; A2- 2.000 ciclos, 500 N, meio seco; A3- 2.000 ciclos, 700 N, meio seco; A4- 2.000 ciclos, 800 N, meio seco; A5- Controle, água 37°C; A6- 2.000 ciclos, 500 N, água 37°C; A7- 2.000 ciclos, 700 N, água 37°C; A8- 2.000 ciclos, 800 N, água 37°C; A9- 100.000 ciclos, 80 N, meio seco; A10- 1.000.000 ciclos, 80 N, meio seco. Após ensaio de resistência à flexão, oito amostras de cada grupo foram analisadas em microdurômetro digital em diferentes áreas da amostra. A análise dos dados (MPa) revelou que os protocolos de ciclagem mecânica não influenciaram na resistência da cerâmica, seja em meio seco (A2- 1.216±136; A3- 1.246±104; A4- 1.259±101) ou em meio úmido (A6- 1.216±141; A7-1.221±150; A8- 1.191±127), comparados os grupos controles (A1- 1.267±161; A5- 1.308±188). Entretanto, a análise de Weibull revelou que, em comparação ao grupo controle, o grupo com maior número de ciclos (A10) apresentou uma redução significativa do módulo de Weibull (m) comparado aos grupos controles: A10 (m): 5,3; A1 (m): 7,5; A5 (m): 7,1. Tal fato pode ser explicado pelo acúmulo de microtrincas durante a ciclagem. A análise da microdureza demonstrou que o centro das amostras apresentava dureza maior em relação à sua periferia ($p < 0,05$). Este fato pode ser explicado pela formação de uma camada residual de estresse compressivo ($te \rightarrow mo$) na região central da amostra devido à carga da ciclagem mecânica incidir principalmente nesta região.

Pittayachawan et al. (2007) pesquisaram a microdureza e a influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP (Lava, 3M ESPE), com e sem pigmentação. Duzentos e quarenta discos (15 mm x 1,3 mm) confeccionados pelo fabricante foram divididos entre grupos de acordo com os fatores “ciclagem” e “cor” (n=30): F0- Sem pigmentação (controle) e F1 a F7: cores variando de A1 a D4. Para avaliar o efeito da ciclagem mecânica,

amostras adicionais sem pigmentação foram divididas entre dois grupos de acordo com o número de ciclagem (n=10): 10.000 ciclos (250 N; 2 Hz; meio: água 37⁰C); 20.000 ciclos (2 Hz; meio: água 37⁰C). Objetivando determinar a curva clássica de estresse, amostras não pigmentadas (n=24), F4 (n=24) e F7 (n=32) foram submetidas a diferentes protocolos de fadiga (2 Hz, imersão: água 37⁰C), cuja força variava de 50 a 90% da resistência média à flexão biaxial dessa cerâmica, sendo 500.000 ciclos o limite de ciclos. Em seguida as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão. Após ensaio de flexão, foi realizada avaliação da microdureza nos fragmentos dos grupos F0, F1 a F7. Os resultados demonstraram que a resistência à flexão biaxial foi similar entre os grupos, independente da cor da cerâmica: F0- 1.115±138 MPa; F1- 1.164±143 MPa; F2- 1.136±133 MPa; F3- 1.105±124 MPa; F4- 1.086±124 MPa; F5- 1.147±107 MPa; F6- 1.156±129 MPa; F7- 1.087±1213 MPa. Com relação ao cálculo da confiabilidade das amostras, a análise de Weibull revelou que a porcentagem de sobrevivência foi semelhante para todos os grupos (módulo de Weibull: 9,34 a 12,9). Com relação à ciclagem mecânica, verificou-se que o número de ciclos não influenciou nos valores de resistência: controle (1.253±93 N), 10.000 ciclos (1.253±93 N) e 20.000 ciclos (1.151±101 N). O teste de microdureza revelou que apenas os grupos F4 (não polida: 1.344±75 µm; polida: 1.319±70 µm) e F7 (não polida: 1.343±63 µm; polida: 1.319±48 µm) apresentaram valores inferiores estatisticamente aos demais e que não houve diferença entre as faces polidas e não polidas independente da cor da cerâmica. Adicionalmente, quando as amostras foram submetidas à ciclagem com carga equivalente a 65% da sua resistência, nenhuma amostra fraturou ao final dos 500.000 ciclos. Já quando foi utilizada uma carga equivalente a 70%, várias amostras fraturaram antes do final da ciclagem (500.000 ciclos). Os autores concluíram que a ciclagem mecânica com carga de 25% da resistência do material não afetou a sua resistência mecânica e

que com o aumento da carga durante a ciclagem, é necessário um número menor de ciclos para causar a fratura da amostra.

Studart et al. (2007a) avaliaram o crescimento subcrítico de trincas e o tempo de vida de três sistemas restauradores cerâmicos. Para tanto, trinta amostras em forma de barra (4 x 5 x 50 mm) foram fabricadas para cada sistema, sendo a amostras formada por cerâmica de infraestrutura recoberta com cerâmica e cobertura: IC- In-Ceram Zircônia/VM7; EM- Empress II/Eris e CE- Cercon/CerS. O teste para análise do tempo de vida dos materiais foi realizado submetendo as amostras a uma ciclagem mecânica em meio aquoso (10 Hz), até o momento da fratura das amostras, com uma carga de 700, 1.030 e 1070 N para as amostras dos grupos Em, CE e IN, respectivamente. A análise dos dados revelou que em todas as amostras testadas em ambiente úmido a origem da fratura foi na superfície externa da cerâmica de cobertura. Apesar da baixa carga aplicada durante a ciclagem, o sistema Empress/Eris apresentou baixíssima resistência ao crescimento subcrítico de trincas comparado aos demais grupos: IC (490.050 ciclos), EM (3.210 ciclos) e CE (73.690 ciclos). Adicionalmente, verificou-se que o crescimento subcrítico de trincas promovido pela ciclagem mecânica em água diminuiu a resistência mecânica de todos os grupos experimentais. Os autores concluíram que PPFs confeccionadas utilizando os sistemas In-Ceram Zircônia/ VM7 e Cercon/CerS podem ter longevidade acima de 20 anos, caso o conector seja corretamente desenhado.

Studart et al. (2007b) pesquisaram o efeito da fadiga cíclica em água no tempo de vida de uma cerâmica de Y-TZP (Degudent). Quarenta barras (4 x 5 x 50 mm) foram confeccionadas e submetidas ao ensaio de fratura, de acordo com a presença e o meio da ciclagem (n=15): G1- controle (amostras não cicladas), G2- amostras cicladas em contato com o ar e G3- amostras cicladas em água. O G1 foi submetido ao ensaio de resistência mecânica a uma velocidade de 250MPa/s,

objetivando prevenir o crescimento subcrítico de trincas durante o ensaio. Já as amostras dos grupos G2 e G3 foram cicladas a uma frequência de 10 Hz e com carga correspondente a 50% da resistência mecânica da cerâmica (500 MPa), até a fratura das amostras. A análise dos resultados demonstrou que a ciclagem mecânica em água diminuiu a resistência da cerâmica comparada à ciclagem em ar e ao grupo não ciclado. Os autores concluíram que apesar da susceptibilidade desta cerâmica ao crescimento subcrítico de trincas, restaurações confeccionadas em Y-TZP podem ter longevidade acima de 20 anos, caso o diâmetro do conector seja corretamente confeccionado.

Rosentritt et al. (2008), em um estudo *in vitro*, compararam a taxa de sobrevivência clínica de próteses parciais fixas livres de metal com as falhas que ocorrem durante uma simulação em laboratório. Para simular uma situação clínica de uma PPF de três elementos, oitenta dentes humanos foram utilizados, sendo quarenta incisivos superiores (11) e quarenta caninos superiores (13). As raízes dos elementos dentários foram incluídas em resina (Palapress Vario, Heraeus-Kulzer), distantes entre si 8 mm. Os dentes foram preparados (término: chanfro largo, redução oclusal: 1,5 mm, expulsividade do preparo: 6⁰) e as quarenta PPFs foram preparadas, sendo 20 em In-Ceram Alumina (IC) e 20 em Empress II (E) e confeccionadas de acordo com as recomendações dos fabricantes. As PPFs foram submetidas a diferentes protocolos de ciclagem mecânica e ciclagem térmica: Ea- 3.600.000 ciclos mecânicos/50N, 18.000 ciclos térmicos; Eb- 3.600.000 ciclos mecânicos/35N, 18.000 ciclos térmicos; ICa- 3.600.000 ciclos mecânicos/50N, 18.000 ciclos térmicos; ICb- 3.600.000 ciclos mecânicos/25N, 18.000 ciclos térmicos. Os resultados demonstraram que houve uma forte influência da ciclagem mecânica/térmica no grau de sobrevivência de PPFs confeccionadas em Empress II e em In-Ceram Alumina, sendo a taxa de falhas de 30% e 50% respectivamente. Os

autores concluíram que a porcentagem de sobrevivência das PPFs diminuiu com o aumento do número de ciclagem. Adicionalmente, embora a quantidade de falhas não tenha sido influenciada pela carga utilizada na ciclagem, observou-se que cargas maiores causaram falhas em um período de tempo menor quando comparada às amostras submetidas à carga menor.

Pittayachawan et al. (2009) avaliando a resistência à flexão biaxial (\varnothing : 15 mm; espessura: 1,2 mm), a microdureza e o tempo de vida de uma cerâmica de Y-TZP (Cercon/Dentsply), observaram que a média de resistência à flexão desta cerâmica foi de 823 ± 114 MPa. Após ciclagem mecânica (2 Hz de frequência; carga variando entre 50% a 80% da média da resistência da cerâmica, meio: água 37⁰C), nenhuma amostra fraturou quando a carga aplicada na ciclagem foi de até 70% da média da resistência à flexão inicial da cerâmica. Com relação à microdureza da cerâmica, o polimento não foi significativo (controle: 1.378 HV; polida: 1.354 HV). Os autores também observaram que ocorreu transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica e cúbica apenas após a aplicação de uma carga elevada.

3 PROPOSIÇÃO

Baseado na importância do estudo da resistência à flexão de cerâmicas de Y-TZP, demonstrada pela revisão da literatura, o propósito da presente pesquisa será:

- 1) avaliar a influência da partícula utilizada no jateamento (Al_2O_3 50 μm , Al_2O_3 110 μm , SiO_2 30 μm e SiO_2 110 μm) na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP;
- 2) verificar o efeito da pressão (2,5 e 3,5 bar) durante o jateamento e da ciclagem mecânica na resistência à flexão de uma cerâmica Y-TZP;
- 3) identificar, por meio da difração de Raios-X, o efeito do jateamento e da ciclagem mecânica em possíveis transformações de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$), bem como a profundidade dessas transformações, além de pesquisar a influência da temperatura na modificação reversa de fase da zircônia ($mo \rightarrow te$);
- 4) analisar, utilizando microscopia eletrônica de varredura e perfilometria óptica, o efeito dos diferentes protocolos de jateamento nas alterações superficiais da cerâmica de Y-TZP.

Desta forma, frente aos objetivos deste estudo, as hipóteses são as de que:

- a) ao contrário das partículas de SiO_2 , o jateamento com partículas de Al_2O_3 afeta negativamente resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP, independente do tamanho da partícula e da pressão utilizada;
- b) os valores de resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP são afetados negativamente pela ciclagem mecânica;
- c) o jateamento aumenta o grau de transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$), independente do protocolo utilizado;
- d) a profundidade de transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$) é diretamente proporcional ao tamanho da partícula e à pressão utilizada durante o jateamento;
- e) o aumento da temperatura promove a transformação reversa de fase da zircônia de $mo \rightarrow te$;
- f) o jateamento com partículas de Al_2O_3 gera danos superficiais (ranhuras, irregularidades) na cerâmica de Y-TZP, ao contrário das partículas de SiO_2 .

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Material

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais e fabricantes, estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Tabela 1- Nomes comerciais, tipos de material e fabricantes dos produtos utilizados nos experimentos.

Marca Comercial	Tipo do Material	Fabricante	Nº do lote
Cerâmica do sistema LAVA	Cerâmica Y-TZP	3M ESPE/ Irvine, CA, EUA	-----
Sistema Rocatec	Óxido de Alumínio (110 µm) revestido por Sílica	3M ESPE/ Irvine, CA, EUA	269078
Sistema Cojet	Óxido de Alumínio (30 µm) revestido por Sílica	3M ESPE/ Irvine, CA, EUA	351794
Óxido de Alumínio (#100)	Óxido de Alumínio (110 µm)	Polidental Ind. e Com. Ltda, Brasil	21567
Óxido de Alumínio (#320)	Óxido de Alumínio (50 µm)	Polidental Ind. e Com. Ltda, Brasil	20919

4.2 Método

4.2.1 Obtenção das amostras

Duzentos e dezoito discos cerâmicos (LAVA, 3M ESPE, Irvine, CA, EUA) com dimensões padrões determinadas pela norma ISO 6872 (\varnothing :15 mm; espessura: 2 mm), foram fabricados e fornecidas pelo fabricante (3M ESPE) para realização deste estudo (Figura 1). A temperatura de sinterização final das amostras foi de 1.500⁰C, durante 3,5 h. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou 11h. Após o processo de sinterização, as amostras foram lixadas pelo fabricante, em ambos os lados, com lixas d'água de granulação ultrafina (10 μ m). Tal procedimento não incorpora falhas ou modificação de fase da zircônia (Kosmac et al., 1999; Pittayachawan et al., 2007).

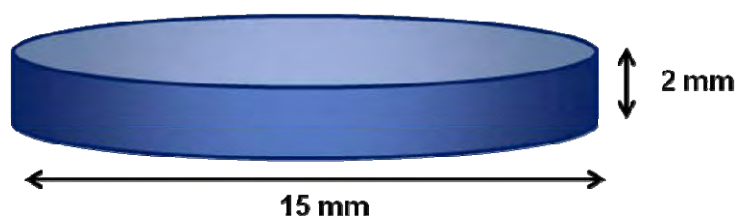


FIGURA 1 - Representação gráfica das dimensões da amostra.

Cada amostra foi analisada em um microscópio óptico digital (Mitutoyo, Measuring Microscope MFA - Series 5051H, Suzhavo, Japão), com 100X de aumento, objetivando identificar alguma falha em

suas superfícies. As amostras que apresentaram quaisquer falhas foram descartadas e repostas por outras amostras.

Cento e oitenta discos (N=180) foram selecionados aleatoriamente e divididos entre dezoito grupos, de acordo com os fatores “partícula”, “pressão” e “ciclagem” (Figura 2). Estas amostras serão posteriormente submetidas ao ensaio resistência à flexão biaxial.

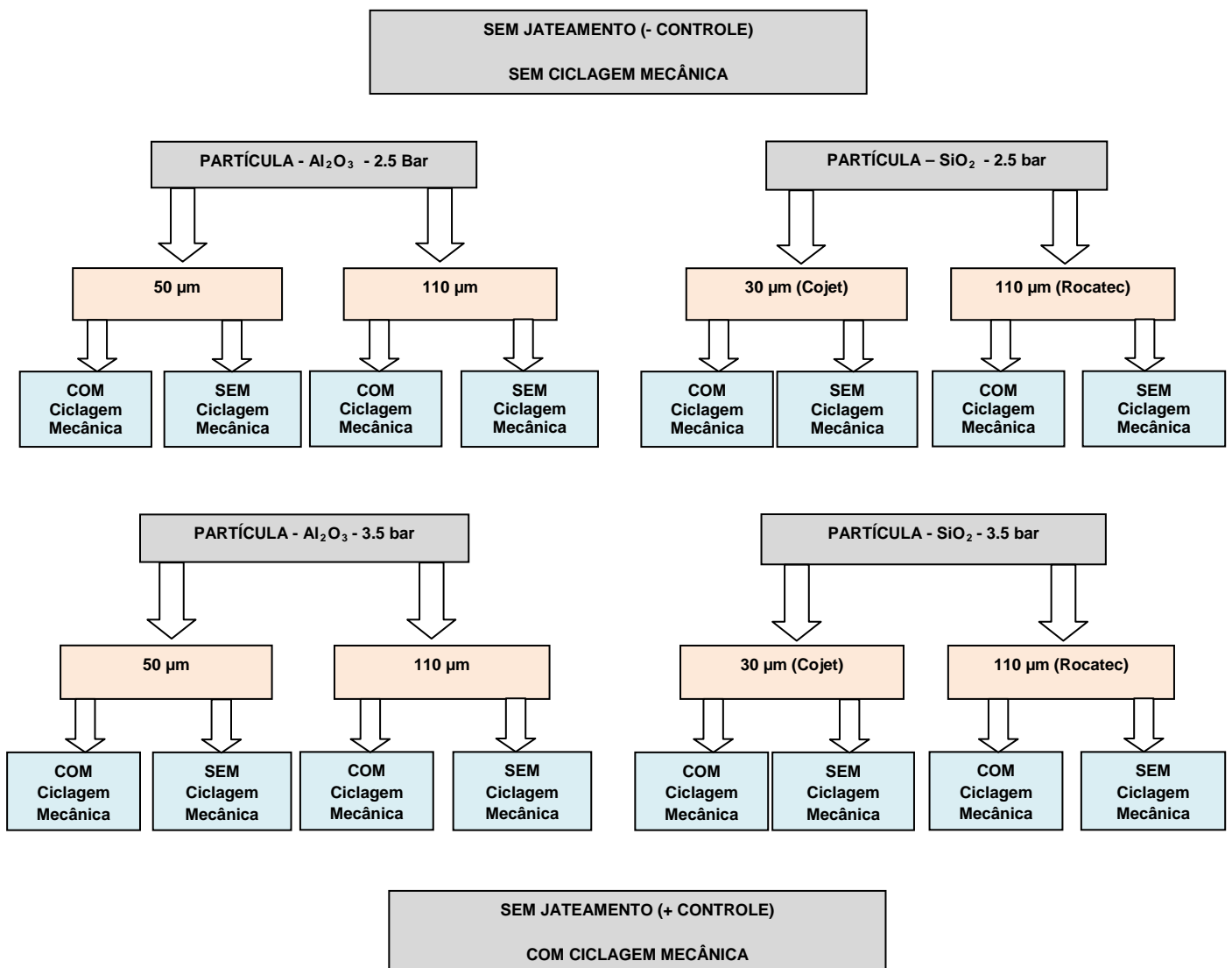


FIGURA 2 - Representação gráfica em forma de diagrama das combinações entre os fatores: tipo de partícula, pressão e ciclagem.

4.2.2 Jateamento das amostras

Previamente ao jateamento, as amostras foram imersas em álcool isopropílico a 10%, dentro de um recipiente de vidro, e submetidas à limpeza em aparelho sônico durante 10 min (Vitasonic, Vita Zanhfabrik, Alemanha). Após, as amostras foram posicionadas sobre gazes onde permaneceram por 10 min, para que se garantisse a completa evaporação do álcool. Com uma caneta permanente na cor vermelha, foi realizada uma marcação pontual no centro da superfície da amostra que não foi jateada, com o intuito de orientar e facilitar o posicionamento das amostras durante os procedimentos de jateamento, ciclagem mecânica e ensaio mecânico de resistência à flexão.

Para realização do jateamento das amostras, foi utilizado um microjateador (Microjato Standard, Bioart, Brasil; $h = 40,32$ mm, $\varnothing = 30,62$ mm, $V = 2\pi rh = 2 \times 3,14 \times 15,31 \times 40,32 = 59.351,20$ mm³). Para que fosse possível padronizar e fixar a distância entre a superfície das amostras e a ponta do microjateador bem como o ângulo de incidência das partículas durante o jateamento, um dispositivo metálico, desenvolvido por Amaral et al. (2008), foi utilizado para que o microjateador permanecesse fixo durante toda etapa de jateamento (Figura 3).

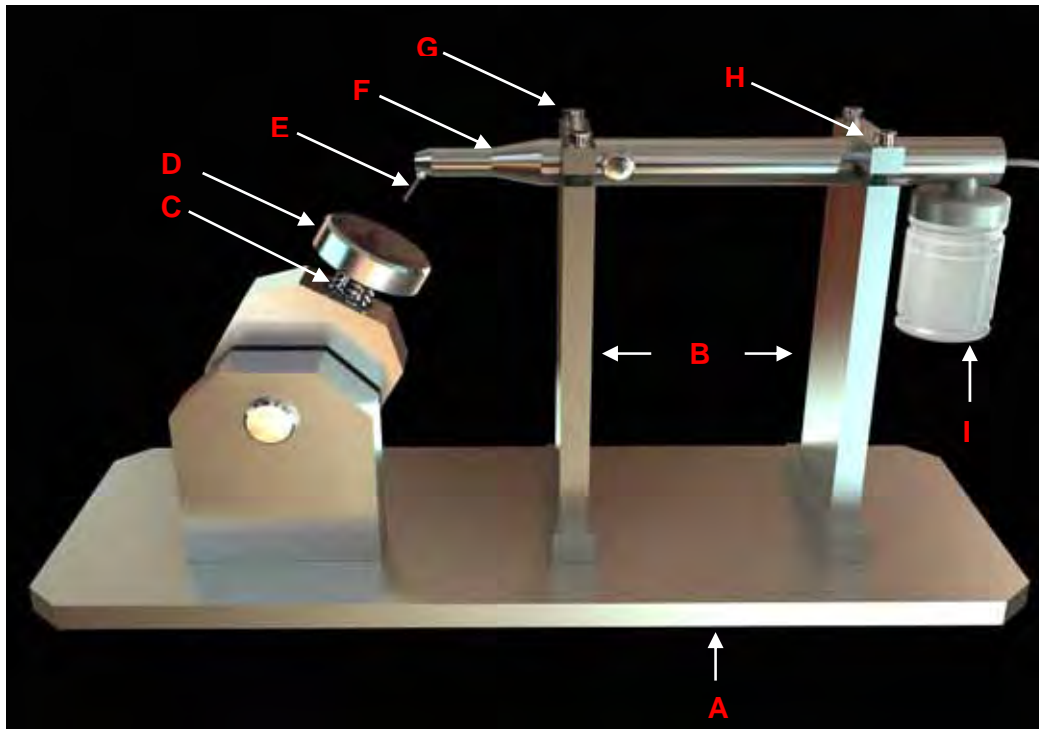


FIGURA 3 - Microjateador posicionado no dispositivo metálico para padronização dos procedimentos de jateamento: A= base do dispositivo; B= hastes verticais; C= parafuso calibrador da distância entre a ponta do jateador e base metálica; D= base metálica para posicionar as amostras durante jateamento; E= ponta do microjateador; F= microjateador; G= parafuso fixador da braçadeira metálica; H= braçadeira metálica para fixar o microjateador ao dispositivo; I= recipiente conectado ao microjateador onde se armazenam as partículas do jateamento (vista lateral).

A distância entre a superfície de jateamento das amostras e a ponta do microjateador foi padronizada em 10 mm e o tempo do jateamento de 20 s, para todos os grupos experimentais. As partículas incidiram na superfície da cerâmica com uma inclinação de 90° , que é o ângulo formado entre a ponta do jateador e a superfície da cerâmica. Durante o jateamento, cada amostra foi posicionada sobre a base metálica do dispositivo fixador do microjateador, e com o auxílio de uma pinça clínica metálica, foram realizados movimentos circulares sobre a base, objetivando um jateamento uniforme ao longo de toda a superfície da amostra (Figura 4).

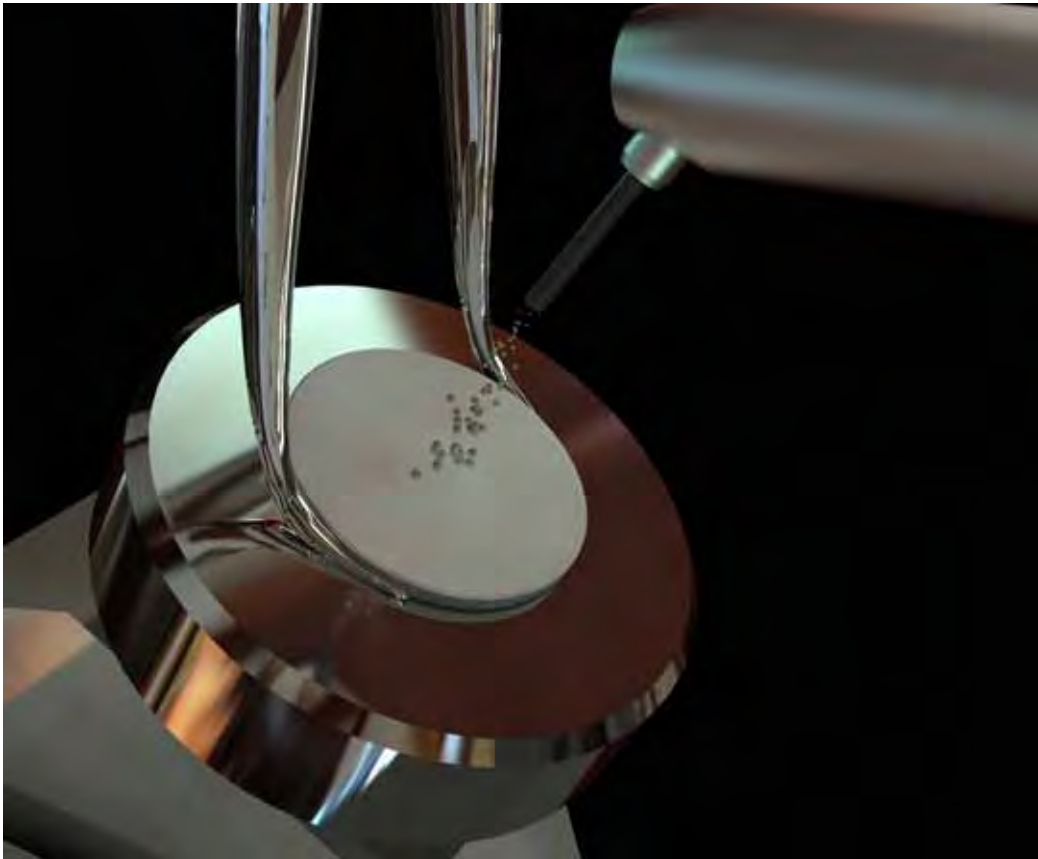


FIGURA 4 - Disco cerâmico apoiado sobre a base metálica em momento de jateamento.

Como protocolo para troca do tipo de partícula ao longo dos jateamentos, os excessos de Al_2O_3 ou de SiO_2 que permaneceram dentro do recipiente de vidro foram inicialmente removidos com jatos de ar e em seguida, com o auxílio de um lenço de papel umedecido com álcool isopropílico a 10%, foi realizada a limpeza das partículas que permaneceram na superfície interna do vidro.

Considerando os fatores “partícula” em 4 níveis (Al_2O_3 50 μm , Al_2O_3 110 μm , SiO_2 30 μm e SiO_2 110 μm), “pressão do jateamento” em 2 níveis (2,5 bar e 3,5 bar) e “ciclagem mecânica (CM)” em 2 níveis (com e sem ciclagem) (esquema fatorial 4x2x2), 16 grupos experimentais foram constituídos. Dois grupos controles também foram considerados: Controle - (sem jateamento e sem CM) e Controle + (sem jateamento e com CM) (Quadro 1).

Quadro 1 - Grupos experimentais conforme os fatores: partícula (4 níveis), pressão (2 níveis) e ciclagem (2 níveis). * n=10

Grupo	Partícula	Pressão	Ciclagem
Gr1 (Controle -)	-	-	Sem
Gr2	Al ₂ O ₃ (50 µm)	2,5 bar	Sem
Gr3		3,5 bar	Sem
Gr4	Al ₂ O ₃ (110 µm)	2,5 bar	Sem
Gr5		3,5 bar	Sem
Gr6	SiO ₂ (30 µm)	2,5 bar	Sem
Gr7		3,5 bar	Sem
Gr8	SiO ₂ (110 µm)	2,5 bar	Sem
Gr9		3,5 bar	Sem
Gr10	Al ₂ O ₃ (50 µm)	2,5 bar	Com
Gr11		3,5 bar	Com
Gr12	Al ₂ O ₃ (110 µm)	2,5 bar	Com
Gr13		3,5 bar	Com
Gr14	SiO ₂ (30 µm)	2,5 bar	Com
Gr15		3,5 bar	Com
Gr16	SiO ₂ (110 µm)	2,5 bar	Com
Gr17		3,5 bar	Com
Gr18 (Controle +)	-	-	Com

4.2.3 Fadiga Mecânica

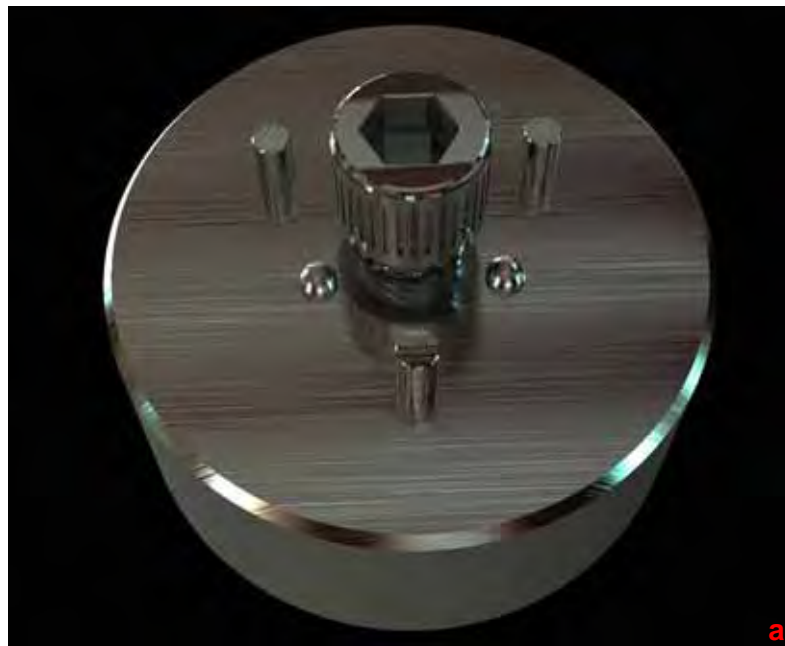
Conforme Quadro 1, metade das amostras (90) foram submetidas à ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo/SP, Brasil). Esta máquina apresenta dez células de ciclagem, o que permite ciclar dez amostras simultaneamente, sob as mesmas condições (Figura 5). Foram realizados 100.000 ciclos, com frequência de 4 ciclos por segundo (4 Hz) e carga constante de 50 N (Sundh et al., 2005; Curtis et al., 2006a; Sundh e Sjogren, 2006). Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37⁰C, sendo a temperatura controlada por um termostato contido no próprio equipamento.

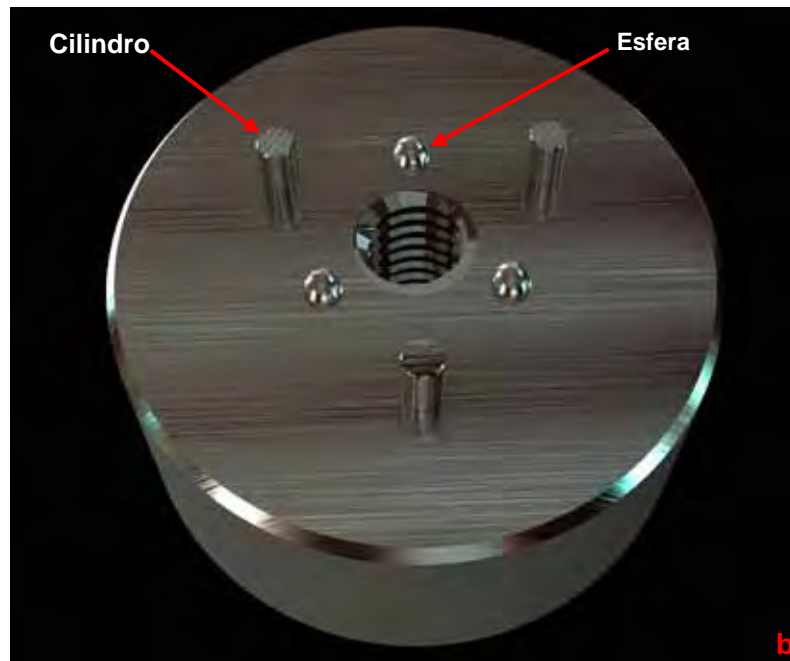


FIGURA 5 – Vista frontal da máquina simuladora de fadiga mecânica.

Para realização do ensaio de fadiga mecânica, foram confeccionados dez dispositivos metálicos ($\varnothing=39,5$ mm; altura: 15 mm) os

quais foram adaptados dentro dos recipientes plásticos ($\varnothing = 40$ mm; altura: 27 mm) de cada célula da máquina de fadiga mecânica. Cada dispositivo possuía em sua face superior três esferas ($\varnothing = 3,2$ mm) as quais eram fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, formando um plano em forma de círculo com diâmetro de 10 mm. Sobre estas esferas as amostras foram posicionadas durante todo o período de ciclagem. Com o objetivo de orientar o posicionamento da amostra sobre as esferas metálicas e impedir que as amostras saíssem de posição durante a etapa de ciclagem, três hastes metálicas ($\varnothing = 2$ mm; altura: 4 mm) foram fixadas equidistantes 17 mm entre seus centros, de maneira que o centro do plano formado pelas esferas fosse coincidente com o centro do plano formado pelas hastes metálicas. No centro do dispositivo foi confeccionada uma rosca com o objetivo de facilitar a sua remoção do interior do recipiente plástico, uma vez que a superfície externa do dispositivo metálico e a superfície interna do recipiente plástico estavam em íntimo contato (Figuras 6a-b).





FIGURAS 6a-b - Dispositivo metálico para suporte das amostras durante o ensaio de fadiga mecânica, com (a) e sem o parafuso central (b).

Como a altura do recipiente plástico era de 27 mm e a altura do dispositivo metálico (15 mm) somado com a espessura da amostra (2 mm) mais o raio das esferas (1,6 mm) era de 23,6 mm, restaram 8,4 mm entre a face superior da amostras e o limite superior do recipiente plástico, o qual foi preenchido com água, garantido que toda a amostra ficasse imersa em água durante o período de ciclagem (Figura 7).

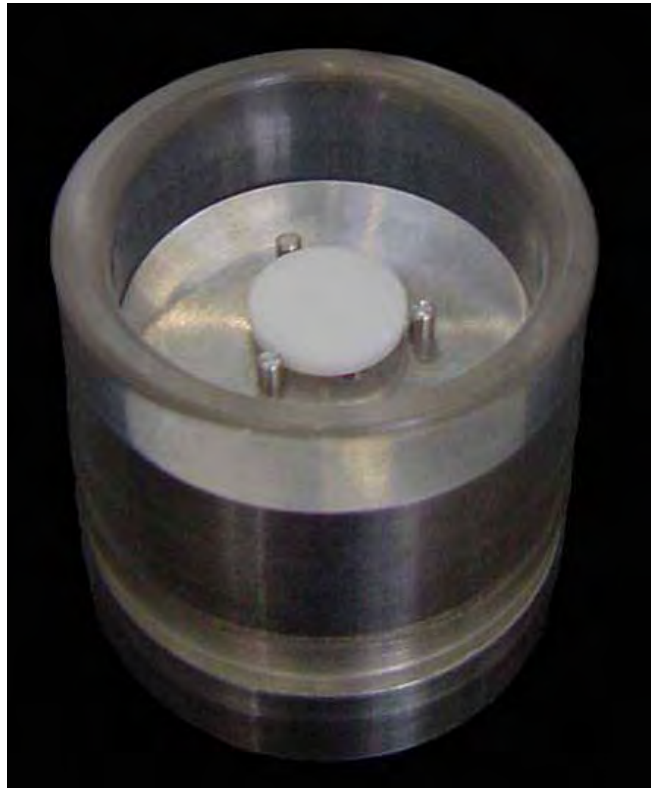


FIGURA 7 - Dispositivo metálico encaixado no interior do recipiente plástico da cicladora mecânica. Notar posicionamento do disco cerâmico sobre as esferas metálicas.

Durante a ciclagem mecânica, as amostras foram posicionadas sobre as esferas metálicas, de maneira que a superfície jateada ficasse voltada para baixo (área de tensão). Uma haste metálica superior, com ponta de diâmetro de 1,6 mm, permaneceu em contato com o centro da face superior das amostras (área de compressão) indizindo impulsos com carga de 50 N (4 Hz) durante 100.000 vezes em cada amostra.

Com o objetivo de distribuir de maneira mais uniforme as tensões sobre as amostras ao longo da ciclagem, foi interposta uma fita adesiva (12 x10 mm, 3M ESPE, EUA) na face superior das amostras e na extremidade das hastes metálicas superiores (Figura 8).



FIGURA 8 - Vista frontal da amostra cerâmica em momento de ensaio de fadiga mecânica, evidenciando o posicionamento das fitas adesivas amarelas entre a superfície da cerâmica e a haste metálica da cicladora mecânica (água, 37°C).

Após ciclagem mecânica, as amostras foram submetidas ao teste de resistência à flexão biaxial.

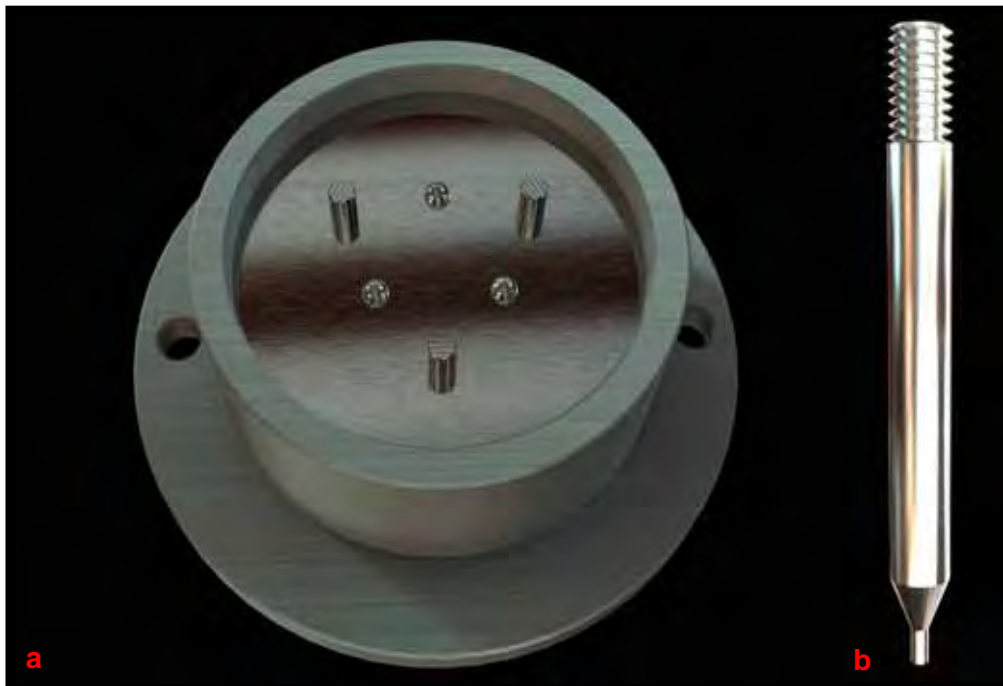
4.2.4 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As cento e oitenta amostras (cicladas e não cicladas mecanicamente) foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMICⁱ, DL-1000, São José dos

ⁱ Máquina de teste mecânico desenvolvida com auxílio da FAPESP processo N° 01/13978-1.

Pinhais/PR, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kg até o momento da fratura da amostra.

Para realização do ensaio de flexão biaxial, foi utilizado um dispositivo metálico ($\varnothing=41,5$ mm; altura: 25 mm) com as mesmas características do dispositivo utilizado para o ensaio de fadiga mecânica: face superior contendo três esferas ($\varnothing= 3,2$ mm) fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, formando um plano e três hastes metálicas ($\varnothing= 2$ mm; altura: 4 mm) fixadas equidistantes 17 mm entre seus centros, de maneira que o centro do plano formado pelas esferas fosse coincidente com o centro do plano formado pelas hastes metálicas. Este dispositivo era encaixado em um recipiente metálico ($\varnothing= 42$ mm; altura: 31 mm), o qual foi preenchido com água para que a amostra permaneça imersa em água durante o ensaio. Após o posicionamento da amostra no dispositivo, uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, $\varnothing=1,6$ mm) fixada à célula de carga, exerceu uma carga crescente no centro da face superior das amostras (área de compressão), até ocorrer a fratura (Figura 9).



FIGURAS 9a-b - Dispositivos metálicos utilizados para ensaio de resistência à flexão biaxial: a) base metálica e b) ponta de tungstênio.

Previamente ao ensaio, foi também interposta uma fita adesiva (12 x10 mm, 3M ESPE, EUA) na face superior das amostras e na ponta da haste superior, objetivando distribuir de maneira mais uniforme as tensões sobre as amostras ao longo do ensaio. Para o ensaio de resistência à flexão, as amostras foram posicionadas sobre as esferas metálicas, de maneira que a superfície jateada ficasse voltada para baixo (área de tensão) (Figura 10).

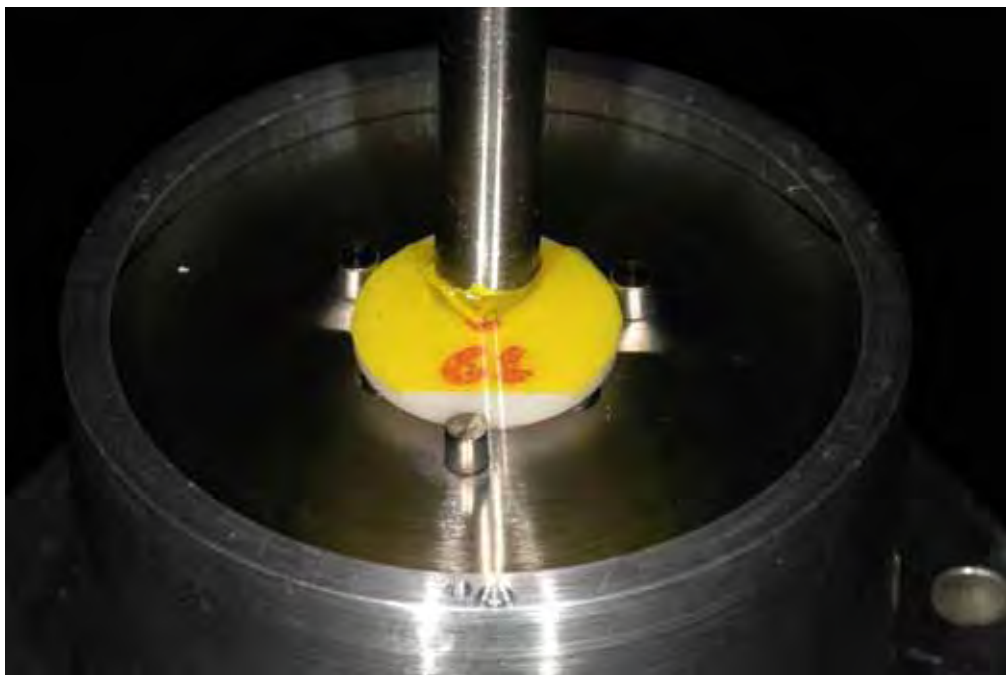


FIGURA 10 - Amostra cerâmica imersa em água em momento de flexão biaxial.

Após fratura das amostras, os dados obtidos (N) foram submetidos às equações 1, 2 e 3, de acordo com a norma ISO 6872, para realização do cálculo da resistência à flexão biaxial de cada amostra:

$$S = -0,2387 \frac{P(X - Y)}{d^2}$$

onde:

S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal

P = Total de carga necessária para causar a fratura, em Newton

d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

Os valores de X e Y foram determinados utilizando as seguintes fórmulas:

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1 - \nu}{2} \right) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right]$$

Equação 2

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2$$

Equação 3

onde:

ν = Razão de Poisson

r1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

r2 = Raio da área da carga, em milímetros

r3 = Raio da amostra, em milímetros

d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

Todas as mensurações foram realizadas com o auxílio de paquímetro digital (Starrett® 727, Starrett, Itu, Brazil).

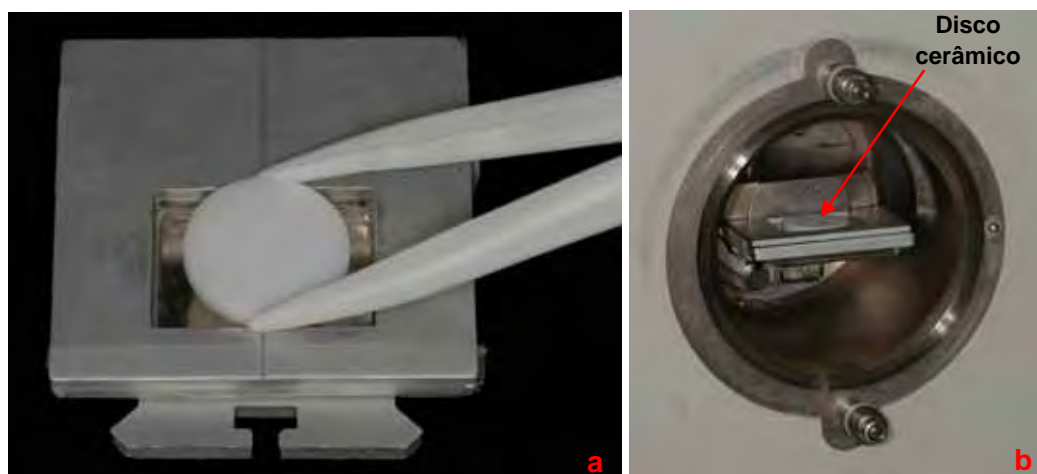
4.2.5 Análise em Difração de Raios-X

Para determinar a porcentagem das possíveis transformações da zircônia ($te \rightarrow mo$) induzida pelo jateamento e/ou pela ciclagem mecânica, foi realizada a análise de difração de Raios-X em vinte amostras ($n=2$) dos seguintes grupos: Gr1, Gr2, Gr3, Gr4, Gr5, Gr6, Gr7, Gr8, Gr9 e Gr18. A análise foi realizada utilizando um difratômetro de Raios- X (Philips, PW 1830) (Figura 11).



FIGURA 11 – Difratômetro de Raios X. Seta (\rightarrow) = compartimento de leitura.

Para realização desta análise, cada amostra, após jateamento ou CM, foi posicionada em um dispositivo metálico (porta amostra), com a superfície tratada voltada para cima, o qual foi em seguida fixado no compartimento de leitura do difratômetro (Figuras 12a-b).



FIGURAS 12a-b - a) Disco cerâmico sendo posicionado no dispositivo metálico e b) fixado no compartimento de leitura do difratômetro de Raios-X.

A análise em difração de Raios-X consiste na irradiação da superfície da cerâmica (7,3 μm em profundidade) com um feixe monocromático de $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) filtrado com níquel, a uma tensão de 40 kV e 45 mA. Os raios são refletidos pela superfície da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto ao do feixe de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclinica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identificam em uma determinada estrutura, como se fosse uma impressão digital. Estes picos, representados no gráfico pelo eixo y (“intensidade”), correspondem à distância entre a face superior e a face inferior de cada plano de átomos da estrutura cristalina da zircônia. A leitura desta distância pode ser

influenciada pela posição do átomo na estrutura (vertical, horizontal ou inclinado) ou pelo ângulo de incidência dos Raios-X (eixo $x = 2\theta$). Assim, as fases cristalinas presentes nas duas amostras de cada grupo foram identificadas por difração de raios X, utilizando a radiação Cu-K α com varredura entre 20^o a 60^o, passo angular de 0,02^o e velocidade de 1s / ponto de contagem.

Após obtenção dos dados, estes foram enviados para uma unidade computadorizada (Pentium 4, AMD Athon XP 2000) e os dados analisados por meio de gráficos, utilizando um programa computacional (Oring 5.0, California, EUA).

A quantificação de fração volumétrica da fase monoclinica (FM) foi calculada utilizando o método descrito por Toraya et al. (1984), que utiliza as intensidades dos picos monoclinicos (-111)_M e (111)_M e do pico tetragonal (101)_T, conforme as equações (A) e (B):

$$F_M = \frac{1,311 * X_M}{1 + 0,311 * X_M}$$

Equação A

em que:

$$X_M = \frac{(-111)_M + (111)_M}{(-111)_M + (111)_M + (101)_T}$$

Equação B

onde:

(-111)_M, 2 θ = 28^o; (111)_M, 2 θ = 31,2^o; (101)_T, 2 θ =30^o, representam a intensidade integrada dos picos difratados nos planos monoclinicos (-111)_M e (111)_M e no plano tetragonal (101)_T.

Foram realizadas duas mensurações em cada amostra para obtenção dos valores médios de FM.

Com o objetivo de pesquisar o efeito da temperatura na modificação de fase do óxido de zircônio ($mo \rightarrow te$), as amostras previamente analisadas em difração de Raios-X foram submetidas ao ciclo de queima da cerâmica VM9 (Vita Zanhfabrik, Bad Sachingen, Alemanha) em forno Vacumat 40 (Vita Zanhfabrik, Bad Sachingen, Alemanha), de acordo com as recomendações do fabricante, uma vez que esta cerâmica está indicada para aplicação sobre cerâmicas de Y-TZP, já que apresenta coeficiente de expansão térmica (CET: $10,5 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$) similar às cerâmicas de Y-TZP (Quadro 1).

Quadro 2 – Ciclo de queima da cerâmica Vita VM9 tipo dentina.

Temperatura Inicial	Tempo de secagem	Temperatura de aquecimento °C/min	Temperatura inicial sob vácuo	Temperatura final sob vácuo	Tempo de vácuo min.
500° C	2'	60	500° C	950° C	7,27

Em seguida, as amostras foram analisadas novamente em difratômetro de Raios-X (Philips, PW 1830), seguindo os mesmos procedimentos laboratoriais descritos previamente.

A profundidade (μm) da zona de transformação (PZT) da zircônia ($te \rightarrow mo$) nas amostras dos grupos experimentais e controles, foi calculada utilizando o método descrito por Kosmac et al. (1981). De acordo com este método, a PZT pode se calculada baseado na quantidade de FM, assumindo a condição de que, dentro da camada

superficial transformada, todos os grãos de zircônia tetragonal se transformaram em monoclinicos simetricamente, conforme a equação (C):

$$PZT = \left(\frac{\text{sen}\theta}{2\mu} \right) \left[\ln \left(\frac{1}{1-FM} \right) \right]$$

Equação C

em que:

$\theta = 15^\circ$ é o ângulo de reflexão; $\mu = 0,0642$ é o coeficiente de absorção e FM é a fração volumétrica da fase monoclinica obtida a partir das equações A e B.

4.2.6 Análise química e topográfica: microscopia eletrônica de varredura, perfilometria digital e espectrometria por energia dispersiva de Raios-X

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). Esta técnica é baseada na análise das energias características de Raios-X emitidos por cada elemento que compões a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra. O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Previamente à análise em EDS, dezoito novos discos cerâmicos foram selecionados, os quais foram jateados com os protocolos utilizados nos seguintes grupos (n=02): Gr1, Gr2, Gr3, Gr4, Gr5, Gr6, Gr7, Gr8 e Gr9. Previamente ao jateamento, as amostras foram polidas com lixas d'água de granulação decrescente (n^o 400, 600, 800, 1.200, 1.500, 2.500) e com discos de feltro associado a pastas diamantadas de granulações decrescentes (10µm e 3µm) e solução de sílica coloidal. Em seguida, foram submetidas à limpeza em aparelho sônico durante 10 min (Vitasonic, Vita Zanhfabrik, Alemanha). A superfície jateada das amostras foi então submetida à análise em EDS.

A microanálise de Raios-X foi realizada na superfície da cerâmica utilizando-se um MEV (JEOL, modelo JSM-5310, Jeol Ltd., Tokyo, Japão)ⁱⁱ e utilizando o sistema EDS da Oxford com programa INCA Energy e detector EDS de 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados. O detector de Raios-X foi posicionado a uma distância de 5 cm a um aumento de 800x. A intensidade lida de radiação X para cada área foi em média de 5500 pulsos/s, durante tempo de leitura de 50bs. A concentração dos elementos foi determinada após o cálculo das médias das porcentagens em peso dos elementos químicos em cada ponto.

Para avaliar influência dos tratamentos de superfície propostos neste estudo na topografia da superfície das amostras, as mesmas amostras submetidas ao EDS foram submetidas à análise em perfilômetro óptico e em seguida foram realizadas microscopias eletrônicas de varredura (MEV).

ⁱⁱ Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologias Especiais, no Instituto Nacional de Pesquisas Especiais - LAS/CTE/INPE

Para análise qualitativa da geometria tridimensional (3D) da superfície cerâmica após jateamento, duas amostras de cada grupo (Gr1 ao Gr9) foram analisadas em perfilômetro óptico digitalⁱⁱⁱ (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, EUA) o qual é conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa computacional Wyko Vision 32 (Veeco, EUA) para análise dos dados. As medições dos parâmetros em 3D foram realizadas com um aumento de 20X e em uma área de 301,3 x 229,2 μm .

Para análise qualitativa em MEV (MEV (JEOL, modelo JSM-T330A, Jeol Ltd., Tokyo, Japão)^{iv}, as mesmas amostras submetidas à perfilometria óptica foram posicionadas numa plataforma de alumínio *stub*, com o auxílio de uma fita duplaface de carbono, e em seguida metalizadas com uma fina camada condutora de ouro (80 Ångstron), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora (Polaron SC 7620, Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, UK) (tempo: 130 s; corrente: 10-15 mA; vácuo: 130 mTorr; taxa de metalização: 3,5 nm/min). A obtenção das imagens foi conseguida pelo principio da reflexão do feixe de elétrons secundários que é projetado sobre a superfície da amostra por meio de um microscópio eletrônico de varredura. Foram utilizados aumentos de 5.000X e 15.000X.

4.2.7 Delineamento experimental

Neste estudo, cuja unidade experimental é o disco cerâmico, os fatores em estudo são: “partícula” em 4 níveis (Al_2O_3 50 μm ,

ⁱⁱⁱ Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologias Especiais, no Instituto Nacional de Pesquisas Especiais - LAS/CTE/INPE

^{iv} Laboratório do Departamento de Química - UNESP/Araraquara.

Al_2O_3 110 μm , SiO_2 30 μm e SiO_2 110 μm), “pressão do jateamento” em 2 níveis (2,5 bar e 3,5 bar) e “ciclagem mecânica” em 2 níveis (com e sem ciclagem), seguindo o esquema fatorial 4 x 2 x 2 (16 grupos experimentais). Dois grupos controles também foram considerados (Controle - e Controle +), totalizando ao final 18 grupos experimentais. A variável dependente foi a resistência à flexão obtida após o ensaio de flexão biaxial.

A análise estatística deste experimento foi dividida em três partes:

Parte 1- Comparação dos grupos controles com os grupos experimentais: a forma de análise desses dados foi realizada mediante o teste de Dunnett (5%), no qual cada grupo controle (negativo e positivo) foi comparado com os demais grupos experimentais, com e sem CM, e não entre si.

Parte 2- Comparação dos grupos experimentais entre si: a forma de análise desses dados foi realizada mediante a análise de variância (ANOVA) 3-fatores, sendo um fator com quatro níveis e dois fatores com dois níveis.

Parte 3- Comparação dos grupos experimentais levando em consideração apenas o fator tipo de partícula: para esta análise, as partículas de Al_2O_3 50 μm e 110 μm foram consideradas apenas partículas de Al_2O_3 , independente do tamanho da partícula. O mesmo para as partículas de SiO_2 . A forma de análise desses dados foi realizada mediante a análise de variância (ANOVA) 1-fator.

Para realização dos testes estatísticos em questão, os dados obtidos foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, versão 14.12, 2004), PRISM (GraphPad, versão 5.0) e STATISTIX (Analytical Software Inc., versão 8.0, 2003).

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Para obtenção das médias da resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais e controles, foi realizada a média aritmética dos 10 valores de resistência obtidos em cada grupo.

As medidas resumo numéricas, média, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação, para cada grupo avaliado estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Média (\pm DP) dos dados de resistência à flexão (MPa) segundo os fatores “partícula”, “pressão” e “ciclagem mecânica” *n=10

Grupo	Partícula	Pressão	Ciclagem	Média \pm DP	Coef. Var. (%)
Gr1	-	-	Sem	1.030,4 \pm 152,5	14,8
Gr2	Al ₂ O ₃	2,5 bar	Sem	1.343,9 \pm 133,34	9,9
Gr3	(50 μ m)	3,5 bar	Sem	1.344,2 \pm 150,82	12,3
Gr4	Al ₂ O ₃	2,5 bar	Sem	1.383 \pm 170,68	12,3
Gr5	(110 μ m)	3,5 bar	Sem	1.554 \pm 124,28	8
Gr6	SiO ₂	2,5 bar	Sem	1.341,2 \pm 164,95	12,3
Gr7	(30 μ m)	3,5 bar	Sem	1.306,7 \pm 184,19	14,1
Gr8	SiO ₂	2,5 bar	Sem	1.465,9 \pm 220,60	15
Gr9	(110 μ m)	3,5 bar	Sem	1.383,3 \pm 185,70	13,4
Gr10	Al ₂ O ₃	2,5 bar	Com	1.308,1 \pm 117,75	14,9
Gr11	(50 μ m)	3,5 bar	Com	1.345,8 \pm 167,25	12,4
Gr12	Al ₂ O ₃	2,5 bar	Com	1.340,4 \pm 177,64	13,2
Gr13	(110 μ m)	3,5 bar	Com	1.359,1 \pm 144,39	10,6
Gr14	SiO ₂	2,5 bar	Com	1.393 \pm 168,33	12
Gr15	(30 μ m)	3,5 bar	Com	1.450,8 \pm 134,47	9,2
Gr16	SiO ₂	2,5 bar	Com	1.358,6 \pm 198,21	14,6
Gr17	(110 μ m)	3,5 bar	Com	1.346,3 \pm 158,46	17,7
Gr18	-	-	Com	1.137,7 \pm 137,6	12

5.1.1 Comparação entre grupos controles e grupos experimentais

Para avaliar estatisticamente o relacionamento entre os grupos controles e os grupos experimentais, os dados obtidos em nosso experimento foram submetidos ao modelo estatístico do teste de Dunnett (5%) em quatro etapas: grupos experimentais sem CM vs Controle (-), grupos experimentais sem CM vs Controle (+), grupos experimentais com CM vs Controle (-) e grupos experimentais com CM vs Controle (+).

Verificou-se, com o teste de Dunnett (Tabela 3), que todos os grupos experimentais sem CM apresentaram valores de resistência à flexão estatisticamente superiores ao grupo Controle (-) ($p < 0.05$). A comparação das médias ($\pm DP$) dos grupos experimentais sem CM e do grupo Controle (-) está representada graficamente na Figura 13.

Tabela 3 - Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais sem CM em relação ao Controle negativo (Gr1).

Grupos	Média (MPa)	Limite inferior	Diferença das médias	Limite superior	Valor crítico para comparação	p
Gr1	1.030,4	---	---	---		
Gr2	1.343,9	98,8	313,5	528,3		0,0012*
Gr3	1.344,2	99,1	313,8	528,6		0,0012*
Gr4	1.383,0	137,9	352,6	567,4		0,0002*
Gr5	1.554,0	308,9	523,6	738,4	214,7	0,0001*
Gr6	1.341,2	96,1	310,8	525,6		0,0014*
Gr7	1.306,7	61,6	276,4	491,1		0,0056*
Gr8	1.465,9	220,7	435,5	650,3		0,0001*
Gr9	1.383,3	138,2	352,9	567,7		0,0002*

* $p < 0,05$

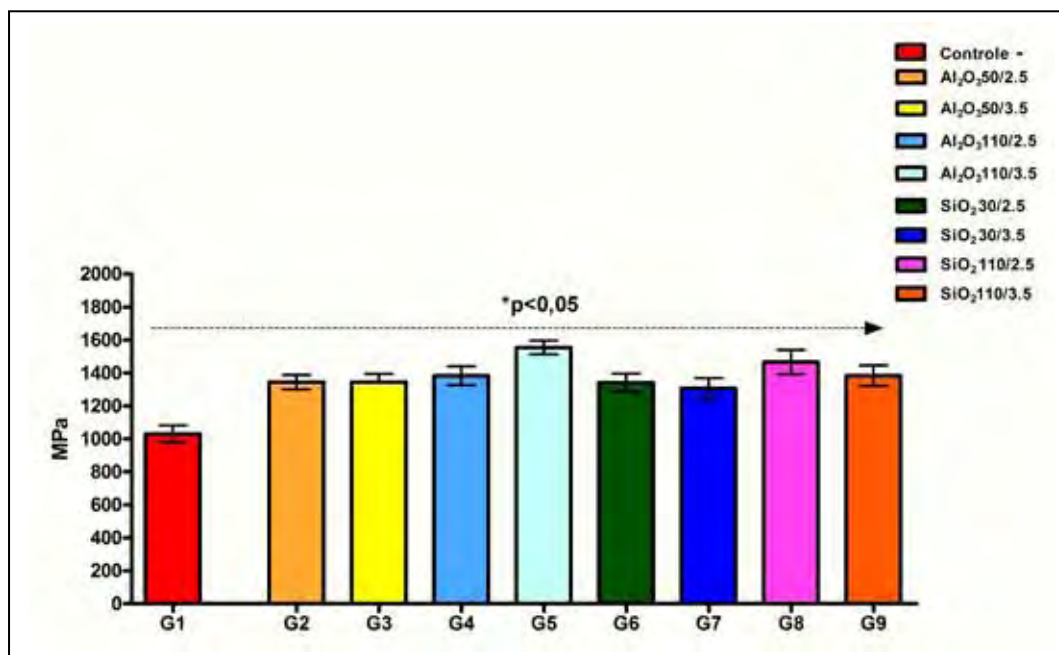


FIGURA 13 - Representação gráfica (média±DP) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais sem CM e do grupo Controle (-).

Quando os valores de resistência do grupo Controle (+) foram comparados com os dos grupos experimentais sem CM, verificou-se, por meio do teste de Dunnett (5%), que os grupos Gr2 (1.343,9±133,34 MPa), Gr3 (1.344,2±150,82 MPa), Gr6 (1.341,2±164,95 MPa) e Gr7 (1.306,7±184,19 MPa) apresentaram valores de resistência à flexão semelhantes estatisticamente ao grupo Controle (+) (1.137,7±137,6 MPa) (Tabela 4). A comparação das médias (±DP) dos grupos experimentais sem CM em relação ao grupo Controle (+) está representada graficamente na Figura 14.

Tabela 4 - Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais sem CM em relação ao Controle positivo (Gr18).

Grupos	Média (MPa)	Limite inferior	Diferença das médias	Limite superior	Valor crítico para comparação	p
Gr18	1.137,7	---	---	---		
Gr2	1.343,9	1,5	206,2	414,0		0,0526
Gr3	1.344,2	1,2	206,5	414,3		0,0521
Gr4	1.383,0	37,6	245,4	453,1		0,0130*
Gr5	1.554,0	208,6	416,3	624,1	213,02	0,0001*
Gr6	1.341,2	4,2	203,5	411,3		0,0574
Gr7	1.306,7	38,7	169,1	376,8		0,1617
Gr8	1.465,9	120,5	328,2	536,0		0,0004*
Gr9	1.383,3	37,9	245,6	453,4		0,0129*

*p<0,05

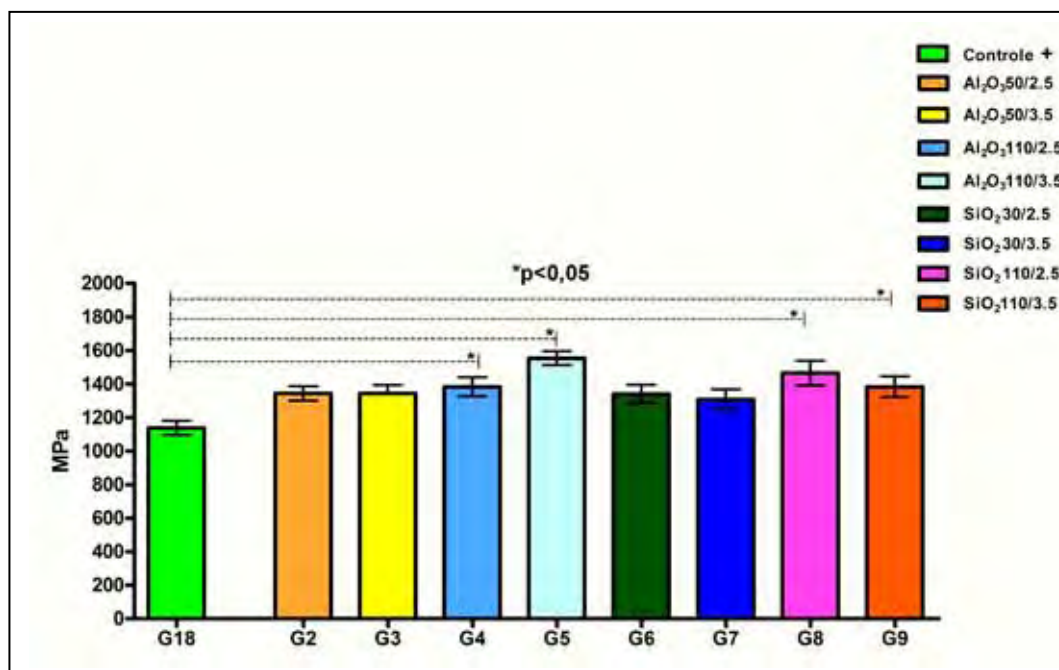


FIGURA 14 - Representação gráfica (média±DP) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais sem CM e do grupo Controle (+).

Já quando o grupo Controle (-) foi comparado com os grupos experimentais com CM e com o grupo Controle (+), verificou-se, por meio do teste de Dunnett (5%), que todos os grupos experimentais apresentaram valores de resistência à flexão estatisticamente superiores ao grupo Controle (-) ($p < 0,05$) e que o grupo Controle (+) ($1.137,7 \pm 137,6$ MPa) foi semelhante estatisticamente ao grupo Controle (-) ($1.030,4 \pm 152,5$ MPa) (Tabela 5). A comparação das médias ($\pm DP$) dos grupos experimentais com CM, grupo Controle (+) e do grupo Controle (-) está representada graficamente na Figura 15.

Tabela 5 - Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais com CM e grupo Controle positivo em relação ao Controle negativo (Gr1).

Grupos	Média (MPa)	Limite inferior	Diferença das médias	Limite superior	Valor crítico para comparação	p
Gr1	1.030,4	---	---	---		
Gr10	1.308,1	67,6	277,7	487,8		0,0021*
Gr11	1.345,8	116,8	315,4	514,1		0,0001*
Gr12	1.340,4	111,3	310,0	508,7		0,0001*
Gr13	1.359,1	130,1	328,7	527,4	187,17	0,0001*
Gr14	1.393,0	152,5	362,6	572,7		0,0001*
Gr15	1.450,8	216,6	420,4	624,2		0,0001*
Gr16	1.358,6	124,4	328,2	532,0		0,0001*
Gr17	1.346,3	112,1	315,9	519,7		0,0001*
Gr18	1.137,7	91,4	107,3	305,9		0,4941

* $p < 0,05$

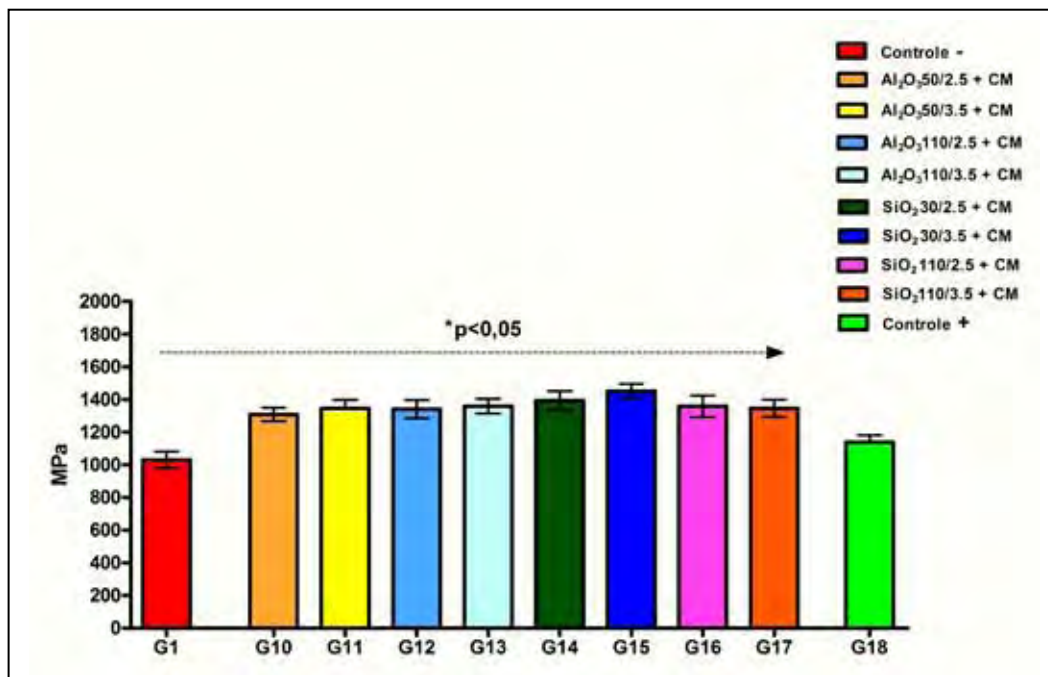


FIGURA 15 - Representação gráfica (média±DP) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais com CM e dos grupos Controle (-) e Controle (+).

Por fim, quando os valores de resistência à flexão do grupo Controle (+) foram comparados aos grupos experimentais com CM, verificou-se que apenas o grupo Gr10 (1.308,1±117,75 MPa) foi semelhante estatisticamente ao grupo Controle (+) (1.137,7±137,6 MPa). Os demais grupos experimentais (Gr11 ao Gr17) apresentaram valores de resistência à flexão estatisticamente superiores ao grupo Controle (+) ($p < 0.05$) (Tabela 6). A comparação das médias (±DP) dos grupos experimentais com CM e do grupo Controle (+) está representada graficamente na Figura 16.

Tabela 6 - Resultado do teste de Dunnett (5%) estabelecido na comparação entre os grupos experimentais com CM em relação ao Controle positivo (Gr18).

Grupos	Média (MPa)	Limite inferior	Diferença das médias	Limite superior	Valor crítico para comparação	p
Gr18	1.137,7	---	---	---		
Gr10	1.308,1	34,0	170,4	374,8		0,1660
Gr11	1.345,8	15,4	208,1	400,8		0,0215*
Gr12	1.340,4	10,0	202,7	395,4		0,0267*
Gr13	1.359,1	28,7	221,4	414,1	186,3	0,0123*
Gr14	1.393,0	50,9	255,3	459,7		0,0051*
Gr15	1.450,8	115,1	313,1	511,1		0,0002*
Gr16	1.358,6	22,9	220,9	418,9		0,0053*
Gr17	1.346,3	10,6	208,6	406,6		0,0220*

*p<0,05

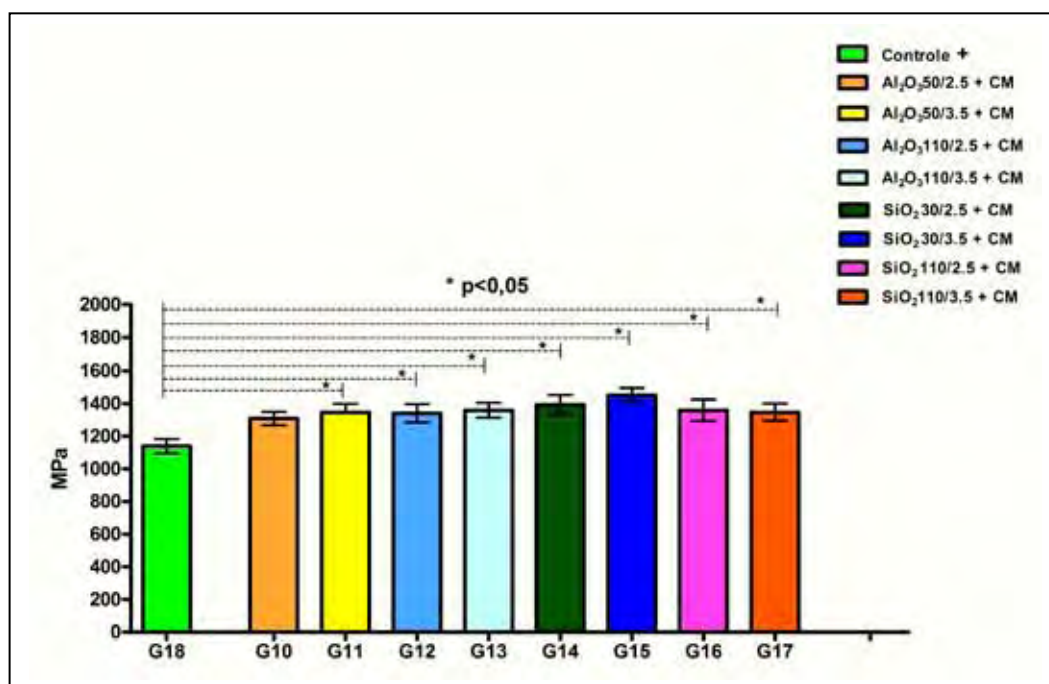


FIGURA 16 - Representação gráfica (média±DP) dos valores resistência à flexão (MPa) obtidos em 10 amostras dos grupos experimentais com CM e do grupo Controle (+).

A hipótese de que a CM e o jateamento com partículas de Al₂O₃ afetam negativamente resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP, independente do tamanho da partícula e da pressão, foi negada.

5.1.2 Comparação entre os grupos experimentais

Para avaliar estatisticamente o relacionamento dos grupos experimentais entre si, os dados de resistência à flexão foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (três fatores). O resultado desse teste está apresentado na Tabela 7.

Tabela 7 - ANOVA (três fatores) para os dados de resistência à flexão dos grupos experimentais.

Efeito	gl	SQ	QM	F	P
Ciclagem	1	60789	60788,9	1,99	0,1610
Partícula	3	120057	40019,1	1,31	0,2746
Pressão	1	13455	13455	0,44	0,5084
CMxPart.	3	257110	85703,5	2,80	0,0425*
CMxPress.	1	246	246	0,01	0,9287
Part.xPress.	3	142217	47405,7	1,55	0,2048
CMxPart.xPress.	3	83491	27830,2	0,91	0,4383
Resíduo	130	3977114	30593,2	1,99	
Total	145	60789		1,31	

gl: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; QM: quadrado médio;

*significância estatística ($p < 0,05$)

Verificou-se, com o teste ANOVA (Tabela 7), que os efeitos principais “ciclagem mecânica” (Sem=1.390,3±178,08 MPa; Com=1.362,5±157,68 MPa; $p=0,1610$), “partícula” (Al_2O_3 110 μm =1.406±172,05 MPa; Al_2O_3 50 μm =1.336,5±139,52 MPa; SiO_2 110 μm =1388,5±189,63 MPa; SiO_2 30 μm =1.372,3±166,12 MPa; $p=0,2746$) e “pressão” (2,5 bar =1.366,8±169,79 MPa; 3,5 bar =1.385,4±167,15 MPa; $p=0,5084$) não apresentaram significância estatística, isto é, os valores de resistência à flexão não variaram estatisticamente entre os grupos experimentais.

A relação entre a resistência à flexão e os protocolos de jateamento utilizados, com e sem ciclagem mecânica, está representada graficamente pela Figura 17.

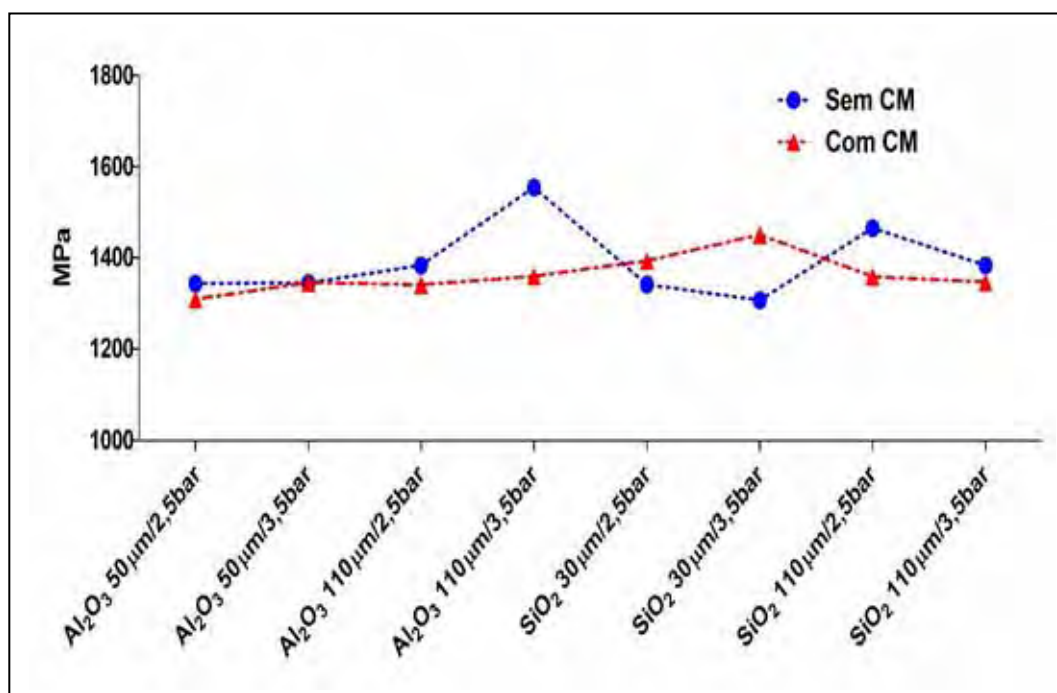


FIGURA 17 - Gráfico de médias referente aos grupos experimentais segundo o fator: ciclagem mecânica.

A presença do efeito interação, Tabela 7, indica que não há um mesmo relacionamento da resistência à flexão entre os fatores “partícula” e “CM” para todos os grupos experimentais. Assim, para a partícula Al₂O₃ 110 μm a uma pressão de 3,5 bar, a diferença entre os valores de resistência à flexão nas condições com CM e sem CM não é semelhante às diferenças dessas mesmas condições para a partícula de SiO₂ 30 μm, uma vez que os valores de resistência para o grupo SiO₂ 30 μm/3,5bar foram maiores após CM, ao contrário do grupo Al₂O₃ 110 μm/3,5 bar. A interação entre os fatores “pressão” e “CM” está representada graficamente pelas Figuras 18, 19, 20 e 21.

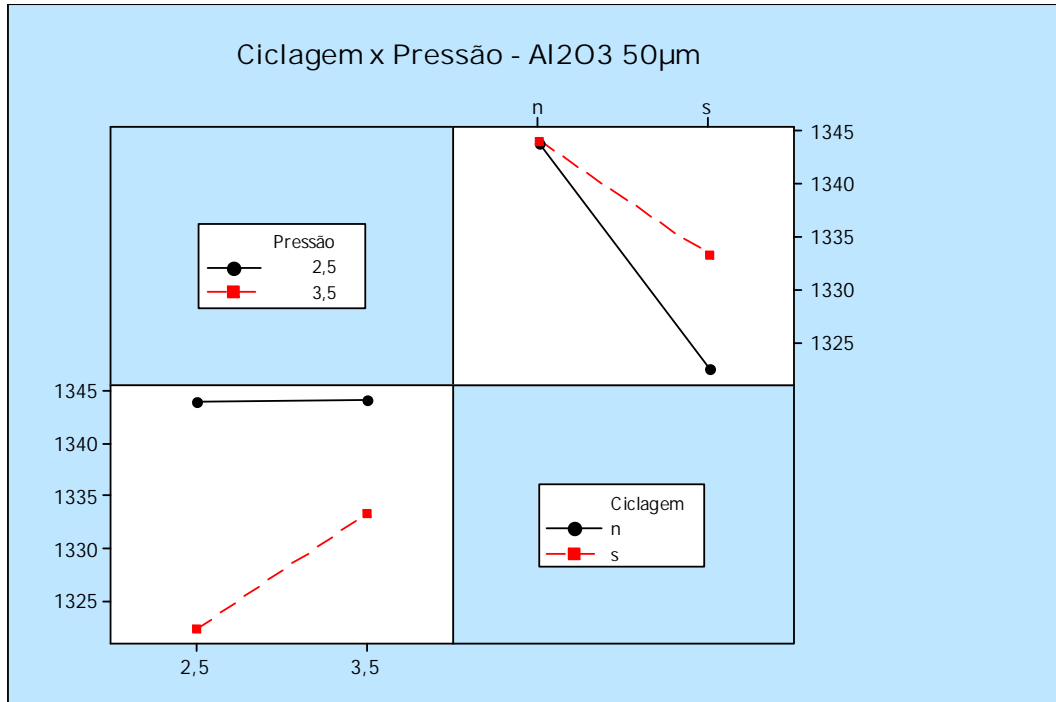


FIGURA 18- Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula Al₂O₃ 50 µm.

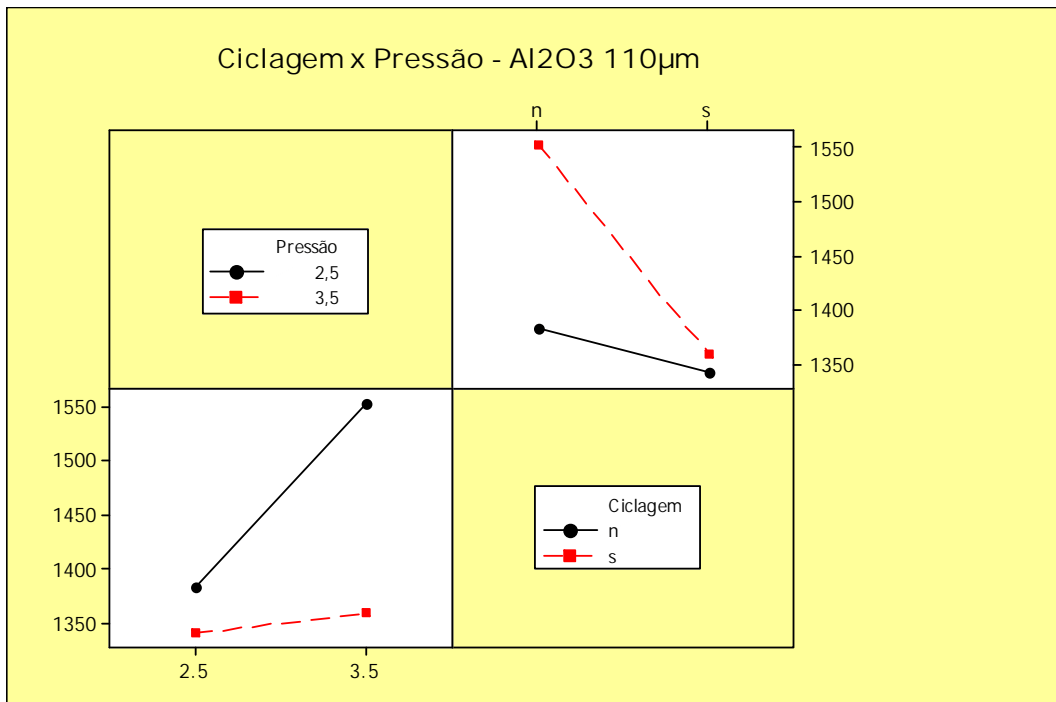


FIGURA 19- Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula Al₂O₃ 110 µm.

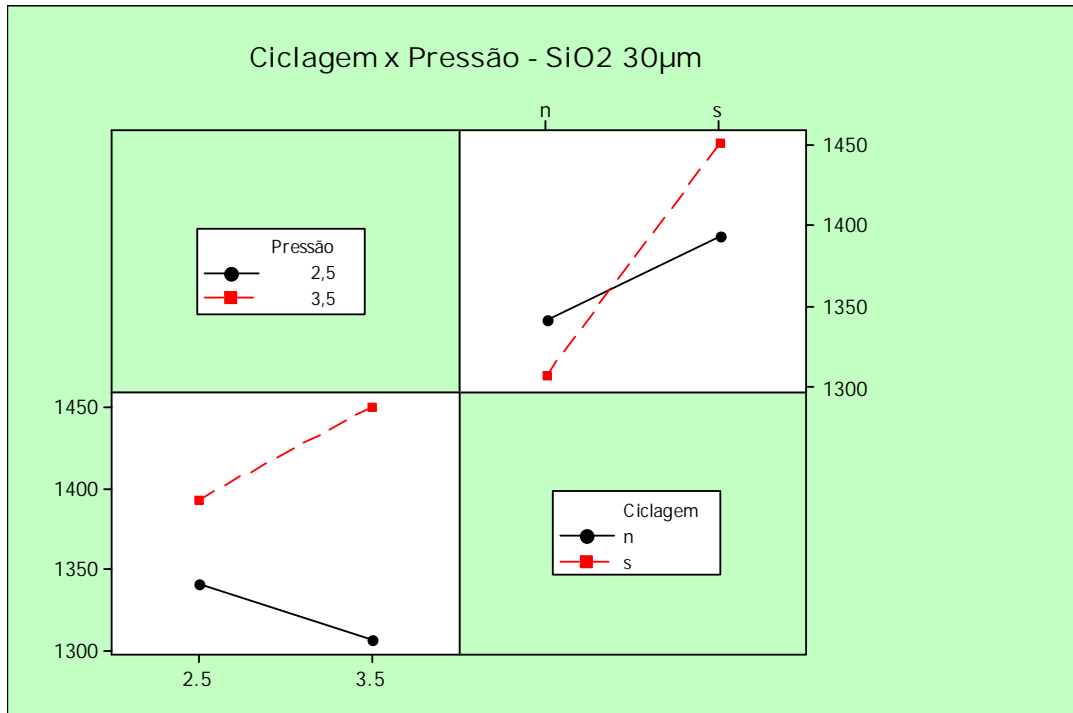


FIGURA 20- Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula SiO₂ 30 μm.

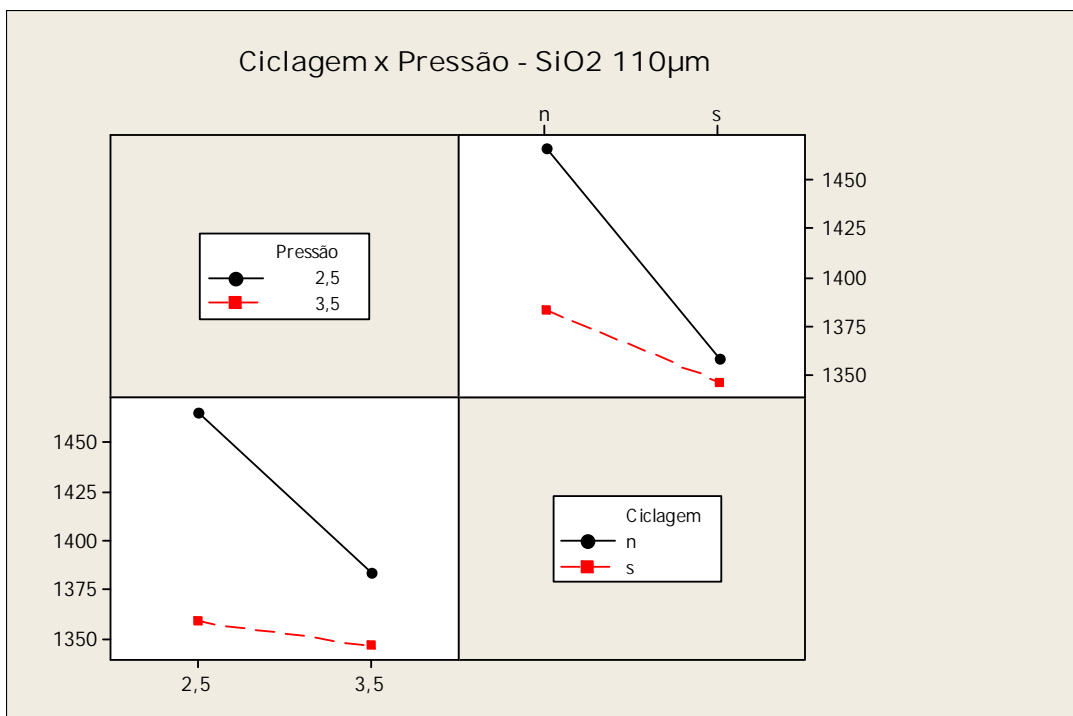


FIGURA 21- Gráficos de médias (MPa) referentes à interação entre os fatores “pressão e “CM” para a partícula SiO₂ 110 μm.

5.1.1 Comparação dos grupos experimentais: fator tipo de partícula

Para avaliar estatisticamente o relacionamento entre os grupos experimentais entre si, mas levando apenas em consideração o tipo de partícula, isto é, Al_2O_3 e SiO_2 , as partículas de Al_2O_3 50 μm e 110 μm foram consideradas apenas partículas de Al_2O_3 , independente do tamanho da partícula e dos fatores “CM” e “pressão”. O mesmo para as partículas de SiO_2 , onde as partículas de SiO_2 30 μm e 110 μm foram consideradas apenas partículas de SiO_2 .

Verificou-se, por meio da Análise de Variância (ANOVA um fator), Tabela 8, que o efeito principal “tipo e partícula” ($\text{Al}_2\text{O}_3= 1.372,2\pm 159,8$ MPa; $\text{SiO}_2= 1.380,5\pm 177,3$ MPa) não apresentou significância estatística, isto é, os valores de resistência à flexão não variaram estatisticamente entre os grupos experimentais ($p=0,9087>0,05$). A comparação das médias ($\pm\text{DP}$) dos grupos experimentais segundo o fator “tipo de partícula” está representada graficamente pela Figura 22.

Tabela 8 - ANOVA (um fator) para os dados de resistência à flexão dos grupos experimentais.

Efeito	gl	SQ	QM	F	p
Tipo de Partícula	1	429	428,7	1,01	0,9087
Resíduo	143	4642316	32463,8		
Total	144				

gl: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; QM: quadrado médio;
*significância estatística ($p<0,05$)

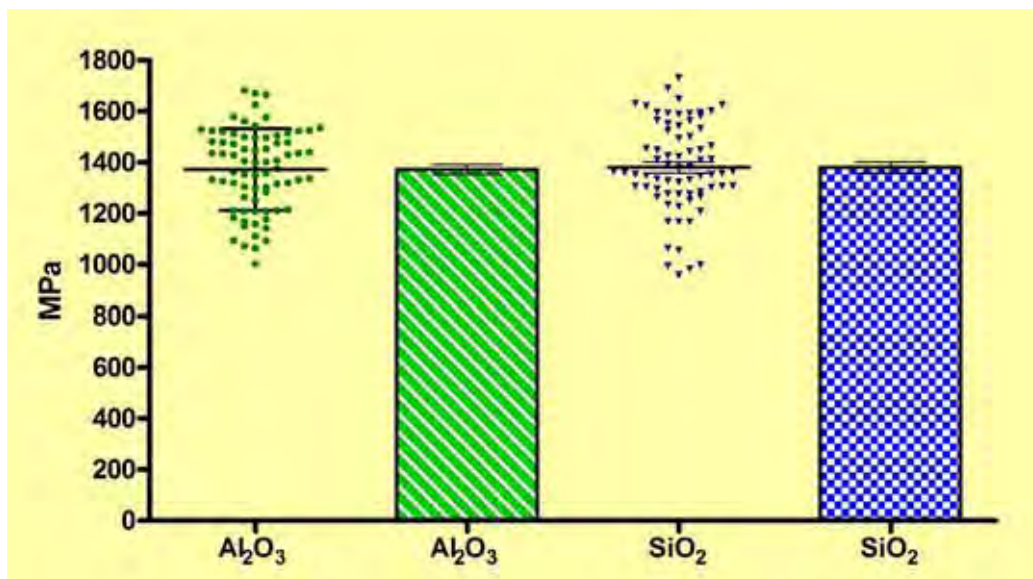


FIGURA 22 - Representação gráfica (média \pm DP) dos valores de resistência à flexão (MPa), segundo as condições experimentais estabelecidas pelo fator tipo de partícula.

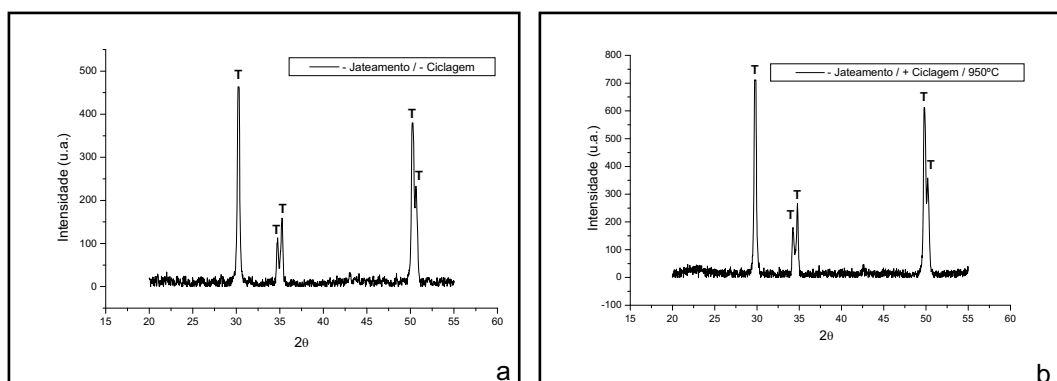
A hipótese de que o jateamento com partículas de SiO_2 gera valores de resistência superiores aos das partículas de Al_2O_3 , foi rejeitada.

5.2 Difração de Raios-X

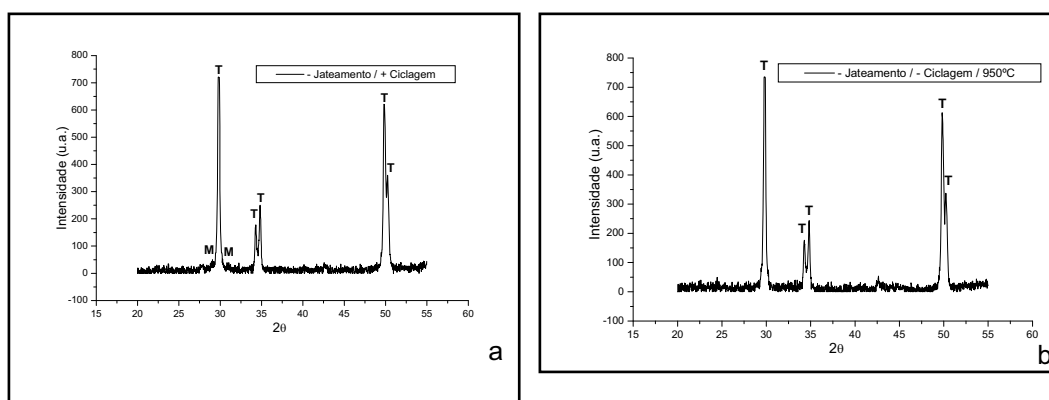
Os gráficos obtidos após difração de Raios-X para as amostras jateadas e não jateadas (Controle + e Controle -), sem e com tratamento térmico, estão representadas graficamente pelas Figuras 23a-b, 24a-b, 25a-b, 26a-b, 27a-b, 28a-b, 29a-b, 30a-b, 31a-b e 32a-b.

Analisando os gráficos, foram observados diversos picos correspondentes à fase tetragonal da zircônia nas amostras analisadas, que juntos correspondem ao plano cristalográfico tetragonal $(101)_T$, sendo

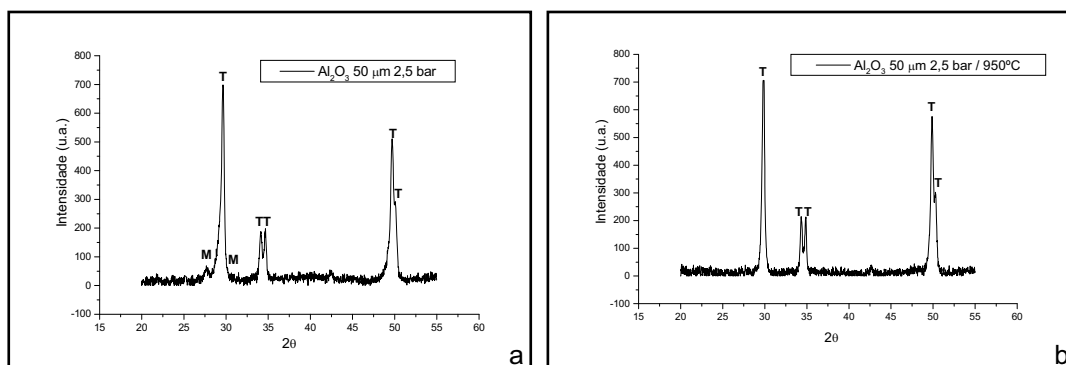
a intensidade do pico em 30° a utilizada para calcular a fração volumétrica da fase monoclinica (FM) da zircônia. Adicionalmente, foram detectados dois picos (28° e $31,2^{\circ}$) correspondentes à fase monoclinica, em todas as amostras jatedas e na amostra do grupo Controle (+), sem tratamento térmico. Esses dois picos juntos correspondem aos planos cristalográficos monoclinicos (-101) e (111), respectivamente. Entretanto, após tratamento térmico, os picos correspondentes à fase monoclinica não foram detectados em nenhuma amostra. As intensidades dos picos em 28° e $31,2^{\circ}$ foram as utilizadas para calcular a FM.



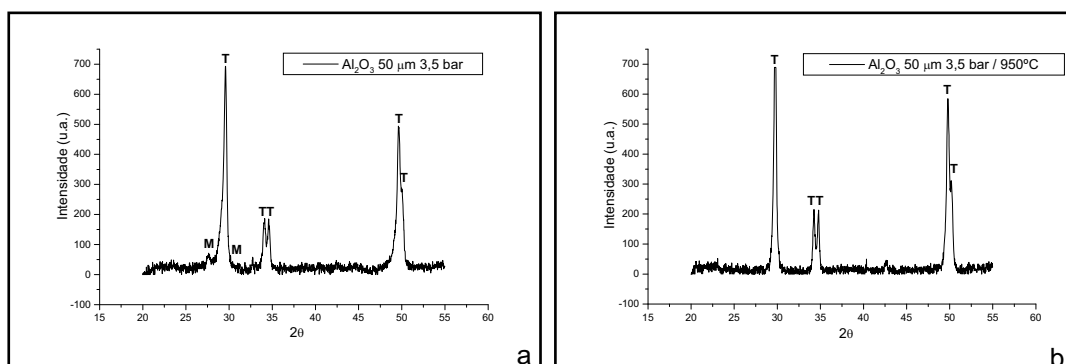
FIGURAS 23a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostra sem jateamento e sem ciclagem (controle -) a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos apenas da zircônia na tetragonal (T).



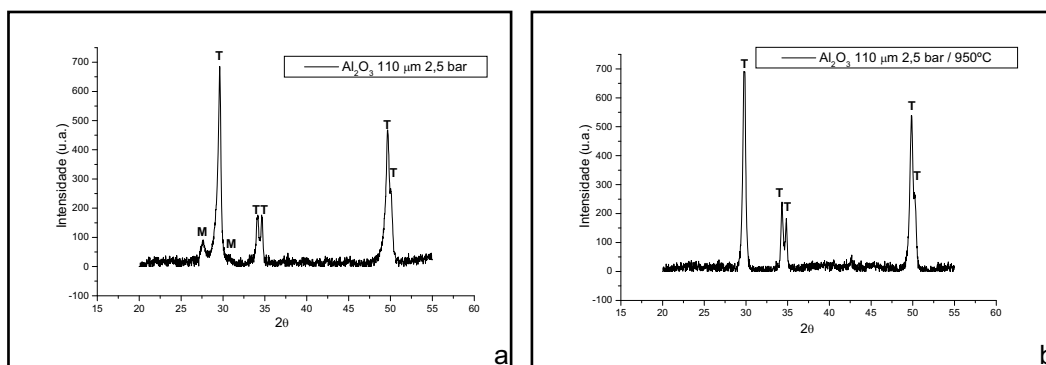
FIGURAS 24a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostra sem jateamento e com ciclagem (controle +) a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclínica (M).



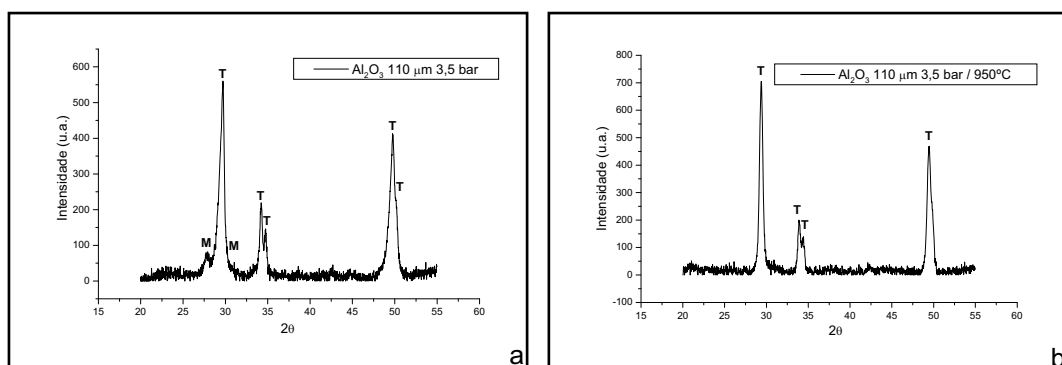
FIGURAS 25a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 50 μm /2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



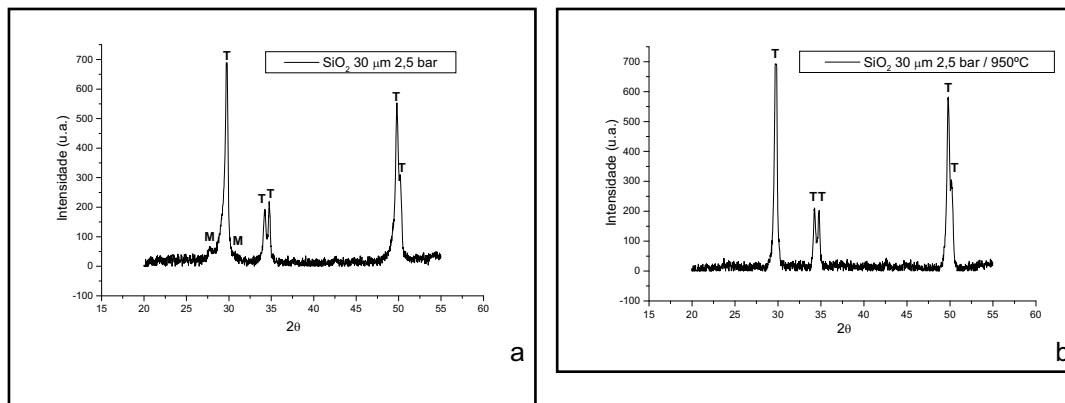
FIGURAS 26a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 50 μm /3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



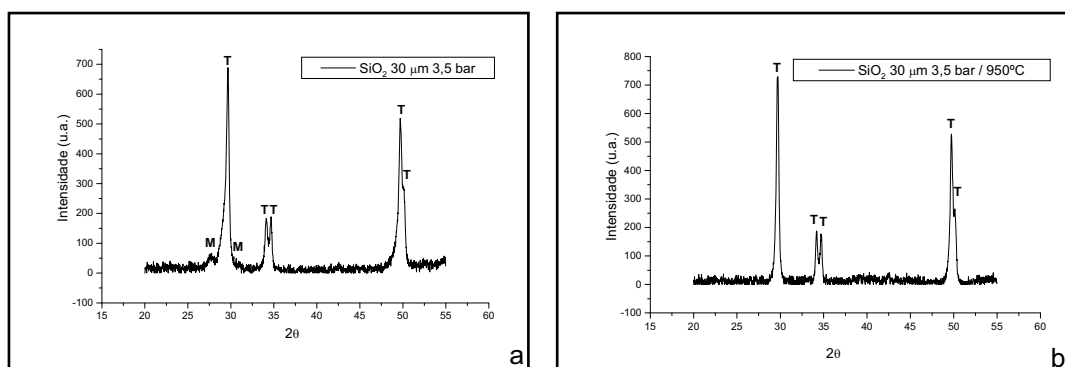
FIGURAS 27a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 110 μm /2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



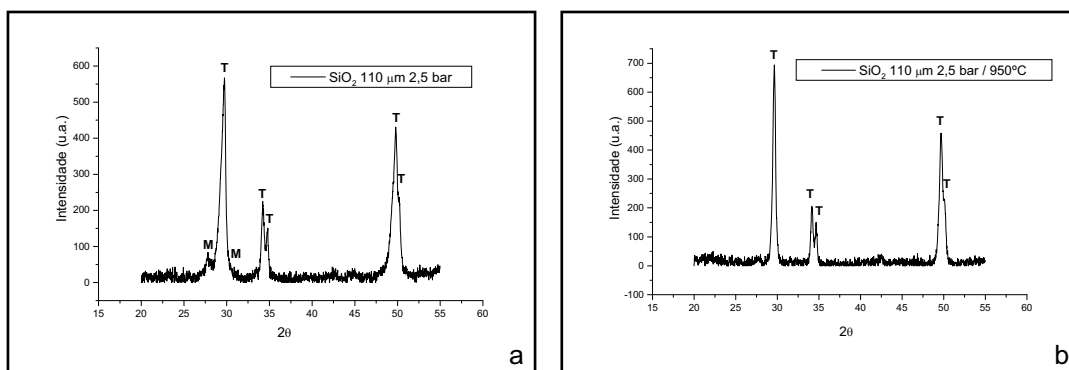
FIGURAS 28a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com Al_2O_3 110 μm /3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



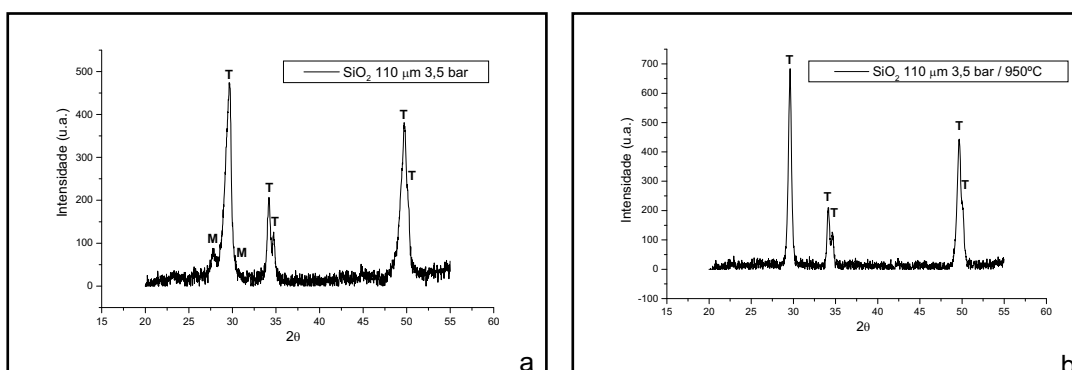
FIGURAS 29a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO₂ 30μm/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



FIGURAS 30a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO₂ 30μm/3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



FIGURAS 31a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO₂ 110μm/2,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).



FIGURAS 32a-b - Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada após jateamento da cerâmica com SiO₂ 110μm/3,5 bar a) antes e b) após tratamento térmico, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

A FM calculada após a análise em difração de Raios-X nas amostras dos grupos experimentais e controles, sem e com tratamento térmico, está apresentada na Tabela 9.

Verificou-se, Tabela 9, que a cerâmica sem tratamento de superfície (controle) não apresentou zircônia monoclinica em sua superfície, sendo constituindo assim em 100% de zircônia tetragonal. Todos os tratamentos de superfície bem como a ciclagem mecânica promoveram a modificação de fase da zircônia de *te*→*mo*, sendo a maior quantidade de fase monoclinica encontrada nas amostras jateadas com Al₂O₃ 110µm e SiO₂ 110µm a uma pressão de 3,5 bar. Adicionalmente, foi observado que quando estas mesmas amostras foram submetidas ao tratamento térmico (950⁰C), toda a zircônia que estava na fase monoclinica sofreu uma transformação reversa para a fase tetragonal.

Tabela 9- Fração volumétrica de fase monoclinica (%) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e à CM, com e sem tratamento térmico (950⁰C).

Grupo	Tratamento térmico (950 ⁰ C)	
	Sem (%)	Com (%)
Controle (-)	0	0
Al ₂ O ₃ 50 µm/2,5 bar	17,63	0
Al ₂ O ₃ 50µm/3,5 bar	17,9	0
Al ₂ O ₃ 110µm/2,5 bar	21,1	0
Al ₂ O ₃ 110µm/3,5 bar	24,69	0
SiO ₂ 30µm/2,5 bar	18,43	0
SiO ₂ 30µm//3,5 bar	18,93	0
SiO ₂ 110µm/2,5 bar	23,63	0
SiO ₂ 110µm//3,5 bar	27,21	0
Controle (+)	16,51	0

Os valores da FM detectados para as amostras dos grupos experimentais e controles, sem e com tratamento térmico, estão representadas graficamente pela Figura 33.

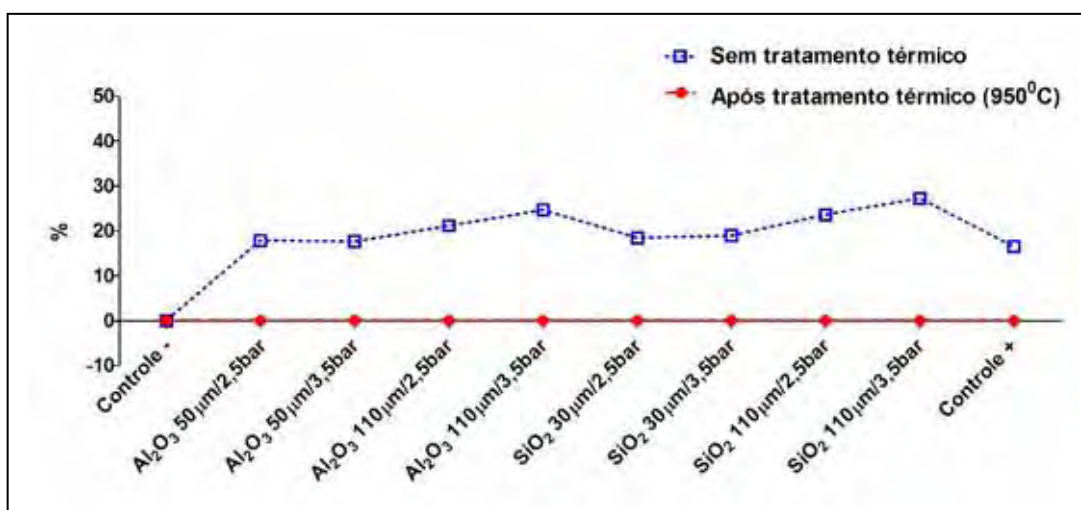


FIGURA 33 - Representação gráfica da FM (%) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e CM, com e sem tratamento térmico (950°C).

A profundidade da zona de transformação (PZT) calculada após obtenção dos valores de FM nas amostras dos grupos experimentais e controles, está apresentada na Tabela 10 e representada graficamente pela Figura 34.

Observou-se, Tabela 10, que a PZT variou de 0,91 a 1,6 μm entre os grupos, sendo os maiores valores obtidos nas amostras jateadas com Al₂O₃ 110 μm e SiO₂ 110 μm a uma pressão de 3,5 bar.

Tabela 10 - Profundidade da zona de transformação da zircônia (μm) nas amostras submetidas ao jateamento e à CM.

Grupos	Profundidade
Controle (-)	0
Al_2O_3 50 μm /2,5 bar	0,98
Al_2O_3 50 μm /3,5 bar	0,99
Al_2O_3 110 μm /2,5 bar	1,2
Al_2O_3 110 μm /3,5 bar	1,43
SiO_2 30 μm /2,5 bar	1,02
SiO_2 30 μm /3,5 bar	1,06
SiO_2 110 μm /2,5 bar	1,36
SiO_2 110 μm /3,5 bar	1,6
Controle (+)	0,91

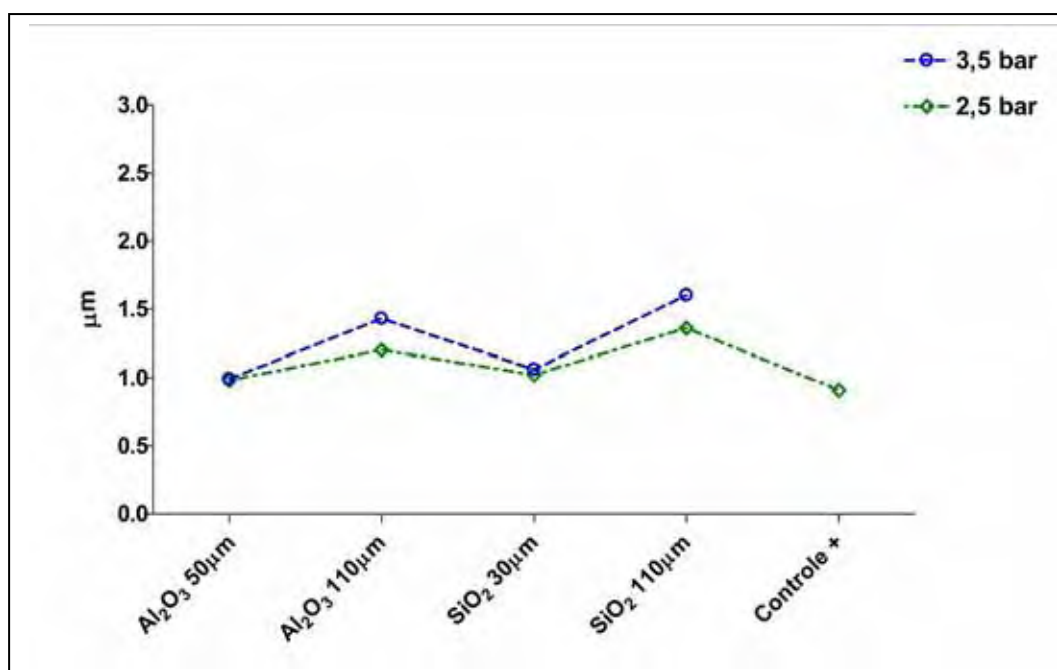


FIGURA 34 - Representação gráfica da PZT (μm) da zircônia nas amostras submetidas ao jateamento e à CM, de acordo com o fator: pressão.

As hipóteses de que o jateamento aumenta o grau de transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$) e que o aumento da temperatura promove a transformação reversa de fase da zircônia de $mo \rightarrow te$, foram aceitas. Adicionalmente, parece haver uma relação diretamente proporcional entre a profundidade de transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$) e o tamanho da partícula e à pressão utilizada durante o jateamento.

5.3 Análise química e topográfica da superfície da cerâmica

A análise em MEV demonstrou as amostras cerâmicas submetidas aos protocolos de jateamento utilizados neste estudo apresentaram alterações em sua superfície quando comparadas a sua respectiva superfície controle. Estas alterações sugerem que o jateamento danifica a superfície da cerâmica em estudo independente do tipo de partícula e da pressão utilizada, exceto para o jateamento com SiO_2 30 μm com 2,5 e 3,5 bar.

Complementando os dados da microscopia, a análise da geometria tridimensional da superfície das amostras jateadas revelou um aumento do padrão de rugosidade em relação às amostras não jateadas. Apesar da análise quantitativa da rugosidade superficial não ser objetivo deste estudo, é interessante ressaltar que os valores de rugosidade (R_a) encontrados para a amostra não jateada (controle) foi de 0,05 μm e que entre os grupos experimentais os valores de rugosidade variaram de 0,38 μm a 0,84 μm (Figura 35).

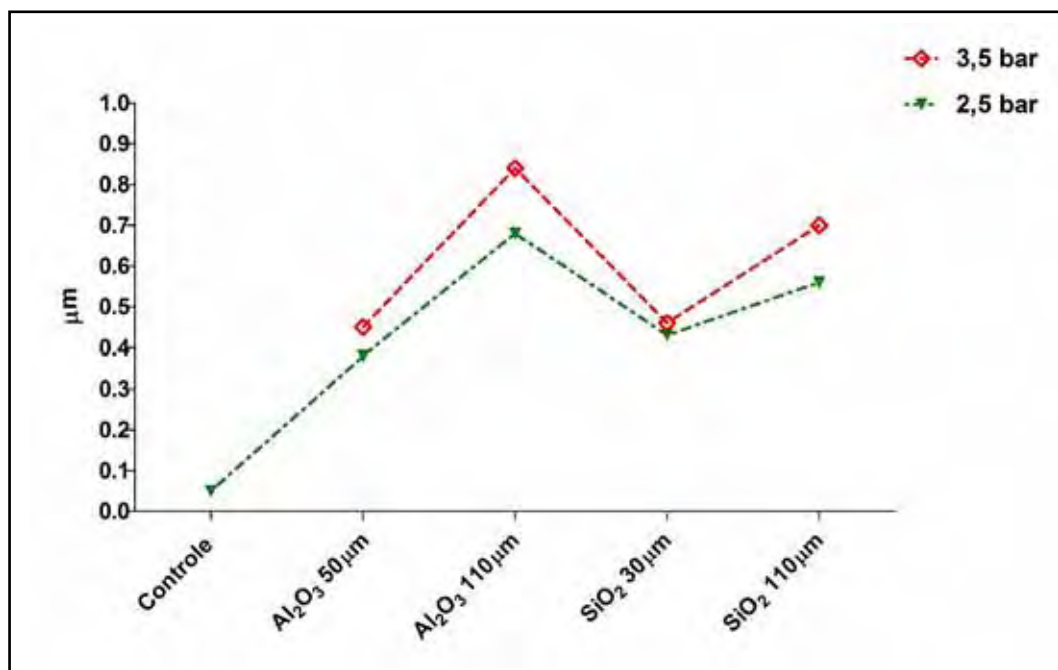


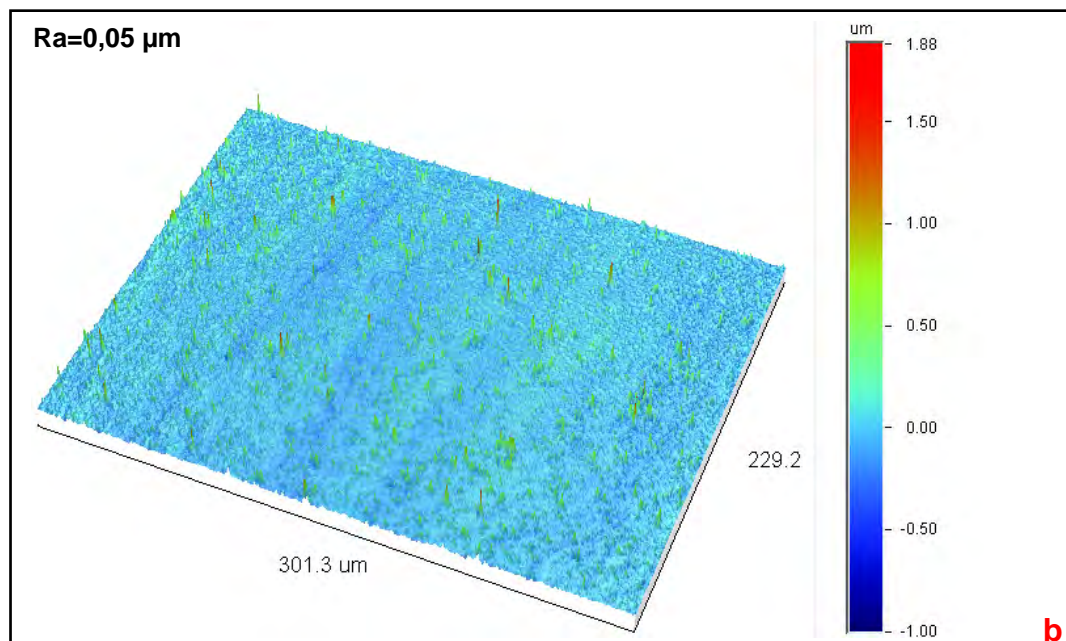
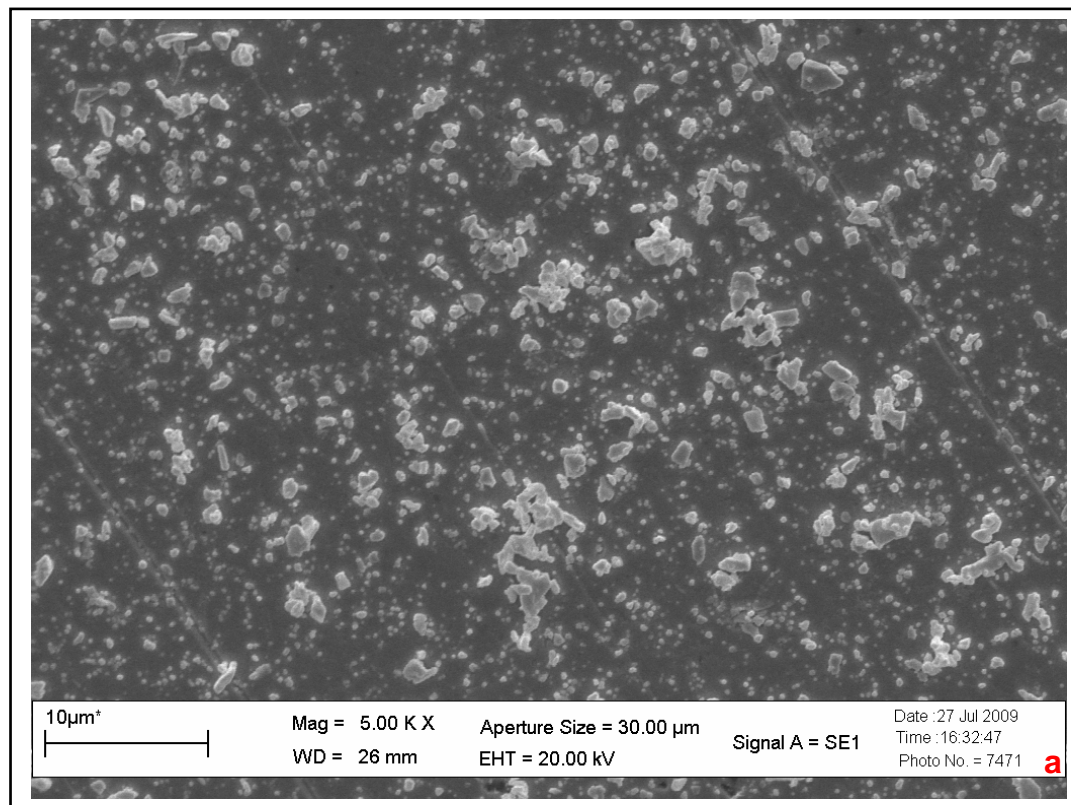
FIGURA 35 - Representação gráfica da rugosidade superficial (μm) da cerâmica nas amostras dos grupos controle e experimentais, de acordo com o fator: pressão.

As imagens em MEV sugerem que as amostras jateadas com Al_2O_3 , independente do tamanho das partículas e da pressão utilizada, foram danificadas pelo jateamento, uma vez que foram observados danos superficiais na cerâmica, na forma de ranhuras e de lascamentos, gerando irregularidades as quais foram responsáveis pelo aumento da rugosidade superficial bem como contribuíram de maneira significativa pela diminuição da resistência mecânica da cerâmica após ciclagem mecânica. Já nas amostras jateadas com SiO_2 , não foi possível identificar danos superficiais na cerâmica, mas sim a presença de uma camada, irregular, de sílica sobre a superfície da amostra.

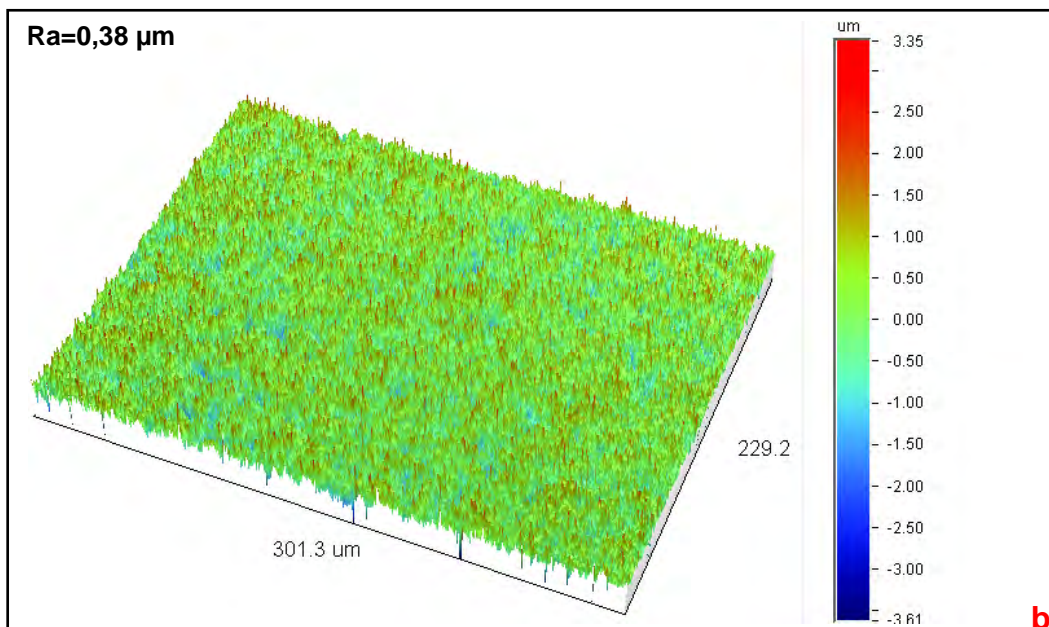
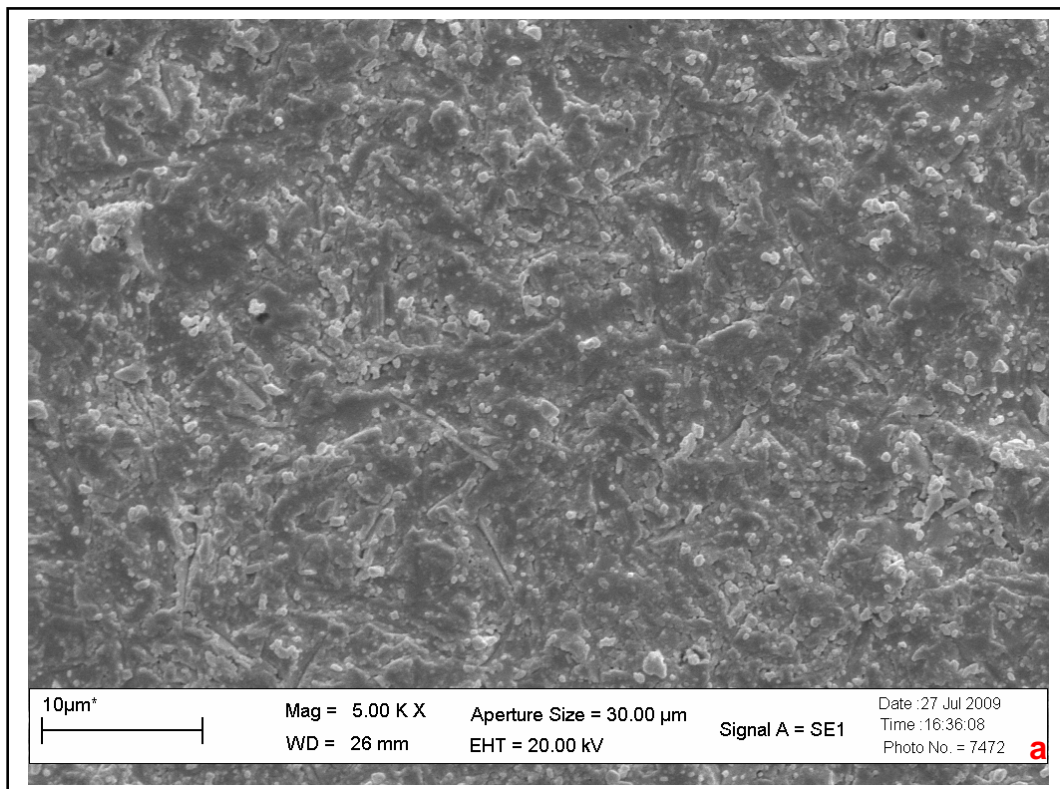
As fotomicrografias da superfície da cerâmica submetidas aos diferentes protocolos de jateamento bem como as imagens em 3D

dessas superfícies em perfilometria óptica, estão representadas pela Figuras 36a-b, 37a-b, 38a-b, 39a-b, 40a-b, 41a-b, 42a-b, 43a-b e 44a-b.

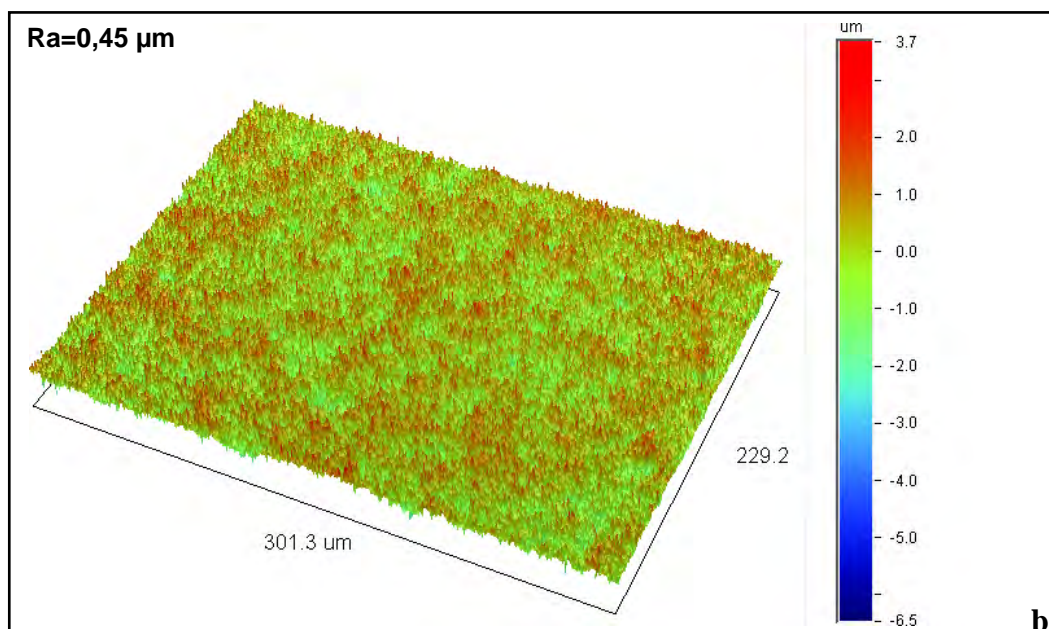
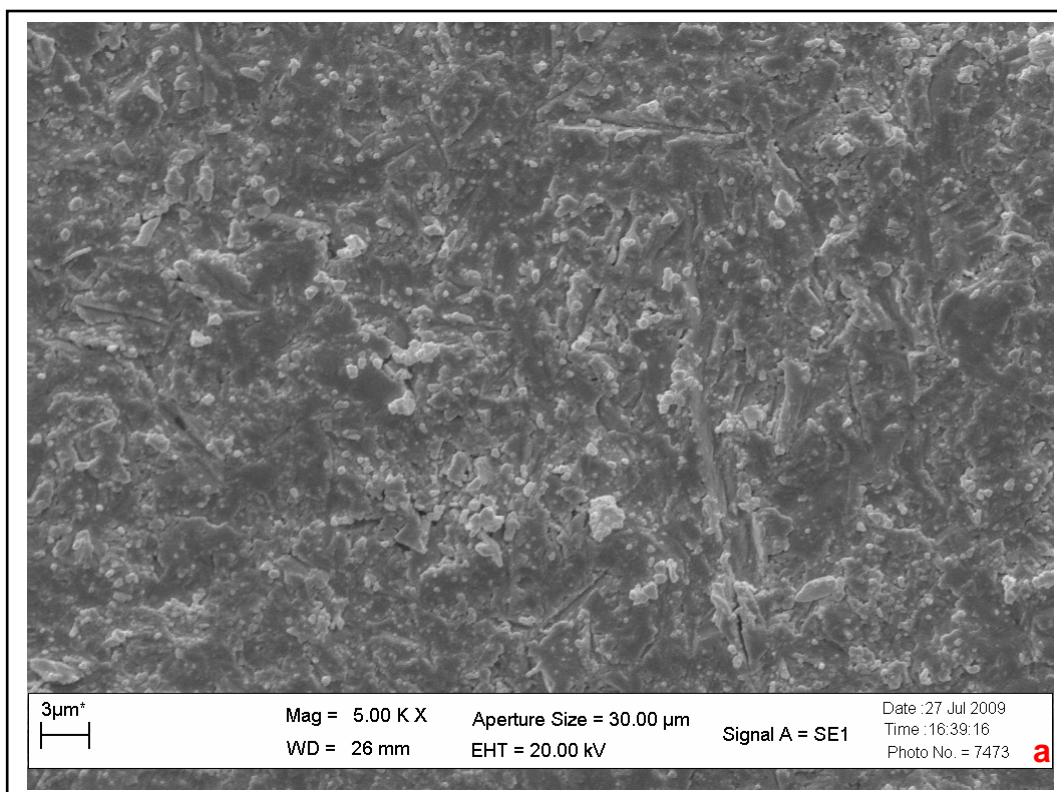
A hipótese de que apenas o jateamento com partículas de Al_2O_3 causa danos superficiais na cerâmica de Y-TZP foi parcialmente aceita.



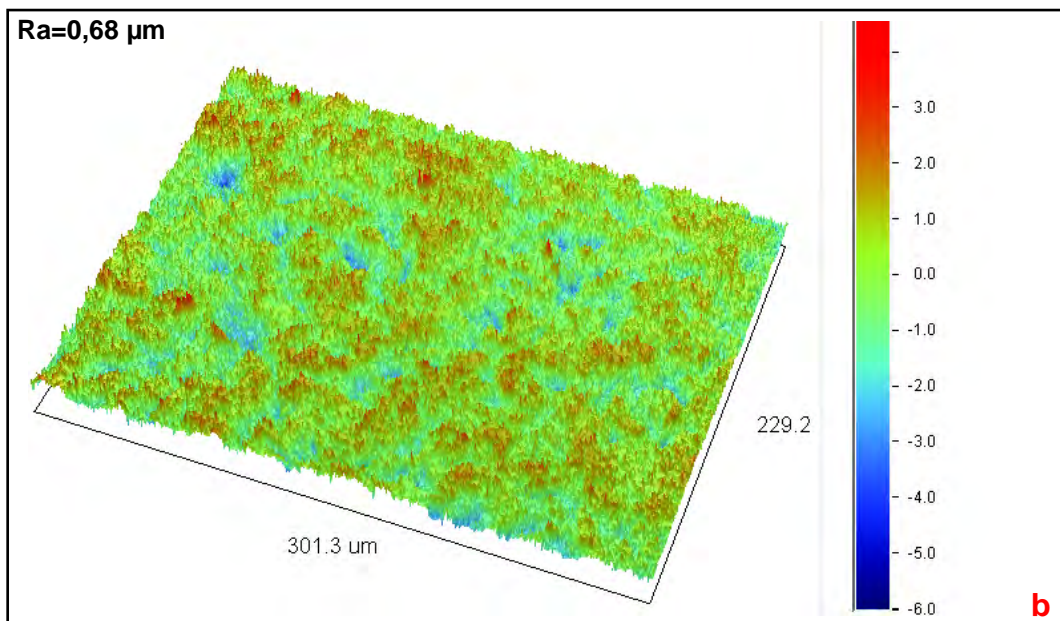
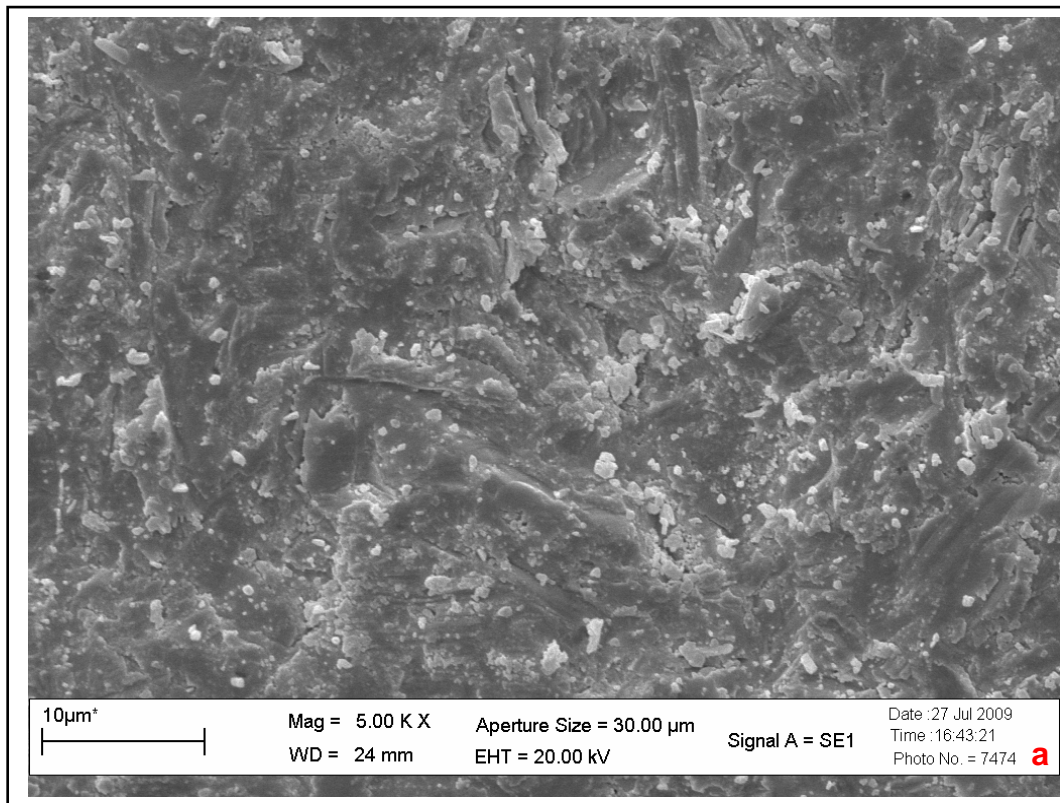
FIGURAS 36a-b - Aspecto superficial da cerâmica não jateada (controle):
a) Fotomicrografia (5.000X); b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



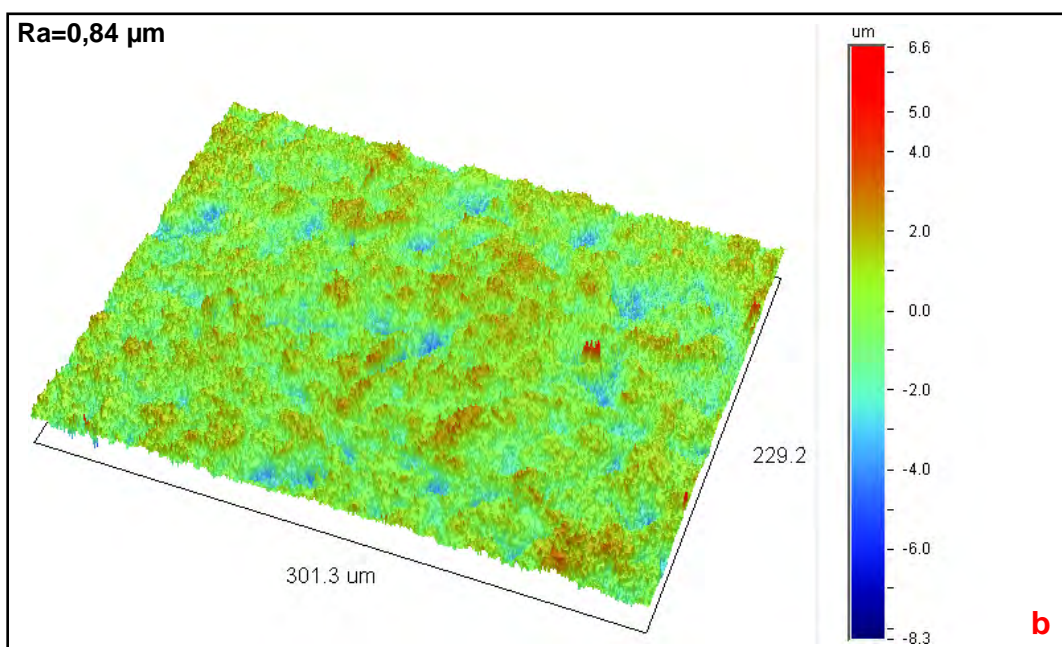
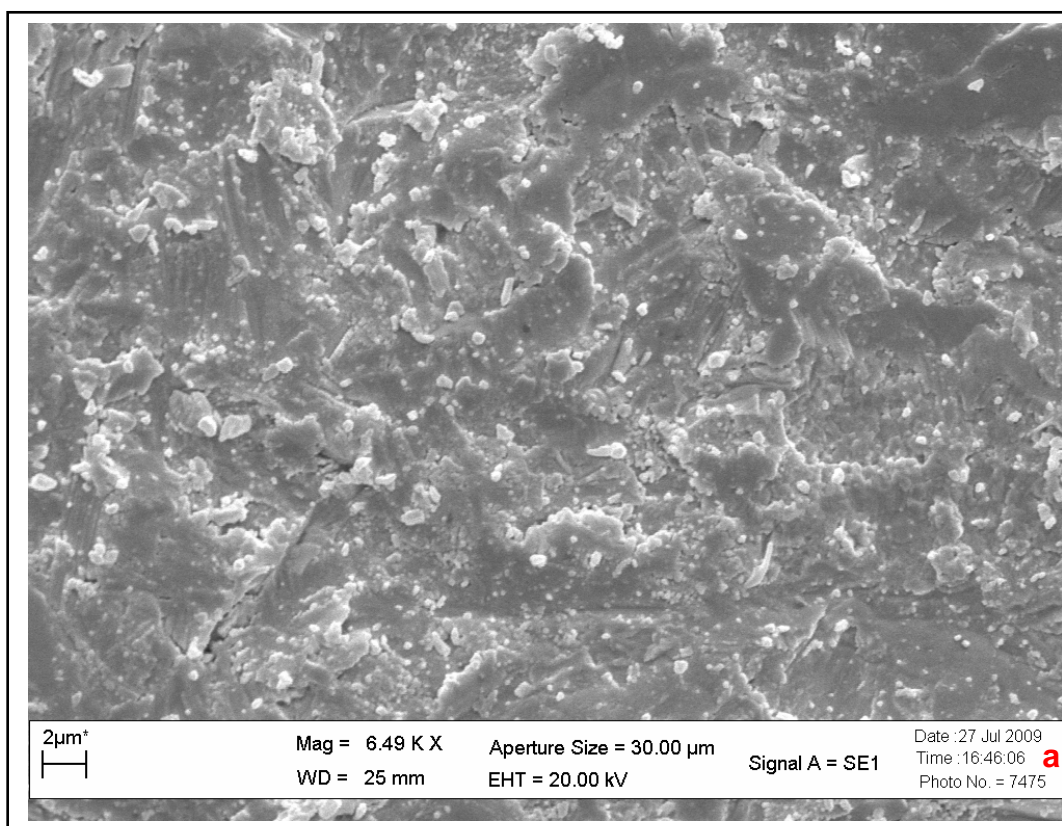
FIGURAS 37a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al₂O₃ 50µm/2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



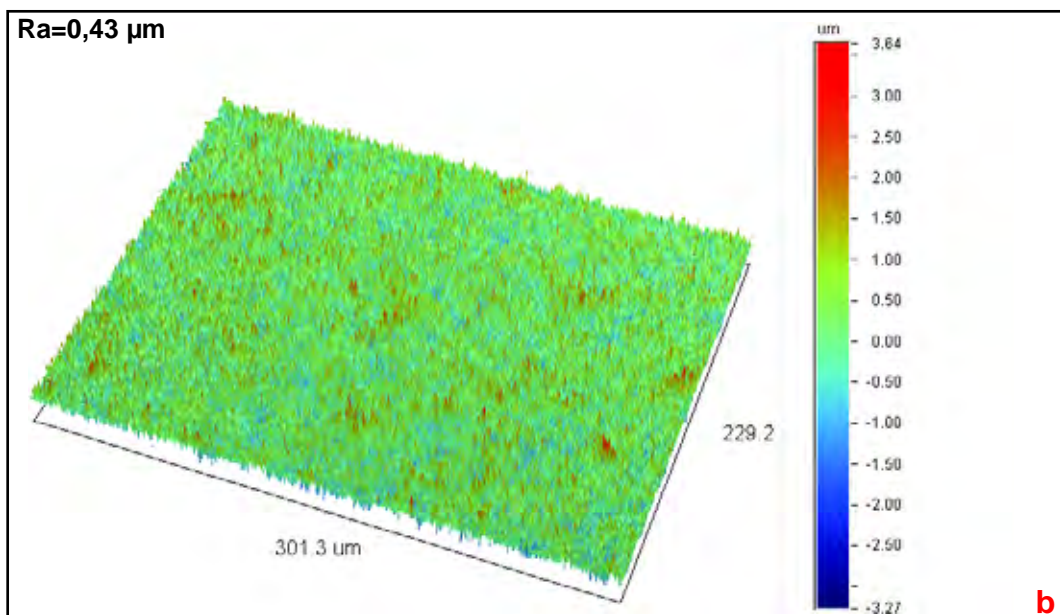
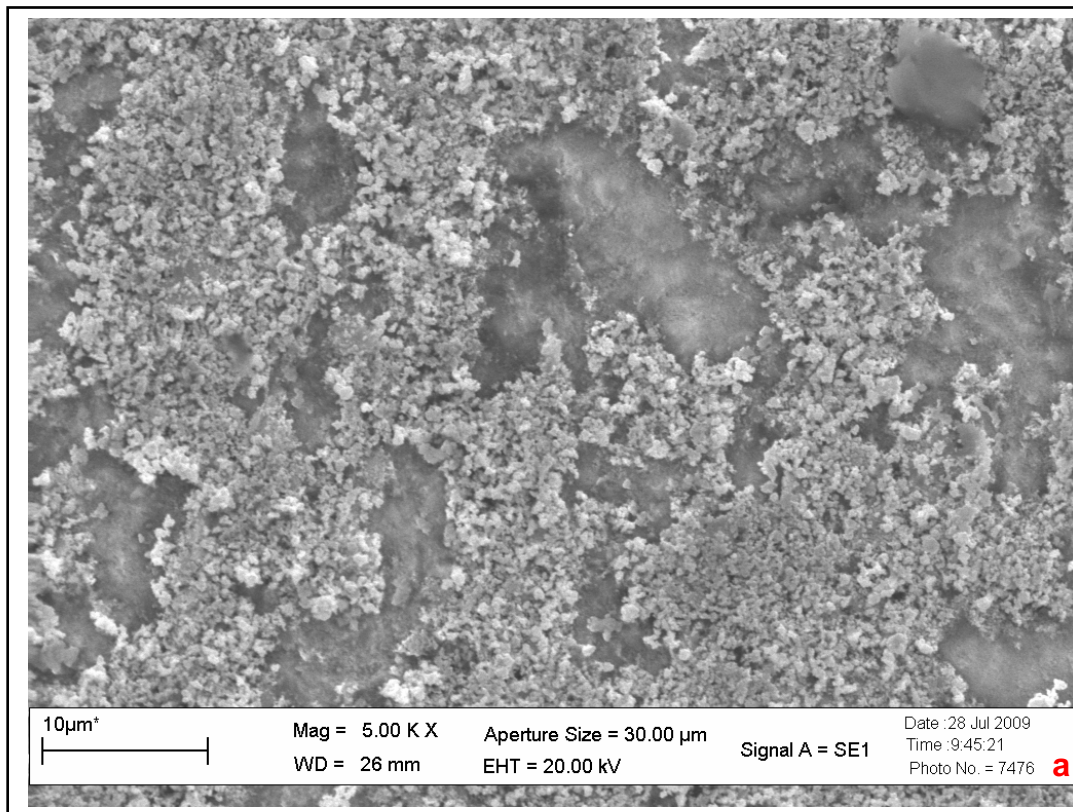
FIGURAS 38a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 50 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



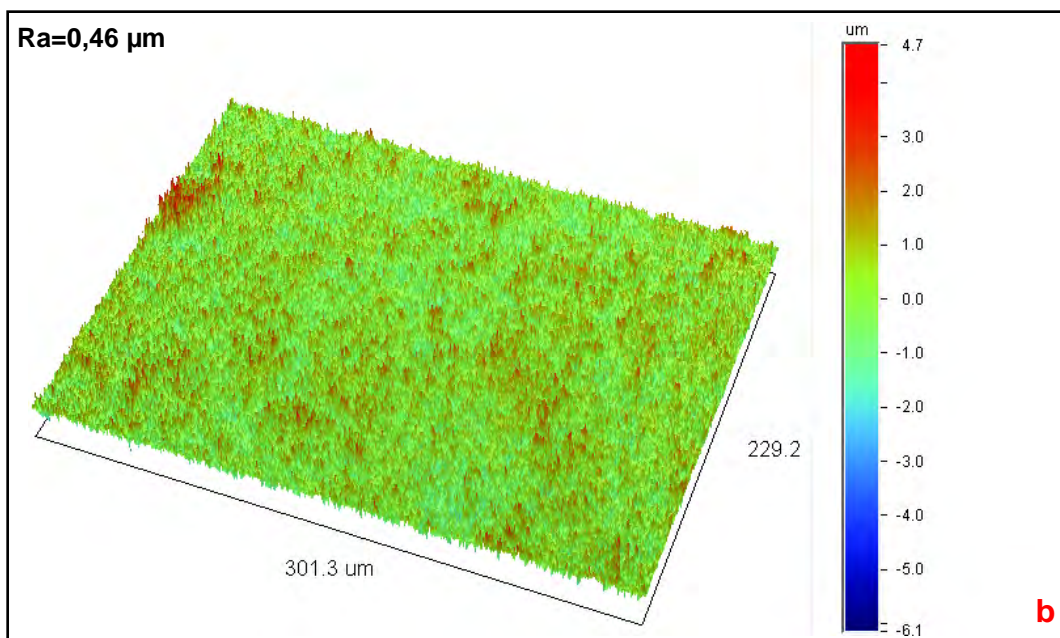
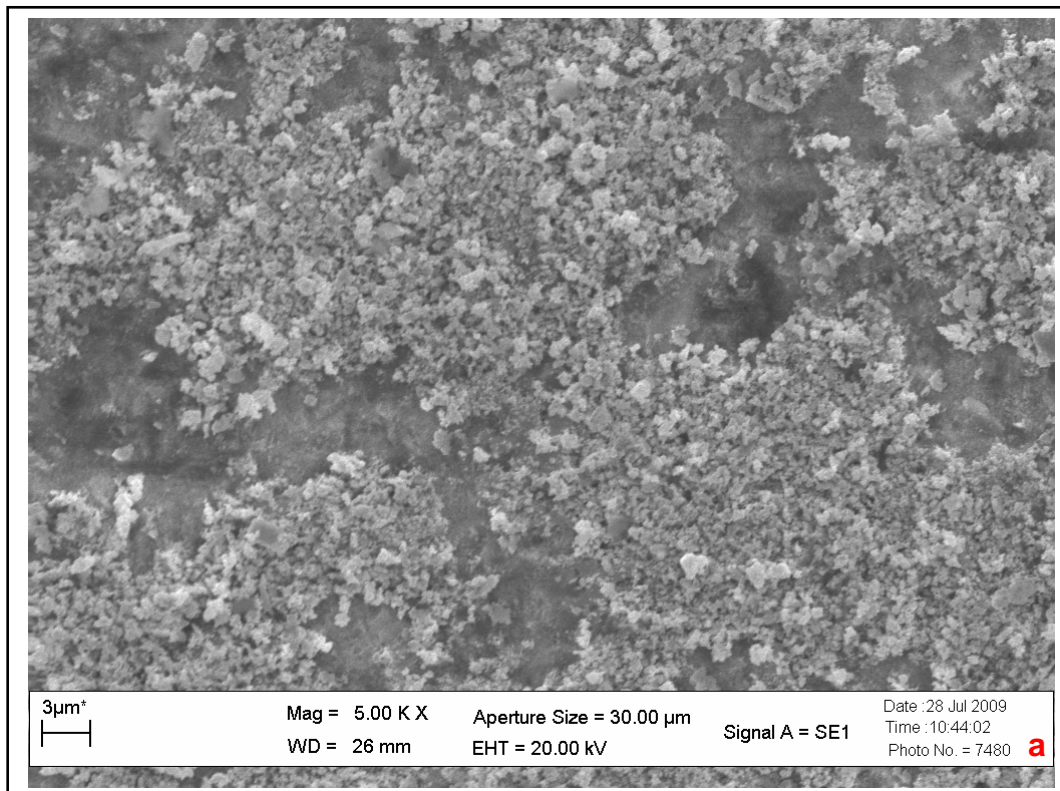
FIGURAS 39a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 110 μm /2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



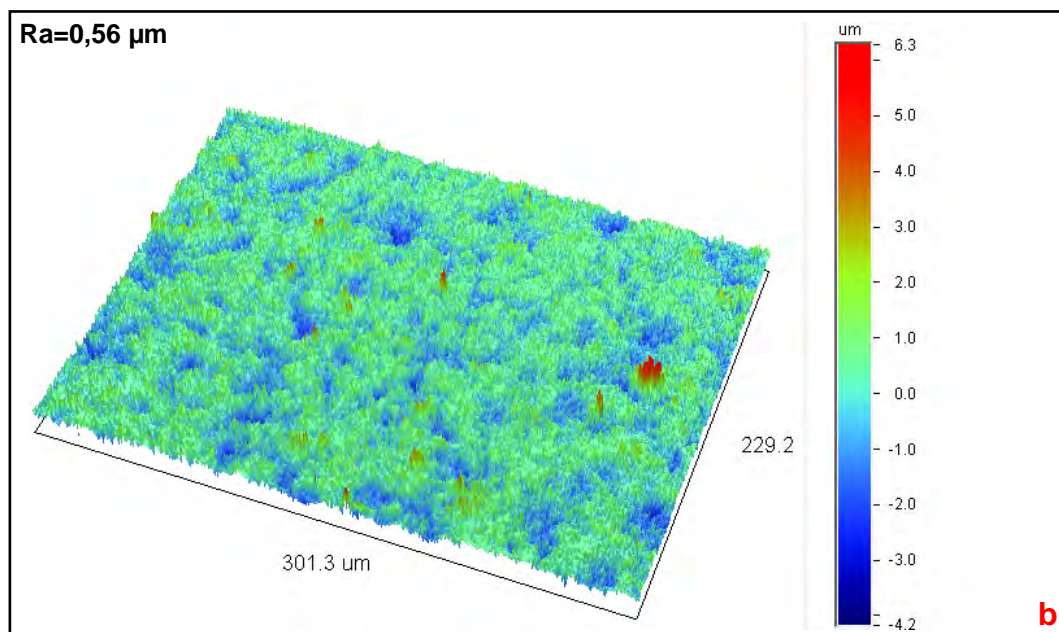
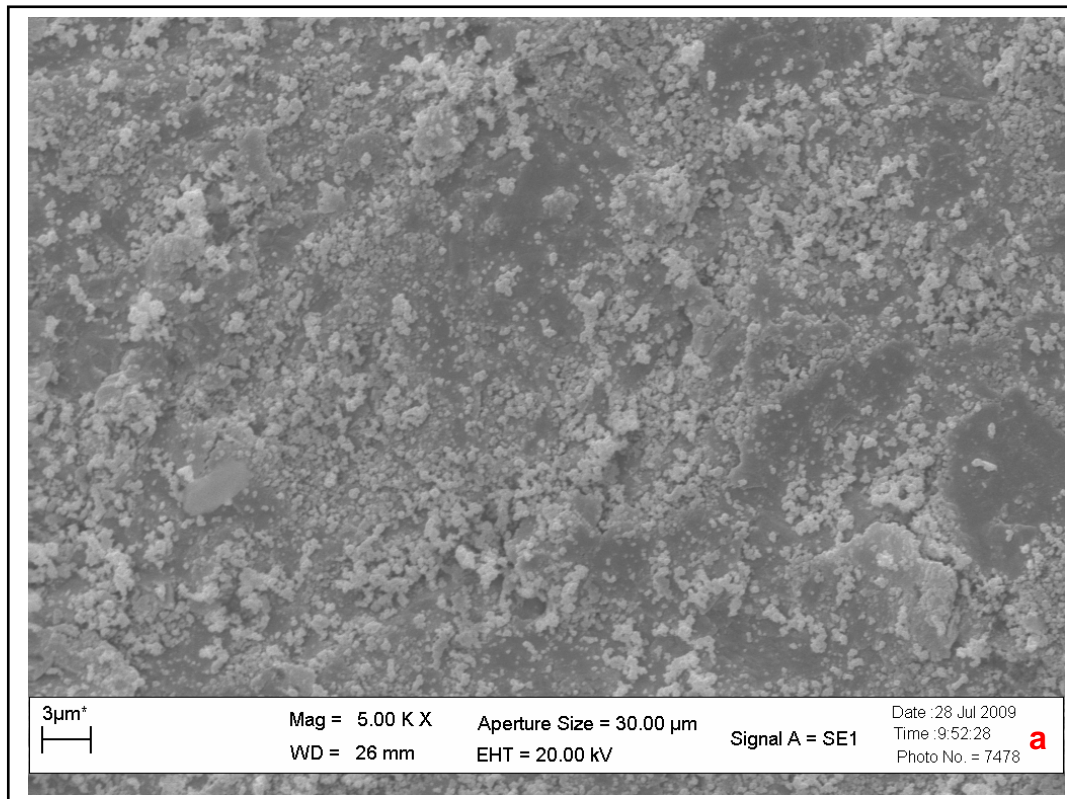
FIGURAS 40a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com Al₂O₃ 110µm/3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



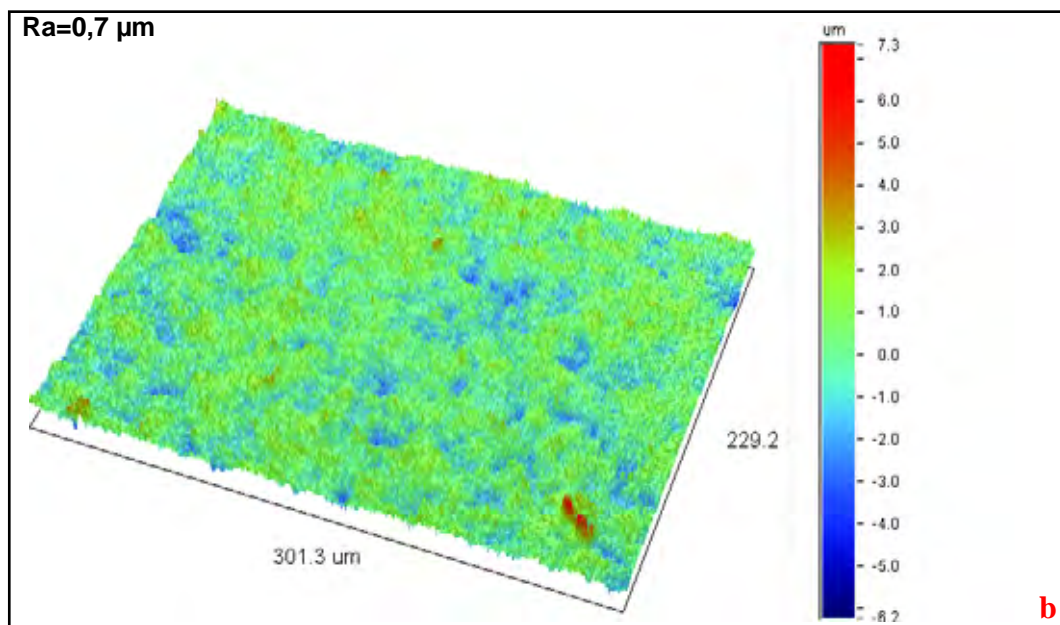
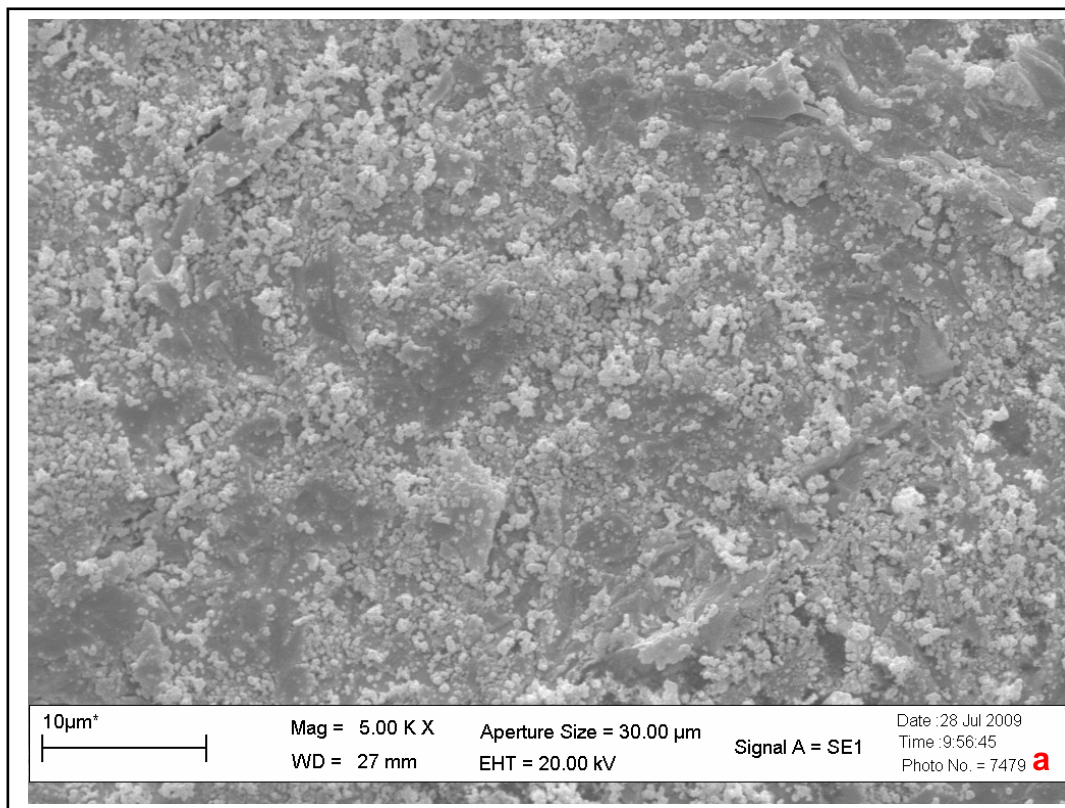
FIGURAS 41a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO₂ 30µm/2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



FIGURAS 42a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO₂ 30 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



FIGURAS 43a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO₂ 110 μm /2,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.



FIGURAS 44a-b - Aspecto superficial da cerâmica após jateamento com SiO₂ 110 μm /3,5 bar: a) Fotomicrografia (5.000X), b) Representação gráfica da alteração superficial em 3D.

A análise em EDS revelou que a cerâmica em estudo apresenta em sua composição os seguintes elementos (Gr1): Oxigênio (O), Zircônia (Zr) e Ítria (Y). O peso (%) para cada elemento químico encontrado foi: O (27,07%), Zr (71,54%) e Y (1,39%) (Figura 45).

Após o jateamento, a análise em EDS revelou que para todos os grupos jateados com Al_2O_3 , foi observada a presença deste óxido na superfície da cerâmica: Gr2- 17,13%, Gr3- 20,69%, Gr4- 3,91% e Gr5- 5,12% (Figuras 46a-b, 47a-b, 48a-b e 49a-b). Para os grupos jateados com SiO_2 , foi observado-se que além da sílica, estava presente também a alumina, o que é compreensível, uma vez que as partículas de Cojet e de Rocatec são partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica. O peso (%) para os elementos químicos sílica e alumina observados nos grupos jateados com os sistemas Rocatec e Cojet foram, respectivamente: Gr6- 6,78% e 2,41%; Gr7- 8,74% e 2,15%; Gr8- 7,97% e 4,45%; e Gr9- 8,62% e 5,2% (Figuras 50a-b, 51a-b, 52a-b e 53a-b).

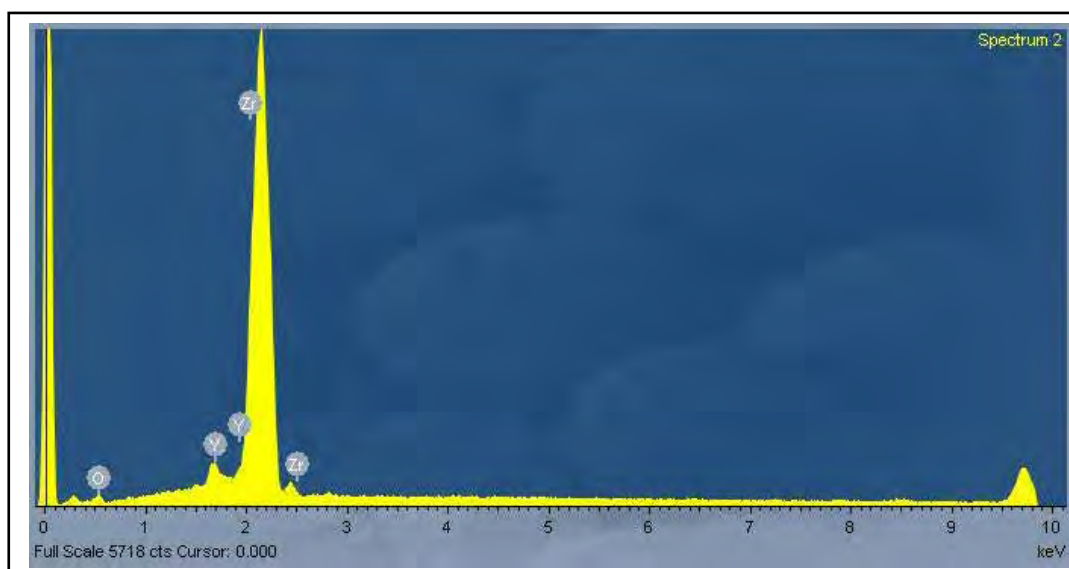
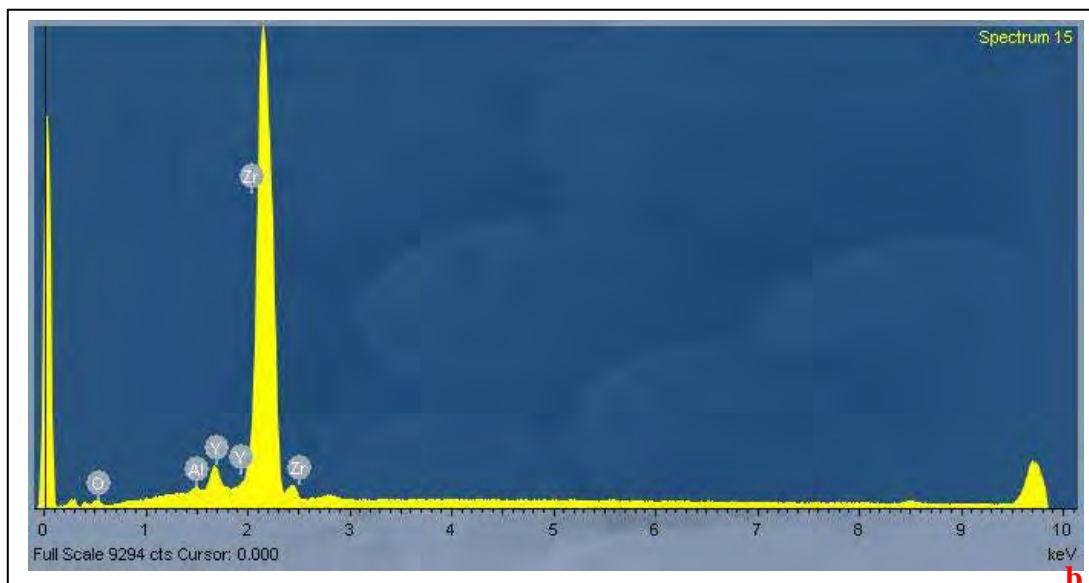
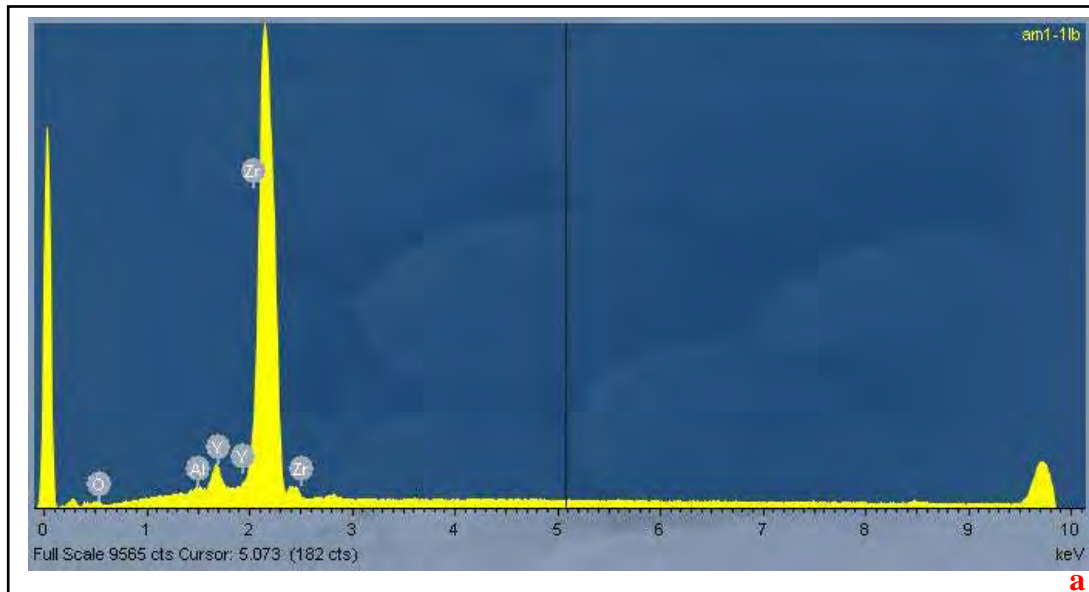
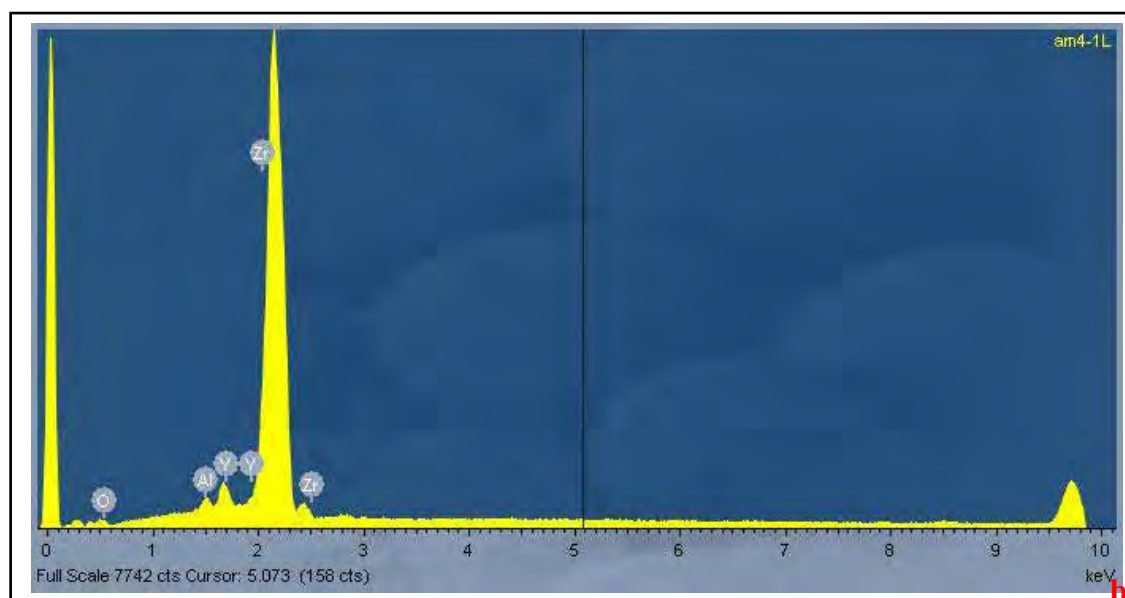
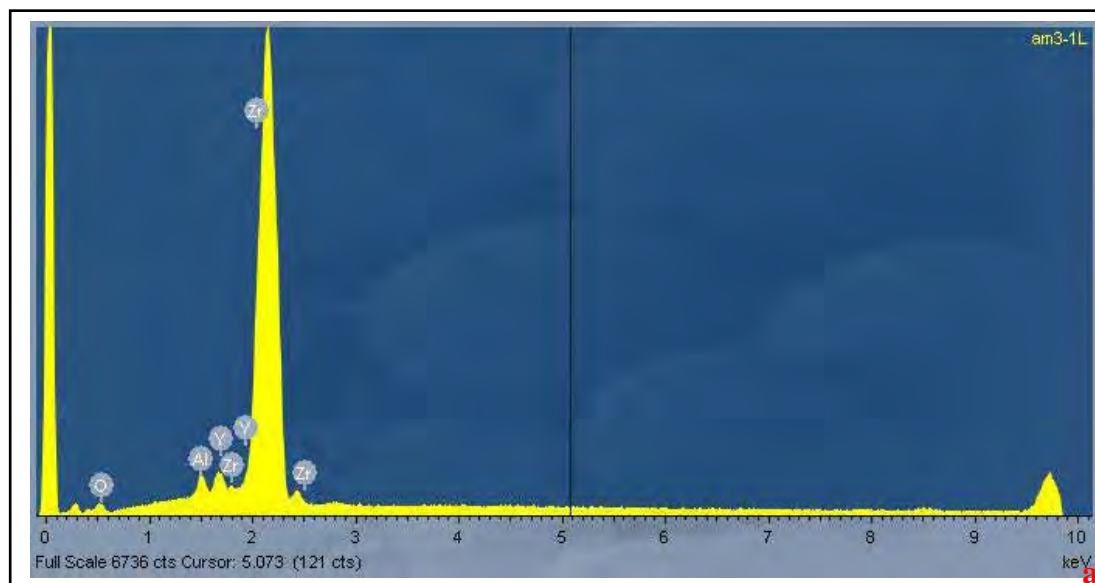


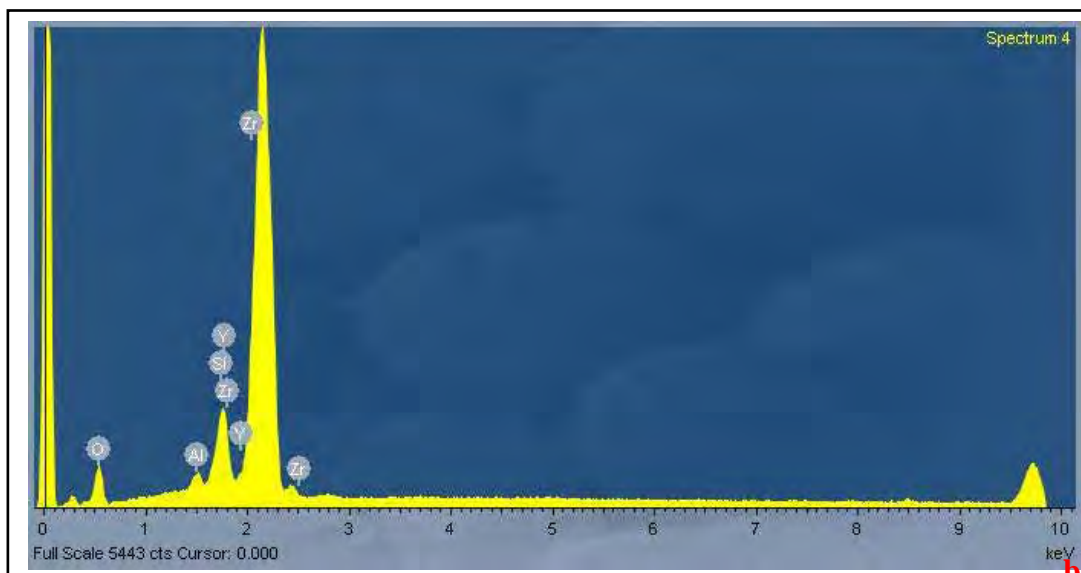
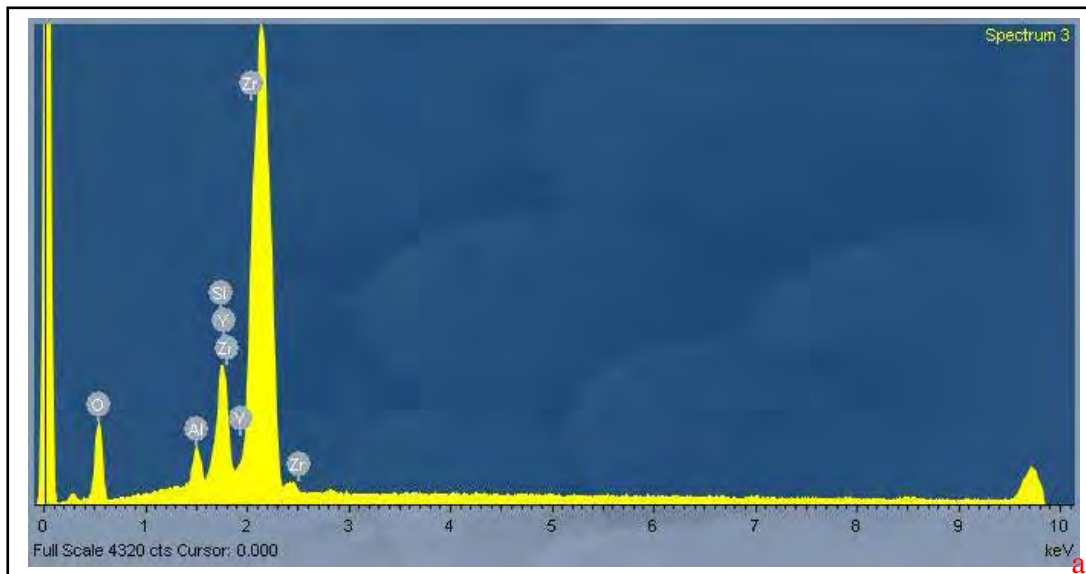
FIGURA 45 – Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica sem tratamento de superfície.



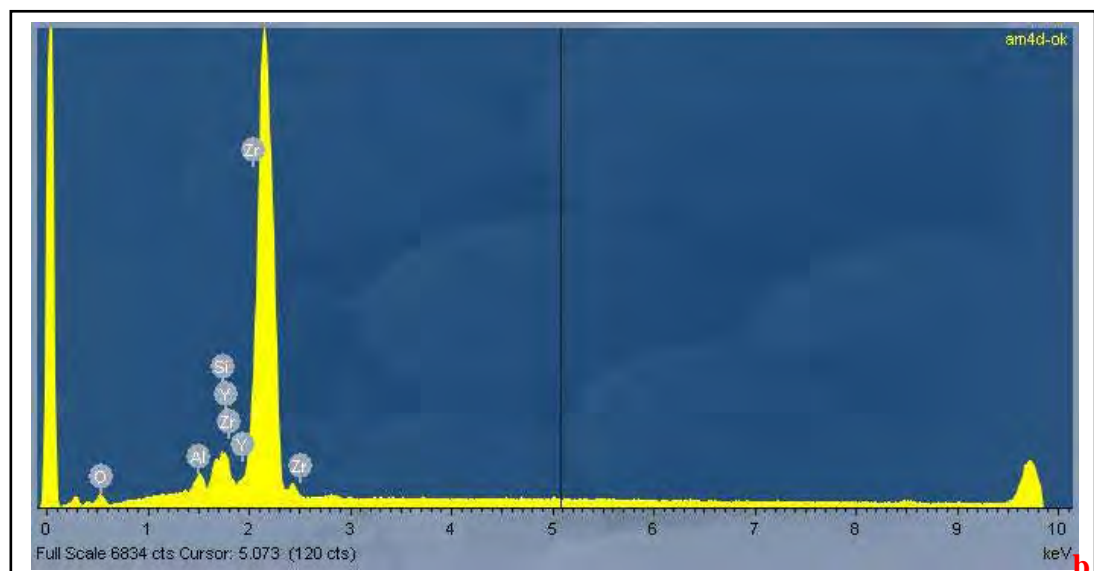
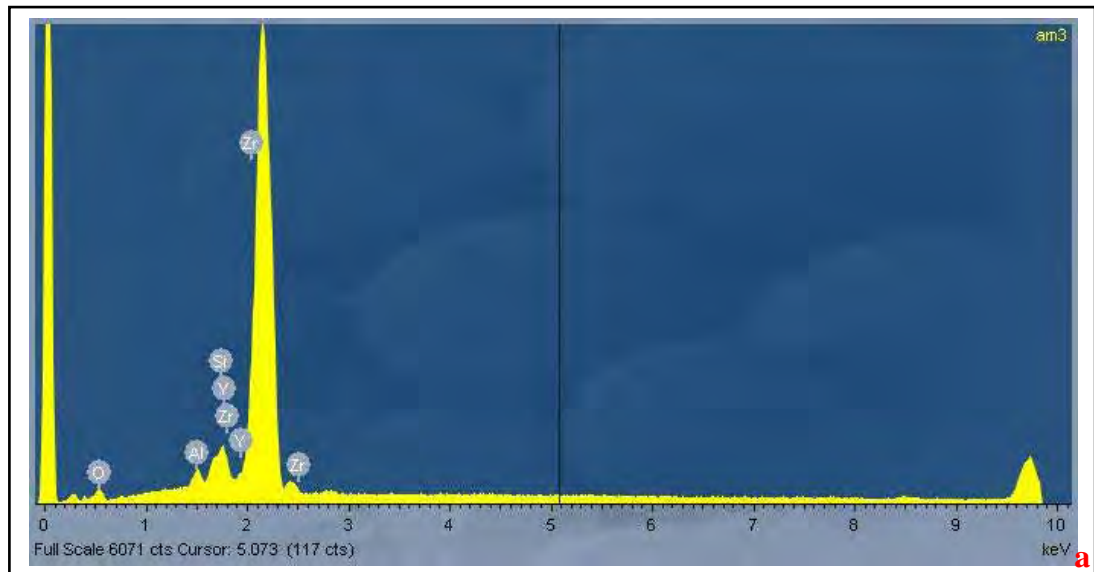
FIGURAS 46a-b– Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 50 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.



FIGURAS 47a-b– Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com Al_2O_3 110 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.



FIGURAS 48a-b– Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com SiO_2 30 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.



FIGURAS 49a-b– Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica após jateamento com SiO_2 110 μm : a) 2,5 bar e b) 3,5 bar.

6 DISCUSSÃO

6.1 Importância da pesquisa

Devido a estética e biocompatibilidade superior às restaurações metálicas/metalo-cerâmicas, as cerâmicas tornaram-se materiais atrativos para a confecção de restaurações parciais, totais ou PPFs livres de metal. Atualmente diversos sistemas restauradores *metal free* estão disponíveis no mercado odontológico, sendo o sucesso desses materiais e sistemas cerâmicos atribuído aos avanços tecnológicos e ao aumento da tendência de se evitar o uso de materiais metálicos em boca.

A diversidade dos sistemas e dos materiais cerâmicos existentes permite que uma gama de situações clínicas sejam resolvidas utilizando este tipo de material. Entretanto, as cerâmicas, mesmo as mais resistentes (Y-TZP), são consideradas materiais frágeis e susceptíveis a falhas prematuras (Lawn et al., 2001). Tal aspecto é responsável pelo receio que muitos profissionais ainda têm em utilizar a cerâmica para confecção de PPFs livres de metal.

O desempenho clínico de restaurações cerâmicas está relacionado a diversos fatores como: resistência e tenacidade do material; danos causados à cerâmica durante sua manipulação como fundição, fresagem e jateamento; bem como a aplicação de cargas cíclicas durante a função oclusal (Zhang et al., 2006). Por este motivo é contínua a procura pelo material cerâmico ideal, ou seja, aquele que possua excelente resistência mecânica, estética e desempenho clínico satisfatório em longo prazo (Qualtrough e Piddock, 2002).

Sabe-se que o estudo da resistência mecânica das restaurações cerâmicas de Y-TZP, principalmente as PPFs, tem sido objeto de diversas pesquisas (Ardlin, 2002; Att et al., 2007), já que a fratura de PPFs, especialmente na região de conector, é relatada como uma das principais falhas neste tipo de restauração (Kiliçarslan et al., 2004; Att et al., 2007; Kou et al., 2007), influenciando diretamente na longevidade do tratamento restaurador. Por este motivo, diversos estudos têm sido desenvolvidos objetivando melhorar a resistência à fratura deste tipo de cerâmica, seja modificando a sua microestrutura (Sundh e Sjogren, 2006) ou até mesmo desenvolvendo artifícios (Kosmac et al., 1999; Sundh e Sjogren, 2004; Guazzato et al., 2005) e modificando técnicas (Sund et al., 2005; Larsson et al., 2007) para melhorar o desempenho mecânico deste material.

Assim, o presente estudo foi desenvolvido baseado na existência de poucos estudos que relacionam o tipo de partícula e a pressão utilizada durante o jateamento com a resistência mecânica e estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP.

6.2 Ensaio de resistência à flexão

Para Mecholsky (1995) a resistência é o estresse máximo necessário para causar a fratura ou a deformação plástica de um material e é extremamente influenciada pelo tamanho das falhas (bolhas) e defeitos presentes na superfície do material que está sendo testado. Kelly (1995) relata ainda que a resistência é uma propriedade condicional do material, tendo valor apenas quando associada a outras informações como: conhecimento da microestrutura do material, ambiente onde foi realizado o ensaio e metodologia do teste, já que, segundo Kosmac et al. (1999), a presença de falhas pré-existentes na superfície ou dentro da

cerâmica atuam como pontos de fragilidade e conseqüentemente áreas de concentração de estresse acelerando a ocorrência de falhas em níveis baixos de resistência (Kosmac et al., 1999). Assim, a resistência à flexão é considerada uma propriedade bastante importante para análise dos materiais frágeis, como as cerâmicas, que são muito mais fracas quando submetidas a uma tensão do que a compressão (Della Bona et al., 2003).

Diversos ensaios de resistência à flexão são relatados na literatura e recomendados pela *International Organization for Standardization* (ISO 6872, 1998) para avaliar a resistência de materiais cerâmicos, como: flexão de três pontos (Ardlin, 2002; Guazzato et al., 2005; Papanagiotou et al., 2006), flexão de quatro pontos (Giordano et al., 1995; Thompson, 2000) e flexão biaxial (Kosmac et al., 1999; Guazzato et al., 2004a; Curtis et al., 2006b; Yilmaz et al., 2007).

Apesar do ensaio de resistência à flexão de três pontos ser o teste mais utilizado pela literatura, provavelmente devido a sua simplicidade, a fabricação de amostras em forma de barra (flexão de 3 e 4 pontos) pode introduzir uma grande quantidade de defeitos que são ausentes em condições clínicas normais (Kelly, 1995), sendo assim este tipo de ensaio é extremamente dependente do acabamento superficial nas bordas da amostra (Zeng et al., 1996). Para Yilmaz (2007), é impossível eliminar todas as falhas durante a confecção do espécime, e como a fratura se inicia na região de borda, ocorre uma grande variação nos valores de resistência. Já o ensaio de flexão biaxial elimina o efeito das bordas porque esta região não é submetida diretamente à carga, produzindo uma menor variação nos valores de resistência. Por este motivo o ensaio de resistência à flexão biaxial foi introduzido na norma ISO 6872 como um teste alternativo para determinar a resistência da cerâmica.

Adicionalmente, é sabido que os valores de resistência à flexão de um mesmo material variam de acordo com o método e com o ambiente do teste. Zeng et al. (1996), utilizaram três diferentes testes

(flexão de três pontos, biaxial *ring-on-ring* e biaxial *piston-on-three-ball*), para avaliar a resistência à flexão de uma cerâmica a base de alumina densamente sinterizada e observaram que os valores de resistência à flexão de um mesmo material variaram em até 50% entre os testes. Esta variação entre os valores ocorre também devido à diferença entre a área das amostras submetidas à carga (estresse). Como exemplo tem-se o teste de flexão de três que apresenta uma pequena área sujeita à carga, comparado ao ensaio de flexão biaxial. Adicionalmente, Thompson (2000) verificou que o tipo de falha e a origem da fratura na amostra após o ensaio também é dependente do tipo de teste utilizado. Por esses motivos os resultados obtidos por diferentes testes não devem ser comparados diretamente entre si.

Com relação ao ambiente do teste, diversos estudos afirmam que quando a amostra cerâmica é fraturada em meio aquoso, ocorre uma diminuição significativa da resistência mecânica do material (Morena et al., 1986; Kelly, 1995; De Aza et al., 2002) em relação ao meio seco. Sherrill e O'Brien (1974) demonstraram em seu estudo que quando cerâmicas feldspáticas e a base de alumina foram fraturadas imersas em água, a resistência desses materiais diminuiu em 30%. Segundo Morena et al. (1986), este processo de degradação da cerâmica em ambiente aquoso é explicado pela corrosão da cerâmica pela molécula de água, envolvendo o crescimento de pequenas falhas pré-existentes

A degradação das cerâmicas de Y-TZP, também conhecida como *Low Temperature Degradation* (degradação em baixa temperatura) ocorre devido à progressão espontânea da zircônia da fase tetragonal para fase monoclinica, sendo este comportamento bem conhecido quando a zircônia é submetida a temperaturas entre 120-400^oC na presença água (Piconi e Maccauro, 1999; Ban et al., 2008; Chevalier, 2006; Kelly e Denry, 2008; Denry e Kelly, 2008). Esta transformação da zircônia de tetragonal para monoclinica é explicada pela ação da água que quebra a molécula de zircônia (ZrO₂), formando hidróxido de zircônio

ou pela quebra da molécula de ítria (Y_2O_3), formando hidróxido de ítrio (Piconi e Maccauro, 1999). A transformação ocorre inicialmente na superfície do material, gerando o aumento de volume de um grão de zircônia, que promove um estresse nos grãos vizinhos, e assim sucessivamente. Tal evento aumenta a rugosidade superficial da cerâmica bem como a formação de microtrincas, diminuindo sua resistência mecânica (Chevalier, 2006). Entretanto a susceptibilidade da cerâmica de Y-TZP à degradação depende de alguns fatores como: concentração, distribuição e tipo do óxido estabilizador (Piconi e Maccauro, 1999; Sundh e Sjogren, 2006; Ban et al., 2008; Sato et al., 2008) e tamanho do grão de zircônia (Kosmac et al., 1999; Kosmac et al., 2000).

Por esses motivos o ensaio de resistência à flexão biaxial (*piston-on-three-ball*) com as amostras imersas em água ($37^{\circ}C$), foi selecionado para ser utilizado neste estudo.

6.3 Fadiga mecânica

A resistência mecânica da cerâmica é tempo dependente, isto é, tem sua resistência diminuída devido ao crescimento subcrítico de trincas (*slow crack growth*) na presença de água (Kelly, 1995). O ambiente aquoso da boca associado à carga cíclica durante a mastigação, são condições muito favoráveis para propagação subcrítica de trincas no material cerâmico (Morena et al., 1986; Yilmaz, 2007).

Diversos estudos relatam que o crescimento da fratura quimicamente induzida pela degradação da cerâmica em água tem um papel importante nas falhas clínicas de restaurações cerâmicas (Kelly, 1995; Chevalier, 2006; Kelly e Denry, 2008; Denry e Kelly, 2008). Em uma pesquisa desenvolvida por Studart et al. (2007b), os autores avaliaram o

efeito da fadiga cíclica em água no tempo de vida de uma cerâmica de Y-TZP (Degudent) e concluíram que ciclagem mecânica em água diminuiu significativamente da resistência da cerâmica comparada à ciclagem em ar. Resultados semelhantes foram encontrados em outro estudo desenvolvido pelos mesmos autores, avaliando diferentes sistemas cerâmicos (Studart et al., 2007a).

Considerando que a água está em contato com toda face externa da restauração, por meio da saliva (Kelly, 1995; Studart et al., 2007a) e que algumas regiões do conector de uma PPF confeccionada com IE de Y-TZP podem ficar expostas ao meio bucal (Kiliçarslan et al., 2004; Sundh e Sjogren, 2006) a etapa de ciclagem mecânica deste estudo foi realizada com as amostras imersas em água (37⁰C), objetivando simular *in vitro* as condições clínicas que as restaurações são submetidas.

Outros aspectos importantes com relação à fadiga mecânica devem também ser levados em consideração, como: número de ciclos, frequência e carga.

No presente estudo foram realizados 100.000 ciclos com carga de 50 N e frequência de 4 Hz. Como na literatura não existe um consenso com relação ao protocolo de ciclagem que dever ser utilizado para amostras cerâmicas, uma gama de diferentes protocolos de ciclagem mecânica tem sido relatados. Itinoche et al. (2006) submeteram discos cerâmicos a base de alumina e de zircônia a 20.000 ciclos, com 50 N de carga e frequência de 1 Hz. Já Okutan et al. (2006) utilizaram 1.200.000 ciclos/50 N/ 1,3 Hz para avaliar a resistência à fratura de coroas cerâmicas submetidas à CM. Sundh e Sjogren (2006) submeteram PPFs com IE em Y-TZP à ciclagem durante 100.000 ciclos/ 50 N, e observaram que os valores de resistência após fratura variaram de 900 a 1.900 N entre os grupos. Larsson et al. (2007) submeteram PPFs (Procera AllCeram) à ciclagem durante 10.000 ciclos/1 Hz e com cargas variando entre 30-300 N. Já no estudo de Studart et al. (2007b), os

autores utilizaram 50% da resistência do material como parâmetro para aplicação da carga durante a ciclagem mecânica, a uma frequência de 10 Hz, até o momento da fratura das amostras. Pittayachawan et al. (2007), utilizando diferentes protocolos de ciclagem (500.000 ciclos; carga: 50 a 70% da resistência média do material), avaliaram a influência da fadiga na resistência à flexão biaxial da cerâmica de Y-TZP (Lava) e observaram que dependendo da carga aplicada, várias amostras fraturam antes do final da ciclagem. Por outro lado, Curtis et al. (2006a) pesquisaram o efeito de diversos protocolos de ciclagem (2.000 a 100.000 ciclos; carga: 80 a 800N), em meio seco e meio úmido, na resistência à flexão de uma cerâmica de Y-TZP e verificaram que nenhum protocolo de ciclagem influenciou à resistência da cerâmica em estudo.

Alguns estudos (Att et al., 2007; Zhang et al., 2004) relatam que 1.200.000 ciclos com carga de 50 N simula 5 anos de uso clínico do material. Em nosso estudo, se considerarmos esta relação, 100.000 ciclos simularia 5 meses de uso clínico. Entretanto, apesar de não existir uma relação exata entre o número de ciclos realizados em estudos laboratoriais (*in vitro*) com as condições clínicas, uma vez que as condições clínicas nas quais as próteses são submetidas não são reproduzidas exatamente em laboratório (Kelly, 1995; Kelly, 1999), concordamos que períodos longos de ciclagem mecânica são importantes para aumentar a propagação de falhas ao longo do material e assim predizer, de maneira mais significativa, a sua resistência em longo prazo.

Também é possível observar que, assim como o número de ciclos, a carga utilizada durante a ciclagem mecânica varia bastante entre os estudos (ex: 30 N a 800 N) (Att et al., 2007; Larsson et al., 2007; Pittayachawan et al., 2007). Embora a carga normal durante o ciclo mastigatório esteja entre 9 a 180 N (DeLong e Douglas, 1983), estudos clínicos têm relatado uma grande variedade nos valores de força mastigatória máxima. Julien et al. (1996) relataram que a força máxima mastigatória para o gênero feminino foi 451,3 N e 596,7 N para o

masculino. Já Bonakdarchian et al. (2009) encontraram força mastigatória máxima de 937 N para homens e 530 N para mulheres. Regalo et al. (2008), avaliando a carga mastigatória por região, verificou que na região de incisivos a carga máxima varia entre 93 - 206 N e entre 262 - 521 N na região de molares. Entretanto, em pacientes com parafunção, Ferrario et al. (2004) concluíram que a carga mastigatória pode chegar a 1.221 N.

Considerando que é mais realista utilizar cargas funcionais consideradas normais nos estudos experimentais, ao invés de cargas elevadas que representem a força máxima alcançada por pessoas em situações extremas (Kelly, 1999), utilizamos em nosso estudo uma carga de 50 N durante toda ciclagem mecânica. Esta mesma carga foi utilizada por outros estudos (Itinoche et al., 2006; Okutan et al., 2006; Sundh e Sjogren, 2006).

Neste sentido, considerando que o objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão da cerâmica sem haver a fratura de amostras antes da ciclagem mecânica, o protocolo de ciclagem mecânica utilizado no presente estudo pode ser considerado satisfatório.

6.4 Discussão dos resultados

No presente estudo, os resultados demonstraram que os valores de resistência à flexão obtidos após os diferentes protocolos de jateamento sem CM (1.306,7 a 1.554 MPa) foram estatisticamente superiores em relação às amostras não jateadas (1.30,4 MPa). Tais valores também foram superiores aos relatados por Curtis et al., (2006a), os quais estudaram a resistência à flexão biaxial da mesma cerâmica utilizada em nosso estudo (Lava) frente a diferentes protocolos de ciclagem mecânica (1.191 a 1.267 MPa), exceto para o grupo controle fraturado em água (1.308 MPa). Utilizando a mesma metodologia e o

mesmo material cerâmico, Pittayachawan et al. (2007) encontraram valores inferiores de resistência (1.086 a 1.164 MPa) em relação às amostras jateadas do presente estudo. Kosmac et al. (1999), avaliando diferentes tratamentos de superfície e técnicas de desgaste na resistência de uma cerâmica de Y-TZP, concluíram que os valores de resistência à flexão biaxial variaram de 543 MPa a 1.021 MPa.

Embora alguns autores (Zhang et al., 2004; Curtis et al., 2006b; Zhang et al., 2006) não tenham observado efeitos benéficos do jateamento na resistência mecânica de cerâmicas de Y-TZP, diversos estudos relatam um aumento da resistência mecânica dessas cerâmicas após jateamento (Guazzato et al., 2004b; Guazzato et al., 2005; Curtis et al., 2006b; Papanagiotou et al., 2006; Sato et al., 2008; Souza et al., 2008). Este fato pode ser explicado pela formação de uma camada residual de estresse compressivo na superfície da cerâmica devido à transformação de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$) na região jateada (Kosmac et al., 1999; Kosmac et al., 2000; Guazzato et al., 2005). No presente estudo esta teoria também foi confirmada pela análise em difração de Raios-X. Por meio desta análise observou-se que todos os protocolos de jateamento utilizados promoveram uma modificação de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$). A FM variou de 16,51% a 27,21 % nas amostras dos grupos experimentais, sendo os maiores valores encontrados para os grupos que utilizaram maiores partículas (110 μm) e pressão (3,5 bar): Al_2O_3 - 24,69% e SiO_2 - 27,21%. Valores inferiores de FM foram relatados por Kosmac et al. (1999) após jateamento de cerâmicas de Y-TZP (TZ-3YSB e TZ-3YB) com Al_2O_3 (110 μm , 4 bar) (12,7 a 15,7 %) e por Guazzato et al. (2005), após jateamento (Al_2O_3 110 μm , 5 bar) da cerâmica DC-Zirkon (FM= 9,5%). Essa variação nos valores pode ser explicada pela diferença química e estrutural entre as cerâmicas a base de zircônia tetragonal, como: concentração, distribuição e tipo do óxido estabilizador (Piconi e Maccauro, 1999; Sundh e Sjogren, 2006; Sato et al., 2008) e tamanho do grão de zircônia (Kosmac et al., 1999; Kosmac et al., 2000).

Adicionalmente, verificou-se neste estudo que a PZT dos grupos experimentais variou de 0,91 a 1,6 μm , sendo os maiores valores encontrados os grupos que utilizaram maior partícula (110 μm) e pressão (3,5 bar): Al_2O_3 - 1,43 μm e SiO_2 - 1,6 μm . Já Kosmac et al. (1999) concluíram que a modificação de fase da zircônia atingiu uma profundidade de apenas 0,3 μm após jateamento. A PZT corresponde à camada residual de estresse compressivo que está diretamente relacionada com o aumento da resistência mecânica do material cerâmico (Kosmac et al., 1999; Guazzato et al., 2005; Curtis et al., 2006b;).

Observou-se também em nosso estudo que o grupo submetido apenas à ciclagem mecânica, sem jateamento, (Gr18-1.137,7 MPa) apresentou valor de resistência maior, embora não significativa, comparado ao grupo não submetido ao jateamento e à ciclagem (1.030,4 MPa). Este aumento da resistência pode ser explicado pela transformação de fase da zircônia (*te*→*mo*) na superfície da cerâmica induzidas pela carga aplicada na superfície da cerâmica em contato com as esferas metálicas. No presente estudo o valor da FM foi 16,51 % para o grupo não jateado após ciclagem mecânica. Esta porcentagem de FM foi semelhante a FM das amostras jateadas com partículas de 50 μm , independente do tipo de partícula e da pressão. Por este motivo os grupos Gr2 (1.343,9 MPa), Gr3 (1.344,2 MPa), Gr6 (1.341,2 MPa) e Gr7 (1.306,7 MPa) apresentaram valores de resistência à flexão semelhantes estatisticamente ao grupo Controle (+) (1.137,7 MPa). Corroborando com estes resultados, Curtis et al. (2006a) verificaram que os diferentes protocolos de ciclagem mecânica utilizados também promoveram a modificação de fase da zircônia na região central da amostra bem como um aumento da microdureza na superfície da cerâmica, devido à carga da ciclagem mecânica incidir principalmente nesta região.

Quando os grupos experimentais foram comparados entre si, os fatores principais (partícula, pressão e ciclagem) não foram significantes. Entretanto, embora a ciclagem mecânica tenha aumentado

a resistência da cerâmica em relação ao grupo Controle (-), os valores de resistência à flexão foram inferiores após CM para todos os grupos experimentais, exceto para as amostras jateadas com SiO_2 30 μm / 2,5 bar e SiO_2 30 μm / 2,5 bar. Zhang et al. (2004) também observaram uma diminuição de aproximadamente 10% na resistência mecânica de amostras cerâmicas de Y-TZP jateadas com Al_2O_3 110 μm após CM.

A diminuição da resistência de cerâmicas de Y-TZP após jateamento e CM foi relatada por alguns estudos e está relacionada com a alteração superficial da cerâmica causada pelo jateamento associada ao crescimento subcrítico de trincas promovido pela CM em meio aquoso (Curtis et al., 2006a; Pittayachawan et al., 2007; Studart et al., 2007a; Studart et al., 2007b). Estudos desenvolvidos por Guazzato et al. (2005) e Sato et al. (2008) revelaram que apesar do jateamento com Al_2O_3 aumentar a resistência mecânica da cerâmica pela formação da camada de residual de estresse compressivo, ele promove a formação de microtrincas na superfície da cerâmica, que podem atuar como pontos de fragilidade no material. Corroborando com esses estudos, Curtis et al. (2006b) verificaram, com o auxílio de MEV, que os regimes de jateamento com Al_2O_3 de 50 μm e 110 μm também danificam a superfície da cerâmica, causando danos em forma de crateras. Já com relação ao desgaste com pontas diamantadas, formaram-se largas e profundas ranhuras na cerâmica.

Em nosso estudo, observando as imagens em MEV da superfície das amostras após jateamento, é possível verificar que os protocolos de jateamento utilizados promoveram danos na superfície da cerâmica em relação ao grupo controle, sendo mais evidentes nas amostras jateadas com Al_2O_3 . A análise da geometria tridimensional da superfície das amostras jateadas ($R_a = 0,38 \mu\text{m}$ a $0,84 \mu\text{m}$) também revelou um aumento da rugosidade na superfície das cerâmicas em relação ao grupo controle ($R_a = 0,05 \mu\text{m}$). Ao contrário do jateamento com Al_2O_3 110 μm , que é capaz de remover uma camada de

aproximadamente 60 μm da superfície da cerâmica de Y-TZP (Kosmac et al., 2000), causando danos estruturais à cerâmica, o aumento da rugosidade das amostras jatedas com SiO_2 não se deve apenas à formação de crateras (depressões) causados pelo jateamento, mas também pelo acúmulo de sílica (aposição) na superfície da cerâmica (Della Bona et al., 2007), que segundo alguns estudos promove um aumento da união entre cerâmica e cimento resinoso (Bottino et al, 2005; Valandro et al., 2005; Valandro et al., 2006; Della Bona et al., 2007; Fischer et al., 2008; Tsukakoshi et al., 2008). Provavelmente, por este motivo, embora a PZT, FM e a rugosidade média dos grupos jateados com SiO_2 30 $\mu\text{m}/2,5$ ou 3,5 bar tenham sido muito semelhantes aos dos grupos jateados com Al_2O_3 50 $\mu\text{m}/2,5$ ou 3,5 bar (Figura 35 e Tabelas 9 e 10), a CM não diminuiu a resistência mecânica da cerâmica após o uso do óxido de silício, isto é, os danos causados por este tipo de jateamento à superfície da cerâmica foram inferiores aos causados pelo Al_2O_3 .

Souza et al. (2008) também relataram um aumento significativo da resistência mecânica de uma cerâmica de Y-TZP após jateamento com SiO_2 30 μm (1.266,3 MPa) e 110 μm (1.170 MPa) em relação ao grupo jateado com Al_2O_3 (915,2 MPa). Entretanto, não foram encontrados estudos na literatura que tenham estudado a influência do jateamento com SiO_2 , antes e após fadiga, nas alterações estruturais e mecânicas de cerâmicas de Y-TZP para comparação dos resultados.

Apesar do jateamento melhorar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP, como no caso das partículas de SiO_2 30 μm , o jateamento da região inferior do conector de PFFs, independente do tipo de partícula, aumenta a rugosidade superficial da cerâmica, o que certamente causará um aumento do acúmulo do biofilme nessa região, favorecendo o desenvolvimento de problemas periodontais. Assim, estudos adicionais devem ser conduzidos no intuito de desenvolver um protocolo para o polimento mecânico ou químico desta cerâmica após o

jateamento, sem, contudo, eliminar a camada residual de estresse compressivo.

Observou-se ainda no presente estudo que apesar do jateamento com Al_2O_3 110 μm / 3,5 bar ter gerado uma FM (24%) elevada e maior PZT (1,43 μm), o valor de rugosidade média foi o maior entre os grupos (0,84 μm), certamente devido aos danos causados pelo jateamento (Kosmac et al., 2000), fato que explica a maior discrepância entre os valores de resistência à flexão antes e após a CM. Entretanto, Kosmac et al. (2000) relataram em seus estudos que o embora a confiabilidade da cerâmica sem jateamento tenha sido um pouco maior que a cerâmica jateada, o aumento da resistência mecânica das cerâmicas de Y-TZP pelo jateamento compensa os valores inferiores de confiabilidade.

O presente estudo também pesquisou o efeito da temperatura na modificação de fase do óxido de zircônio (*mo*→*te*), simulando uma situação clínica onde seja necessário submeter novamente uma IE cerâmica (Y-TZP) de uma coroa ou de PPF, previamente jateada, a uma nova queima da cerâmica de cobertura.

Observou-se que em todas as amostras jateadas a zircônia sofreu uma modificação reversa de fase (*mo*→*te*) (Tabela 9). Resultados semelhantes foram encontrados por Guazzato et al. (2005), que avaliando o efeito do jateamento e do tratamento térmico (ciclo da cerâmica de cobertura Vita D/Vita) observaram, por meio de difração de Raios-X, que as amostras jateadas apresentaram valores elevados de fase monoclinica em sua composição e que após serem submetidas ao tratamento térmico, a fase monoclinica não foi mais encontrada, com exceção do grupo A2 (0,3 %), que apresentou uma quantidade irrelevante de FM. Ainda segundo esses autores, a resistência mecânica da cerâmica cai de maneira significativa quando a cerâmica de Y-TZP é submetida ao tratamento térmico após ser jateada. Esse efeito negativo da temperatura na resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP após jateamento também foi relatada por Sato et al. (2008). Adicionalmente, Papanagiotou et al.

(2006), pesquisando o efeito da temperatura na estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP, relataram que temperaturas elevadas por tempo prolongado (água: 250^oC; 7 dias) promovem a modificação de fase da zircônia (*te*→*mo*), variando de 4,83 % a 6,76 %. Sendo assim, embora não tenha sido objetivo do presente estudo, alguns autores (Guazzato et al., 2005; Denry e Holloway, 2006; Sato et al., 2008) recomendam o uso do jateamento para aumentar a resistência de cerâmicas de Y-TZP, desde que em seguida não sejam submetidas ao tratamento térmico.

Estudos adicionais *in vitro* utilizando um período maior de fadiga mecânica bem como o cálculo do tempo de vida e da confiabilidade (análise de Weibull), devem ser conduzidos para que seja estabelecida uma melhor relação entre protocolos de jateamento utilizados no presente estudo com a clínica.

7 CONCLUSÃO

Baseado nos resultados obtidos pôde-se concluir que:

- a) todos os protocolos de jateamento utilizados promoveram um aumento significativo da resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP em relação ao grupo controle (-), independente da CM;
- b) o tipo de partícula e a pressão utilizadas durante o jateamento, bem como a CM, não influenciaram os valores de resistência entre os grupos experimentais;
- c) o jateamento com Al_2O_3 e SiO_2 e a CM promovem a transformação de fase da zircônia ($te \rightarrow mo$), independente da pressão e do tamanho da partícula, sendo a profundidade de transformação da zircônia maior para as partículas de 110 μm jateadas a uma pressão de 3,5 bar;
- d) o tratamento térmico das amostras jateadas gerou a modificação reversa de fase da zircônia ($mo \rightarrow te$) em todos os grupos;
- e) o jateamento com SiO_2 30 μm /2,5 bar e SiO_2 30 μm /3,5, parecem ser os tratamentos de superfície mais indicados para aumentar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP, já que não foi observada diminuição da resistência após a fadiga mecânica nas amostras desses grupos.

8 REFERÊNCIASⁱ

Aboushelib NM, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dent Mater.* 2007;23(8):952-9.

Akgungor G, Sem D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent.* 2008;99:388-99.

Amaral R, Valandro LF, Balducci I, Özcan M, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Applied Biomaterials.* 2008;85(1):1-9.

Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlay, crowns and bridges: chemical stability and effect of low temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater.* 2002;18(8):590-5.

Att W, Grigoriadou M, Strub JR. ZrO₂ three-unit fixed partial dentures: comparison of failure load before and after exposure to a mastication simulator. *J Oral Rehabil.* 2007;34:282-90.

Ban S, Sato H, Suehiro Y, Nakanishi H, Nawa M. Biaxial flexure strength and I_{td} of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and Y-TZP. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2008;87B:492-8.

Bindl A, Luthy H, Mormann WH. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil.* 2006 33; 520-8.

ⁱ Baseado em:

Internacional Comité of Medical Journal Editors. Bibliographic Services Division. Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals: simple referents [homepage na Internet]. Bethesda: US Nacional Library; c2003 [disponibilidade em 2006 fev; citado em 20 mar.]. Disponível em: <http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniformrequirements.html>

Bonakdarchian M, Askari N, Askari M. Effect of face form on maximal molar bite force with natural dentition. *Arch Oral Biol.* 2009;54:201-4.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005;18:60-5.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006;27:535-43.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006a;34:317-25.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006b; 34: 195-206.

De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials.* 2002;23:937-45.

Della Bona A, Anusavice KJ, DeHof PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003;19:662-9.

Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res.* 2007;21(1):10-15.

DeLong R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res.* 1983;2(1):32-6.

Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2006;76B:440-8.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.

Ferrario VF, Sforza C, Zanotti G, Tartaglia GM. Maximal bite forces in healthy young adults as predicted by surface electromyography. *J Dent.* 2004;32:451-7.

Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J.* 2008; 27(3): 44-54.

Giordano RA, Pelleiter L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent* 1995;73:411-8.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials.* 2004a;25:5045-52.

Guazzato M, Proos K, Sara G, Swain MV. Strength, reliability, and mode of fracture of bilayered porcelain/core ceramics. *Int J Prosthodont.* 2004b;17:142-9.

Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33: 9-18.

Heymann HD, Bayne SC, Sturdevant JR, Wilder Jr AD, Roberson TM. The clinical performance of CAD/CAM-generated ceramics inlays. A four year study. *J Am Dent Assoc.* 1996;127:1171-81.

International organization for standardization. Dental ceramic: amendment 1, ISO 6872. Geneva: ISO 1998.

Itinoche MK, Ozcan M, Bottino MA, Oyafuso D. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. *Dent Mater.* 2006;22:1029-34.

Julien KC, Buschang PH, Throckmorton GS, Dechow PC. Normal masticatory performance in young adults and children. *Archs Oral Biol.* 1996;41(1):69-75.

Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater.* 1995;11:103-110.

Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent.* 1999;81:652-61.

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008;24(3):289-98.

Kiliçarslan MA, Kedici PS, Kuçukesmen HC, Uludag BC. In vitro fracture resistance of posterior metal-ceramic and all-ceramic inlay-retained resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent.* 2004;92:365-70.

Kittipibul P, Godfrey K. In vitro shearing force testing of the Australian zirconia-based ceramic Begg bracket. *Am J Orthoo Dentofac Orthop.* 1995;108:308-15.

Kosmac T, Wagner R, Claussen N. Determination of transformation depths in ceramics containing tetragonal ZrO₂. *J Am Ceram Soc* 1981;64:C72-C73.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999;15:426-433.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP. *Dent Ceram. J Biomed Mater Res (Appl Biomater).* 2000;53:304-13.

Kou W, Kou S, Liu H, Sjogren. Numerical modeling of the fracture process in a three-unit all-ceramic fixed partial denture. *Dent Mater.* 2007;23:1042-1049.

Larsson C, Holm L, Lovgren N, Kokubo Y, Vult Von S. Fracture strength of four-unit Y-TZP FPD cores designed with varying connector diameter. An in-vitro study. *J Oral Rehabil.* 2007;34:702-9.

Lawn BR, Beng YD, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *J Prosthetic Dent.* 2001;86:495-510.

Mecholsky JJ Jr. Fracture mechanics principles. *Dent Mater.* 1995;11:111-2.

Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res.* 1986;65(7):993-7.

Morris HF. Veterans administration cooperative studies Project N 147. Part IV: biocompatibility of base metal alloys. *J Prosthet Dent.* 1987;58(1):1-4.

Okutan M, Heydecke G, Butz F, Strub Jr. Fracture load and marginal fit of shrinkage-free ZrSiO₄ all-ceramic crowns after chewing simulation. *J Oral Rehabil.* 2006;33:827-32.

Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2006;96:154-64.

Piconi C, Maccauro G. Review: zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999;20:1-25.

Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava™ Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007;23:1018-1029.

Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2009;88B:366-77.

Qualtrough AJE, Piddock V. Dental ceramics: what's new? *Dent Up.* 2002;29:25-33.

Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, Mercante DE. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: A prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent.* 2006;96:237-44.

Regalo SCH, Santos CM, Vitti M, Regalo CA, Vasconcelos PB, Mestriner Jr. W, Semprini M, Dias FJ, Hallak JEC, Siéssere S. Evaluation of molar and incisor bite force in indigenous compared with white population in Brazil. *Arch Oral Biol.* 2008;53:282-6..

Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torricelli P. Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2002;17:793-8.

Roseblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 1997;128:297-307.

Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CHF. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007;20:383-8.

Sato T, Ohtaki S, Shimada M. Transformation of yttria partially stabilized zirconia by low temperature annealing in air. *J Mater Sci.* 1985;20:1466-70.

Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J*. 2008;27(3):408-14.

Scotti R, Kantorski KZ, Monaco C, Valandro LF, Bottino MA. Early plaque colonization on polished and glazed-zirconium ceramic surface. *Minerva Stomatol*. 2006;55:493-502.

Scotti R, Kantorski KZ, Monaco C, Valandro LF, Ciocca L, Bottino MA. SEM evaluation of in situ early bacterial colonization on a Y-TZP ceramic: a pilot study. *Int J Prosthodont*. 2007;20(4):419-22.

Sherrill CA, O'Brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. *J Dent Res*. 1974; 53:683-90.

Souza ROA, Özcan M, Melo RM, Michida SMA, Zamboni SC, Valandro LF, Bottino MA. Efeito do jateamento na resistência à flexão de uma cerâmica de ítrio-zircônia. 25^a Reunião anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica - SBPqP. # Resumo PAc 314.

Stuart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater*. 2007a;23:177-85.

Stuart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater*. 2007b;23:106-14.

Sundh A, Molin M, Sjogren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater*. 2005;21:476-82.

Sundh A, Sjogren G. A comparison of fracture strength of yttrium-oxidepartially-stabilized zirconia ceramic crowns with varying core thickness, shapes and veneer ceramics. *J Oral Rehab*. 2004;31:682-8.

Sundh A, Sjogren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater.* 2006;22:778-84.

Thompson GA. Influence of relative layer height and testing method on the failure mode and origin in a bilayered dental ceramic composite. *Dent Mater.* 2000;16:235-43.

Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO_2 system by x-ray diffraction. *J Amer Ceram Soc.* 1984;67(6): C-119-C-121.

Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LVJ, Vallittu PK, Shinya A. Effects of dental adhesive cement and surface treatment on bond strength and leakage of zirconium oxide ceramics. *Dent Mater J.* 2008;27(2):159-71.

Valandro LF, Mallmann A, Della Bona A, Bottino MA. Bonding to densely sintered alumina- and glass infiltrated aluminum / zirconium-based ceramics. *J Appl Oral Sci.* 2005;13(1):47-52.

Valandro LF, Özcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of resin cement to high- alumina and zirconia-reinforced the effect of surface conditioning *J Adhes Dent.* 2006;8(3):175-81.

Von Steyern PV, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *J Oral Rehab.* 2005;32:180-7.

Wenz HJ, Bartsch J, Wolfart S, Kern M. Osseointegration and clinical success of zirconia dental implants: a systematic review. *Int J Prosthodont.* 2008;21:27-36.

Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007;98:120-8.

Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: review of the literature. *Quintessence Int.* 1996;27(6):401- 8.

Zeng K, Oden A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 1996; 9:434-9.

Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2004;71B: 381-6.

Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Thompson VP, Rekow D. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006;19:442-8.

Souza ROA. Influence of different air-particle-abrasion protocols on the biaxial flexural strength and on the structural stability of a yttria-stabilized tetragonal-zirconia-polycrystalline ceramic. [Tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2009. 147f.

ABSTRACT

This study evaluated the effect of different air-particle-abrasion protocols on the biaxial flexural strength and on the structural stability of Y-TZP ceramic. Disc shaped (ISO 6872, Ø: 15 mm, thick: 2 mm) sintered zirconia specimens (N=216) were obtained from the manufacturer (Lava, 3M ESPE). To the flexure test 180 discs (n=10) were divided among the groups according to the factors “particle (Al₂O₃ 50 and 110µm; SiO₂ 30 and 110 µm)”, “pressure (2.5 and 3.5 bar)” and “mechanical cycling (MC)(with and without)”. The air-particle-abrasion protocols were performed with 10 mm of distance and duration of 20 s: Gr1- Control – (without air-particle-abrasion); Gr2- Al₂O₃ 50 µm/2,5 bar; Gr3- Al₂O₃ 50 µm/3,5 bar; Gr4- Al₂O₃ 110 µm/2,5 bar; Gr5- Al₂O₃ 110 µm/3,5 bar; Gr6- SiO₂ 30 µm/2,5 bar; Gr7- SiO₂ 30 µm/3,5 bar; Gr8- SiO₂ 110 µm/2,5 bar; Gr9- SiO₂ 110 µm /3,5 bar. The groups Gr10 to Gr18 are those groups before submitted to MC, respectively (100.000 cycles; 50 N, 4 Hz, water 37⁰C). After, all specimens were tested for biaxial flexural strength (ISO 6872) in a universal testing machine (EMIC). After, all specimens were tested for biaxial flexural strength (ISO 6872) in a universal testing machine (EMIC). The data were submitted to statistical tests ANOVA and Dunnett (5%). To determine the percentage and deep of possible zirconia transformations (te→mo) after the air-particle-abrasion protocols and/or MC, the X-Ray diffraction was performed on 20 samples (n=2) from the groups Gr1 to Gr9 and Gr18, before and after thermal treatment (VM9/Vita firing cycle). The results showed that all air-particle-abrasion protocols increased significantly the flexure strength of the Y-TZP ceramic compared to the negative Control (Dunnett 5%). The ANOVA showed that the particle (p=0.2746) and pressure (p=0.5084) during the air-particle-abrasion, as well as the MC (p=0.1610) didn't influence the flexure strength among the experimental groups. Moreover, the air-particle-abrasion with Al₂O₃ and SiO₂ and the MC transformed the zirconia from tetragonal to monoclinic, and that the thermal treatment transformed all monoclinic zirconia to tetragonal. It was concluded that the air-particle-abrasion with SiO₂ 30µm/2.5 bar and SiO₂ 30µm/3.5 bar seems to be the treatments more indicated to increase the flexure strength of the Y-TZP ceramic, once the strength didn't decrease after MC.

KEYWORDS: Flexure strength; Ceramics; Dental materials.