



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

JÚLIO NOGUEIRA LUZ

**O EFEITO DO ENVELHECIMENTO POR FADIGA NA
MICROESTRUTURA DE CERÂMICAS Y-TZP SINTERIZADAS
POR ENERGIA DE MICRO-ONDAS**

2018

JÚLIO NOGUEIRA LUZ

**O EFEITO DO ENVELHECIMENTO POR FADIGA NA
MICROESTRUTURA DE CERÂMICAS Y-TZP SINTERIZADAS POR
ENERGIA DE MICRO-ONDAS**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade de Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Co-orientadora: Profa. Dra. Lilian Costa Anami

São José dos Campos

2018

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2018]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Nogueira Luz, Julio

O EFEITO DO ENVELHECIMENTO POR FADIGA NA MICROESTRUTURA DE CERÂMICAS Y-TZP SINTERIZADAS POR ENERGIA DE MICRO-ONDAS / Julio Nogueira Luz. - São José dos Campos : [s.n.], 2018.

52 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2018.

Orientador: Guilherme De Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra.

1. Cerâmicas. 2. Resistência de Materiais. 3. Micro-ondas. I. De Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, Guilherme, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Titular Marco Antonio Bottino

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Adjunto Alexandre Luiz Souto Borges

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Eduardo Antonelli

Universidade Federal de São Paulo

Instituto de Ciência e Tecnologia

São José dos Campos

Prof^a. Dr^a. Natália Cortez Gutierrez

Universidade Brasil

Itaquera/São Paulo

São José dos Campos, 25 de Maio de 2018.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho àquele que sempre foi a pessoa que me trouxe inspiração. Que estava presente mas não se fazia presente. Que estava junto mas deixava que as decisões tomadas fossem por conta própria. Que não trilhou necessariamente um caminho a ser seguido, mas proveu tudo o que era necessário para que eu escolhesse e trilhasse o que era mais próprio pra minha vida.

Obrigado **Pai**, este momento é seu.

A sua falta física neste momento é dolorida mas existe aqui a certeza da sua presença!

AGRADECIMENTOS

Tudo começou no dia 26 de fevereiro de 2007, quando cheguei em São José para fazer cursar odontologia na Faculdade de Odontologia de São José dos campos.

Porém, antes de chegar até aqui muito tinha que agradecer a todos os meus familiares, Afinal, sem eles eu não seria nada. **Minhas avós, Maria Alice de Araujo Luz e Maria Auxiliadora de Almeida Nogueira**, que cada uma, a sua maneira sempre estiveram junto de mim, sempre me deram forças, me deram mimos e tudo o que eu precisava para ser o que sou hoje. É impossível viver uma vida sem a família.

Agradeço pela minha vida aos meus pais, **Hugo de Araújo Luz e Águeda Nogueira Luz**, são as pessoas que, se preciso, dariam a vida por mim. Agradeço, também, aos meus irmãos, cunhados e sobrinhos. Cada um sabe da sua importância durante todas as fases da minha vida. Desde as broncas e brigas até os momentos de extrema alegria que vivemos. **Gustavo**, Carol, Lucca, Davi e Rafa. **Zine**, Attila, Douglas, Letícia e Joana. **João Batista**. **Talita**, **Cláudio**, **Olívia** e **Hugo**. **Hugo** e **Tamires**. E aos meus **Tios Sérgio, Paulo, Domingos Sávio, Joanita, Marlice, Marineide, Sílvia e Maria Angélica**. E primos **Leonardo Rodolfo**. Muito obrigado por tudo, sempre faltarão palavras pra descrever o que vocês são para mim,

Voltando onde tudo começou aqui em São José, agradeço inicialmente a quem me recebeu pela primeira vez nessa Faculdade, os porteiros que sempre com alegria no dão bom dia e permitem que entremos na faculdade. Em nome de todos, agradeço aos **Gilson** e ao **Sr. Edson**.

Assim que cheguei, conheci outras pessoas que substituiriam os meus irmãos: **Kiko**, **Bam**, **Psy**, **Gui** e **Churrasco**, o convívio com vocês durante esses anos dividindo

uma nova casa, cada um a sua maneira sempre me ajudou a crescer. Foram diversos momentos bons durante o curso de odontologia.

Ainda no primeiro dia encontrei aqueles que seriam os novos companheiros, a 9ª turma do curso noturno da FOSJC. Pitchu, Paschoal, Emanuel, Felipe, Gabi, Carol, Samara, Rafa e Axel são alguns dessa turma que estarão sempre comigo: os aprendizados divididos, as horas de estudo em grupo, os inúmeros momentos de descontração que tivemos juntos. Obrigado por aqueles 6 anos juntos.

Ainda durante a faculdade muita gente pode entrar na minha vida que não posso deixar de agradecer. No segundo ano a monitora de materiais dentários, colega de pós-graduação e hoje colega de profissão na Universidade Brasil, **Natália Gutierrez**, sabe o quanto sou grato a você por tudo que passamos, mas mais uma vez, obrigado. E também aos meus outros amigos que fiz durante o curso: João Pedro, Marcelo, Rafael, Mateus, André, Bigu, Júlio, Guilherme e tantos outros... Muito obrigado.

Quando entrei na pós-graduação tive a oportunidade de encontrar muita gente boa tanto profissional quando pessoalmente, seria um erro querer citar todos já que muita gente passou por aqui. Mas agradeço a todos os que passaram, em especial a **Gabi** que é uma grande amiga desde a época da graduação, a Larrisa Alves, Pedro Corazza, Cersar Bergoli, Vinícius Anéas, Hilton Riquieri, Eliseo Chun, Fernanda Campos, Jessica, Tábata, entre tantos... Agradeço o aprendizado trocado, os ensinamentos recebidos e todos os momentos partilhados. Entre esses, agradeço em especial a pessoa que se tornou a mais próxima de mim, que me ajuda diariamente, me escuta, que me dá conselhos, me dá broncas e principalmente me dá alegrias, minha parceira, **Nathália de Carvalho Ramos**, sem ela, nada disso seria possível; e também ao seu namorado e meu grande amigo **João Vitor Ribeiro** que já há muitos anos é um grande amigo sempre disposto a fazer o que for pra ajudar. Agradeço também a minha namorada, **Ana Beatriz Gomes de Carvalho** que chegou

e ocupou um espaço extremamente importante, sempre me dando apoio nas horas que mais preciso.

Desde o dia que entrei na pós-graduação tive a oportunidade de conhecer grandes professores que inspiram e ensinam, em nome deles, agradeço especialmente ao **Prof. Marco Antonio Bottino**, pelo apoio dado no dia 6 de março de 2013, momento em que passava por uma das piores fases da vida e o sr. talvez mesmo sem saber do que acontecia me apoiou e me auxiliou no meu caminho. Muito Obrigado.

Ao Prof. **Guilherme Saavedra**, os meus agradecimentos são devido a tudo o que pôde me proporcionar. Ao grande conhecimento odontológico passado. Como já disse em algumas oportunidades,, toda a odontologia que pratico hoje é baseada no que aprendi com você nas clínicas de prótese total, integrada, implante, TPR e CAD/CAM, no seu consultório ou em conversas sobre como exercer uma odontologia de qualidade. Isso foi e continuará sendo fundamental em minha vida. E agradeço também pela amizade, momentos de conselhos pessoais, de distração e tudo o que foi vivido nesses 5 anos e meio entre mestrado e doutorado. Também devo agradecer a minha co-orientadora **Lilian Anami**, que além de amiga, é uma profissional de extrema competência que esteve disposta a me ajudar durante este trabalho.

Não poderia deixar de agradecer a todos os funcionários desta faculdade: funcionários técnicos, funcionários da limpeza e todos os outros que sempre deixaram tudo pronto para que os alunos pudessem realizar seus trabalhos. Em especial ao grande amigo **Marcos Vestali** que era um exemplo a todos que conviviam com ele.

Ainda cursando a pós-graduação, tive a oportunidade de entrar para a equipe da Universidade Brasil, e lá pude conhecer grandes pessoas que me ensinam e ajudam. Professoras Daniela, Marília, Aline e Tânia. Professores Antônio Neto, Lucas Martins e Kubo. Grandes pessoas que me auxiliam na formação de professor e

ajudam em diversos momentos que tenho que me ausentar para realizar outras atividades. Muito obrigado pelo carinho e companheirismo que vocês tem comigo. Agradeço ainda aos diversos alunos das disciplinas de prótese total, prótese fixa e clínica odontológica reabilitadora que tem paciência para me escutar e aprender um pouco mais de odontologia. Vocês fazem parte do meu crescimento pessoal e profissional.

Chegando ao fim, agradeço aos demais membros da banca de doutorado composta pelos professores **Alexandre Borges**, que sempre esteve pronto a ajudar em qualquer momento do curso, ao professor **Eduardo Antonelli**, que abriu a sua instituição, Universidade Federal de São Paulo, para que parte da minha tese fosse realizada e contribuiu cientificamente durante a qualificação e agora na defesa.

Foram 11 anos e 3 meses de aluno, desde uma segunda-feira, 26/02/2007 até esta sexta-feira 25/05/2018, onde entrou, na sempre Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, uma pessoa e hoje, no Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos campos, sai outra muito melhor, e com as ferramentas necessárias para poder contribuir com a sociedade aplicando a odontologia ou passando tudo o que foi ensinado aqui dentro para frente. Muito obrigado a esta instituição por me permitir estas realizações.

Agradeço a **Deus** pelo dom da vida e por poder ter tanta coisa boa na minha caminhada.

“Somo parte de um cotidiano que acaba por força natural, mas jamais por força do sentimento”

hal

SUMÁRIO

RESUMO.....	10
ABSTRACT.....	11
1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	16
2.1 Cerâmicas Odontológicas	16
2.1.1 Cerâmicas Y-TZP	17
2.2 O processo de sinterização	18
2.3 Energia de micro-ondas e sua utilização em processos de aquecimento ..	18
2.3 A fadiga em cerâmicas.....	20
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	22
4.1 Material.....	22
4.2 Método.....	22
4.2.1 Preparo dos espécimes	22
4.2.2 Caracterização das amostras.....	24
4.2.2.1 Densidade.....	24
4.2.2.2 Translucidez.....	25
4.2.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	26
4.2.2.4 Difração de Raio-x.....	26
4.2.3 Comportamento mecânico das amostras.....	27
4.2.3.1 Teste monotônico.....	27
4.2.3.2 Teste de fadiga.....	28
5 RESULTADOS.....	33
5.1 Caracterização das amostras	33
5.1.1 Densidade	33
5.1.2 Translucidez.....	34
5.1.3 Análise do tamanho de grãos.....	35
5.1.4 Análise de Difração de Raios-X.....	41
5.2 Fadiga.....	43
6 DISCUSSÃO	45
7 CONCLUSÃO	48
REFERÊNCIAS.....	49

Luz, JN. O efeito do envelhecimento por fadiga na microestrutura de cerâmicas y-tzp sinterizadas por energia de micro-ondas [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da fadiga na microestrutura de uma cerâmica odontológica (Y-TZP) sinterizada pelo método convencional ou por energia de micro-ondas. A hipótese nula foi que a fadiga não irá gerar alterações na microestrutura deste material. Para isto, foram confeccionados, por meio de um sistema CAD/CAM, 84 discos de zircônia (VIPI block zircon) com características finais de 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura conforme a norma ISO 6872. Os espécimes foram separados em dois grupos: Grupo I – Sinterização convencional: ciclo estabelecido pelo fabricante (2 horas a 1530 °C) e Grupo II – sinterização por energia de micro-ondas (15 min a 1450 °C). Dez amostras por grupo foram submetidas ao teste monotônico (1000 KgF – 1mm/min) para a determinação da carga para fratura, utilizada como parâmetro para os testes de fadiga (método step-stress e fadiga dinâmica). O teste de fadiga step-stress foi realizado utilizando 4 perfis de carga, ultra-suave, suave, moderado e agressivo, até que ocorresse a fratura. A fadiga dinâmica foi realizada com o ensaio dos discos até fratura sob cinco taxas de tensão (1, 0,1, 0,01, 0,001 e 0,0001 MPa/s), e a partir disso foram calculados o coeficiente de crescimento de trincas e módulo de Weibull (confiabilidade) para cada grupo. Foram realizadas análises complementares de densidade, translucidez, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difratometria de Raios-X (DRX) de ambos os grupos para a caracterização dos materiais. Os resultados da fadiga step-stress não mostraram diferenças no comportamento dos espécimes de cada grupo. Na fadiga dinâmica, os métodos de fadiga também não mostraram diferenças no comportamento e tiveram coeficientes de crescimento de trinca similares. O módulo de Weibull mostrou maiores valores de confiabilidade para o grupo micro-ondas ($m = 7,9$) do que para o grupo de sinterização convencional ($m = 6,7$). Os valores de densidade também foram semelhantes para os grupos estudados, já a translucidez foi menor para o grupo micro-ondas. As imagens de MEV mostraram microestruturas similares entre grupos, apenas uma diferença no tamanho dos grãos foi observada, 0,53 μm para os grãos de micro-ondas e 0,89 μm para os grãos dos espécimes sinterizados convencionalmente. Conclui-se que o processo de sinterização por micro-ondas pode ser aplicado como alternativa de sinterização de zirconia ao dia-a-dia laboratorial.

Palavras-chave: Cerâmicas. Resistência de Materiais. Micro-ondas.

Luz, JN. *The effect of fatigue aging on the microstructure of y-tzp ceramics sintered by microwave energy [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.*

ABSTRACT

The objective of this work was to evaluate the microstructure and fatigue behavior of a dental ceramic (Y-TZP) sintered by conventional method or by microwave energy. The null hypothesis was that the fatigue will not effect the microstructure of this material. 84 zirconia discs (VIPI block zircon) with final characteristics of 12 mm in diameter and 1.2 mm in thickness according to ISO 6872 were made using a CAD/CAM system. The specimens were divided in two groups: Group I - Conventional sintering: cycle established by the manufacturer (2 hours at 1530 °C) and Group II - sintering by microwave energy (15 min at 1450 °C). Ten samples per group were submitted to monotonic test (1000 KgF - 1mm/min) to determine the load to fracture, used as a parameter for fatigue tests (step-stress and dynamic fatigue). The step-stress fatigue test was performed using 4 load profiles, ultramild, mild, moderate and aggressive, until the fracture. The dynamic fatigue was performed by testing the disks to fracture under five constant stress rates (1, 0.1, 0.01, 0.001 and 0.0001 MPa/s), and from this the crack growth coefficient and Weibull module (reliability) were measured for each group. Additional analyzes of density, translucency, scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffractometry (XRD) for both groups were carried out to characterize the materials. The results of step-stress fatigue test did not show differences in the specimens behavior of each group. Dynamic fatigue also showed no differences in behavior and had similar crack growth coefficients. The Weibull modulus showed higher reliability values for the microwave group ($m = 7.9$) than for the conventional sintering group ($m = 6.7$). The density values were also similar for the studied groups, since the translucency was lower for the microwave group. SEM images showed similar microstructures between groups, only a difference in grain size was observed, $0.53 \mu\text{m}$ for microwave grains and $0.89 \mu\text{m}$ for the conventionally-sintered grains. It is concluded that the microwave sintering process can be applied as an alternative to zirconia sintering to daily laboratory work.

Keywords: *Material resistance. Ceramics. Microwaves.*

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais que possuem grande relevância tanto para os cirurgiões dentistas quanto para os pesquisadores em odontologia. Sobre tudo, essa relevância se mostra extremamente alta para os pacientes. Para estes, são pesquisados e desenvolvidos novos métodos, composições características que tornam esses materiais ainda mais utilizados (Della Bona, Kelly, 2008).

Esses materiais possuem características que os diferenciam dos outros, devido a isto sua utilização só tem aumentado nos últimos anos, substituindo assim a utilização de metais e resinas para a restauração odontológica. Alta aplicabilidade, grande alcance estético, confiabilidade e estabilidade de cor são algumas dessas características que fazem com que as cerâmicas tenham sua aplicação no dia-a-dia clínico cada vez maior na odontologia mundial (Saavedra et al., 2009; Oh et al., 2013).

As cerâmicas odontológicas são classificadas quanto à sua composição em quatro grandes grupos: as porcelanas, as vitro-cerâmicas, os compósitos infiltrados por vidro e as cerâmicas policristalinas. Dentre estes grupos, cada um possui suas características, e as mais relevantes são estética e resistência. Quanto menos resistente mais estética, sendo o inverso verdadeiro. Assim, as porcelanas são cerâmicas altamente estéticas, porém com pouca resistência. Já as policristalinas, altamente resistentes, mas pouco estéticas (Borba et al., 2011).

Entretanto, mesmo sendo pouco estéticas, as cerâmicas policristalinas tem grande utilização, já que devido a sua alta resistência, substituem a utilização do metal para infraestrutura de coroas totais, pilares de implantes e até barras de prótese do tipo protocolo. Dentro deste grupo, as cerâmicas mais conhecidas são as zircônias (ZrO_2) ou Y-TZP (Ytria Tetragonal Zirconia Polycrystal). Este é um material polimórfico, que possui 3 fases cristalinas distintas, descritas pelas redes de Bravais, e que são estáveis de acordo com a temperatura ou com a presença de estabilizadores, como o óxido de ítrio. Essas fases são a monoclinica (até 1770 °C), tetragonal (1770 a 2370 °C) e a cúbica (acima de 2370 °C). Estáveis por meio de adição do óxido de ítrio, no caso da cerâmica utilizada na odontologia, a zircônia

possui grande aplicabilidade devido as suas características favoráveis como grande durabilidade, boa adaptação aos preparos odontológicos e conexões implantodônticas, alta resistência à flexão e alcance estético, estas cerâmicas tem sido cada vez mais utilizadas como alternativa para a reabilitação de pacientes (Denry, Kelly, 2008; Bottino et al., 2009 e Griffin et al., 2013).

A zircônia apresenta-se ao mercado em um estado pré-sinterizado, devido a sua grande resistência após a etapa de sinterização. Sinterização é um aquecimento em altas temperaturas (abaixo do ponto de fusão) que faz com que o estado pré-sinterizado (compactação do pó), se transforme no estado sinterizado, no qual os aglutinantes são eliminados, há uma maior aproximação dos grãos deste material (aumento da densidade) e com isso a grande resistência é alcançada tornando-se assim um sólido coerente. Além disto, esta etapa é de grande importância pois é fundamental em outras propriedades elétricas e ópticas das cerâmicas (Flório, 1998). É este processo, a sinterização, que faz com que a cerâmica Y-TZP adquira quase todas suas características e propriedades finais, como sua resistência (Denry, Kelly, 2008).

Este processo pode ocorrer de duas maneiras distintas: a sinterização convencional, onde após a confecção do espécime, este é levado a um forno de aquecimento centrípeto (de fora para dentro) e este material se aquece até que a temperatura específica seja alcançada e o processo ocorra, e a sinterização por meio de energia de micro-ondas, onde o material é submetido a um aquecimento volumétrico (por igual) (Almazdi et al., 2012).

Micro-ondas são ondas eletromagnéticas que obedecem às leis ópticas e podem ser transmitidas, absorvidas ou refletidas conforme o material que mantém contato (Marinis et al., 2013). As cerâmicas são materiais que, normalmente, são transparentes as ondas eletromagnéticas, mas, após atingir uma temperatura crítica (temperatura específica de cada material) tem uma grande absorção da radiação recebida chegando a uma temperatura ideal de forma mais rápida, fazendo com que o processo seja mais vantajoso e produzindo um material com maior densidade relativa e uma microestrutura mais compacta (Menezes et al., 2007c) o que pode ser chamado de sinterização híbrida (Menezes et al., 2007a). Além disto, o processo de sinterização por micro-ondas é vantajoso visto a economia energética deste e uma absorção de temperatura mais uniforme, o que faz com que suas aplicações

industriais sejam indicadas (Menezes et al., 2007b; Marinis et al., 2013).

Quando sinterizadas por energia de micro-ondas, as cerâmicas Y-TZP apresentam vantagens sobre o método convencional, como por exemplo a inexistência de fase monoclinica. Isto é importante, visto que o mecanismo de tenacificação das zircônias depende desta transformação de fase (tetragonal transformando em monoclinica) no qual há um aumento de volume o que faz que as trincas geradas no processo de fadiga deste material não consigam se deslocar pelo interior da zircônia aumentando sua vida a longo prazo. Além disto, esse processo ainda gera vantagens ópticas como uma maior transmissão de luz (Ebeid et. al. 2014) e ainda podem apresentar uma estrutura de grãos mais densa (Upadhyaya et al., 2001).

Assim, após o estabelecimento de um protocolo de sinterização (Luz et al., 2015; Barchetta et al., 2015) com patamar de sinterização na temperatura de 1.450 °C por 15 minutos (Almeida et al., 2015) em energia de micro-ondas, a avaliação do comportamento sobre fadiga de cerâmicas Y-TZP sinterizadas em micro-ondas é extremamente necessário, fazendo assim com que este possa ser usado em laboratórios de prótese dentária e outros laboratórios que utilizam a sinterização da zircônia para confecção de peças de médio e grande porte.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmicas Odontológicas

A utilização dos sistemas cerâmicos livres de metal possui grande efetividade clínico-laboratorial na odontologia mundial. Diversos estudos têm sido realizados comparando materiais, composição, métodos e técnicas de cimentação entre outros afim de testar e propor novas maneiras de manipular os materiais cerâmicos fazendo com que seja possível ter uma maior sobrevida e confiabilidade destes (Griffin, 2013).

Assim, materiais cerâmicos estéticos livres de metal possuem tanto utilização em regiões posteriores quanto anteriores, e quando bem indicados, empregando bem as técnicas fornecidas pelos fabricantes, bem como materiais que fazem parte do processo (cimentos e silanos, por exemplo) da forma correta, faz com que os sistemas cerâmicos tenham uma alta taxa de sobrevivência (até 98% em 6 anos) conforme foi descrito por Della Bona e Kelly em 2008. Além disto, novas técnicas como, por exemplo, a neutralização do ácido fluorídrico são desenvolvidas para que a menor quantidade de interferência nos processos de união cerâmica/dente ocorram fazendo com que a taxa de sobrevivência seja cada vez maior dos materiais cerâmicos em boca (simulando fadiga in vitro) (Saavedra et al. 2009).

Uma outra necessidade é também a comparação dos sistemas cerâmicos, pois cada um possui uma indicação correta para a utilização. Assim, sistemas cerâmicos infiltrados por vidro tem uma resistência mais alta do que as cerâmicas feldspáticas, fazendo com que a aplicação destes materiais em bocas também possua sua especificidade, onde cerâmicas menos resistentes porém mais estéticas sejam utilizadas em regiões de mais carga, e cerâmicas mais resistentes do que estéticas sejam utilizadas em regiões onde a carga mastigatória é maior (Bottino et al., 2009).

2.1.1 Cerâmicas Y-TZP

Os sistemas cerâmicos têm tido grande utilização em odontologia. Especificamente as zircônias, devido às suas características de resistência e propriedade de tenacificação, tem substituído materiais restauradores à base de metal, pois estes não possuem estética adequada, já que é possível observar regiões escurecidas nos terminos das restaurações. Em busca de melhores resultados estéticos, Oh et al. em 2013 tentaram pigmentar a zircônia para melhorar sua opacidade tornando-a mais estética. Kelly e Denry, por sua vez, em 2008 estudaram as apresentações deste material para o uso odontológico observando a apresentação, os processos relativos a utilização como por exemplo a sinterização e os sistemas utilizados para o processamento destes materiais. Porém, viram que ainda não há uma padronização sobre as Y-TZP, não gerando uma conclusão significativa.

Um fator importante neste material é a transformação de fase. Como dito anteriormente, a zircônia possui quatro alótropos, entre eles a fase tetragonal e monoclinica. Estas podem ser alteradas durante o processamento e a fadiga, o que faz com que esse material se torne tenaz. Então, estudos como o de Kawai et al., em 2011 tem o objetivo da verificação de transformação de fase de tetragonal para monoclinica, o que faz com que haja uma alteração no volume do material, alterando algumas de suas características. Características estas muito importantes para a confiabilidade que este material possui, sendo que algumas, além da transformação de fase, como a rugosidade superficial podem ser alteradas por intervenções realizadas pelo próprio dentista como a abrasão com brocas durante um ajuste oclusal, tratamento térmico posterior a ajustes para que haja o relaxamento de tensões e a vitrificação para instalação em boca (Zucunia et al., 2017; Sawada et al., 2017). Isto é possível de ser observado por meio de difratometria de raios-X e é extremamente importante para as características finais deste material. Ainda em relação ao tamanho do grão de zircônia, o tamanho deste pode alterar de forma significativa as propriedades mecânicas e ópticas. E a temperatura o tempo e o método de sinterização faz com que haja alteração nesta característica do material. Para isso Nakamura em 2012 testou diferentes temperaturas de sinterização e

observou que o aumento da temperatura faz com que o tamanho do grão encontrado seja maior no interior do material.

2.2 O processo de sinterização

O processo de sinterização é uma das etapas mais importantes no processamento da zircônia. Neste momento, o material adquire diversas características que se tornam características finais como descrito por Flório em 1998.

A sinterização da zircônia afeta diretamente o material. Jiang et al., em 2011 viu a influência deste processo na translucência e no tamanho final do grão. Além de realizar teste de flexão biaxial em discos deste material para a verificação de sua resistência final, o que pode mudar de acordo com a porosidade, densificação entre outras características que a sinterização afeta.

Mas a sinterização pode ser alterada de diversas formas: tempo de sinterização, tempo de aquecimento, tempo de resfriamento além da temperatura e do forno utilizado para sinterização. A temperatura é algo de grande importância, já que é com ela que o material elimina os aglutinantes do pó tornando-se uma matéria densa e com grande resistência. Stawarczyk et al., em 2013 testou temperaturas entre 1300 e 1700 °C e concluiu que temperaturas entre 1400 e 1450 °C possuem os melhores resultados de flexão biaxial para cerâmicas Y-TZP levando em consideração não só o resultado obtido no teste de flexão biaxial mas também o contraste da cerâmica e o tamanho dos grãos em cada ciclo realizado.

2.3 Energia de micro-ondas e sua utilização em processos de aquecimento

Dois processos de sinterização são descritos neste estudo: o processo convencional e o processo por meio de energia de micro-ondas. Estudos como o de Almazdi et al., em 2012 comparou os dois processos e pode observar que o

processo de sinterização em micro-ondas pode ser realizado em menor tempo, ser equivalente quanto as propriedades mecânicas por meio de flexão em três pontos e ainda assim possuir uma porosidade menor que a sinterizada em forno convencional. Kim et al., em 2013 realizou um trabalho semelhante, e encontrou resultados positivos em micro-ondas para algumas características como densidade porém resultados inferiores para translucência e tamanho de grãos para duas marcas distintas de zircônia (Lava e Kavo).

Quando falamos de energia de micro-ondas, devemos pensar na forma de aquecimento das cerâmicas, que diferentemente dos fornos convencionais, ocorre no interior dos fornos de micro-ondas. Foi descrito por Menezes e colaboradores em 2007 que as cerâmicas, apesar de transparentes às micro-ondas, ao atingirem uma temperatura crítica (temperatura que faz com que não haja transmissão de energia e sim absorção) começam o seu aquecimento. Fazendo com que o tempo de aquecimento seja menor e não haja um aumento no volume dos grãos. Isto ocorre devido a um susceptor que faz aquecimento indireto em baixa temperatura, permitindo processar esses materiais transparentes às micro-ondas, gerando também uma uniformidade térmica não havendo diferença na microestrutura ao longo do corpo sinterizado (Menezes et al., 2007a).

Completando, Menezes et al., publicou a continuação deste em 2007 e Marinis et al., em 2013 mostrando características vantajosas neste processo como menor gasto energético, propriedades mecânicas semelhantes e por ser um processo onde o aquecimento é volumétrico, ou seja, por igual em todo o material, sendo que o aquecimento realizado em fornos convencionais é centrípeto, de fora pra dentro, o que faz que seja mais lento e o material possua diferentes temperaturas no mesmo estágio do ciclo.

Outras propriedades como a óptica também são estudadas comparando os diferentes métodos de sinterização de zircônias (Convencional e por meio de energia de micro-ondas). Kim e colaboradores em 2017 verificaram esta propriedade, já que segundo Ebeid et. Al. 2014, em um estudo semelhante, obteve resultados semelhantes mostrando que a zircônia submetida a um tempo maior de sinterização tem uma transmissão de luz menor que as zircônias sinterizadas em um protocolo mais curto.

Porém, ainda é ambíguo o processo de sinterização por micro-ondas, Upadhyaya et al., em 2001 conseguiu resultados superiores para a zircônia sinterizada em micro-ondas quanto a sua densidade e uniformidade da estrutura, mas resultados inferiores quanto às propriedades mecânicas. Já Curran et al., em 2010 obteve microestruturas bem diferentes sinterizando amostras em micro-ondas e de forma convencional, não alcançando uma temperatura ideal de sinterização.

2.4 A fadiga em cerâmicas

Após a observação das características de sinterização, foi visto que as propriedades mecânicas deste material são de grande importância, assim o teste de flexão biaxial descrito por Wagner e Chu et al., em 1996 é o que melhor descreve essas características do material já que sua distribuição de forças, por ser realizada em disco, é mais uniforme.

Em busca de respostas sobre o comportamento das cerâmicas policristalinas sob fadiga, Chun et al., em 2017 estudaram o efeito da fadiga *step-stress* e as características micro-estruturais após a simulação de ajustes comumente realizados nestes materiais. Foram realizados ajustes com pontas diamantadas e diferentes protocolos de polimento realizados no dia a dia e preconizados pelo fabricante. As amostras foram submetidas ao *step-stress* e foi possível observar que a fadiga em perfis diferentes associada aos métodos de polimento gera diferentes comportamentos nesses materiais estudados.

A importância de se verificar a fadiga destes materiais chamados de frágeis é mostrada em um outro estudo realizado por Shembish et al., 2016, onde por meio do *step-stress* foram comparados os comportamentos de coroas em CAD/CAM em resinas compostas e cerâmicas leucíticas. As resinas compostas foram menos susceptíveis as falhas do que as cerâmicas, que apresentaram *chipping* e falhas catastróficas.

Por fim, afim de verificar e demonstrar a importância de testes de fadiga no estudo de restaurações cerâmicas livres de metal, Ozcan e Jonasch fizeram em 2016 uma revisão sistemática da literatura. Este estudo foi realizado, pois foi visto que a fadiga é uma das principais causas de fraturas em restaurações cerâmicas.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste trabalho foi analisar a influência da fadiga (step-stress e fadiga dinâmica) no comportamento de uma cerâmica Y-TZP sinterizada através de dois métodos, convencional e por energia de micro-ondas.

As hipóteses testadas foram:

- a) H0 – O processo de sinterização por meio de energia de micro-ondas não altera as características microestruturais e o comportamento à fadiga de cerâmicas Y-TZP;
- b) H1 – O processo de sinterização por meio de energia de micro-ondas altera as características microestruturais e o comportamento à fadiga de cerâmicas Y-TZP.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

No presente estudo foram utilizados espécimes usinados pela empresa Vipi Wieland (Pirassununga, Brasil) a partir de discos de 3Y-TZP (Vipi Block Zirconn, Vipi Wieland, Pirassununga, Brasil) (Figura 1).

Figura 1 – Discos de zircônia Vipi Block Zirconn



Fonte: Elaborado pelo autor

4.2 Método

4.2.1 Preparo dos espécimes

Aproximadamente 90 discos de zircônia tetragonal estabilizada por óxido de ítrio foram polidos manualmente com lixa d'água 1200 sob refrigeração constante.

As amostras foram obtidas por meio de fresagem com sistema CAD/CAM com dimensões de 20,38% maiores em volume devido à contração de sinterização.

Metade dos espécimes foi sinterizada em forno convencional (Figura 2; Dekema Austromat 664 iSiC, Dekema Dental Keramiköfen, Freilassing, Alemanha) de acordo com as instruções do fabricante: aquecimento em taxa de 17 °C/min até 1530 °C, manutenção da temperatura por 2 horas, resfriamento com forno fechado até 400 °C e resfriamento até temperatura ambiente com espécimes dentro do forno aberto. Outra metade foi sinterizada em forno de micro-ondas (Figura 3; FMO-1700, INTI Furnaces, São Carlos, Brasil) como se segue: aquecimento na taxa de 30 °C/min até 1450 °C, manutenção da temperatura por 15 minutos (Almeida et al., 2015; Barchetta et al., 2015; Luz 2015), desligamento automático do forno e resfriamento dos espécimes dentro do forno fechado até a temperatura ambiente.

As dimensões após a sinterização foram conferidas com auxílio de paquímetro: 12 mm de diâmetro e 1,2 mm de altura (ISO 6872:2008)

Figura 2 – Forno Austromat 664 iSiC utilizado para sinterização convencional



Fonte: <http://www.zirodent.de/gebrauchte-dentalgeraete/index.php/en/Dekema-Austromat-664-iSiC/c-DEKEMA/a-P4168>

Figura 3 – Forno utilizado FMO-1700 Utilizado para sinterização em micro-ondas



Fonte: Elaborado pelo autor

4.2.2 Caracterização das amostras

4.2.2.1 Densidade

Foi realizada a mensuração da densidade pelo método Arquimedes (Figura 4), de 5 amostras de cada grupo experimental. Para isto, as amostras foram fervidas em água destilada à 100 °C por 1 h e deixadas por 10 min em um forno a 100 °C. Foram realizadas mensurações de massa das amostras secas, molhadas (imersas em água) e úmidas nesta sequência, em uma balança de precisão com o kit de mensuração de densidade automática. O valor de densidade teórica utilizada para a zircônia foi de 6,1 g/cm³.

Figura 4 – Balança de precisão utilizada para a mensuração da densidade das amostras



Fonte: Elaborado pelo autor

4.2.2.2 Translucidez

Para a realização da mensuração da translucidez foi realizado o polimento prévio das amostras com discos diamantados de granulação decrescente 70, 45, 15, 9, 6, 3, 1 e 0,5 μm .

Com um espectrofotômetro (SpectroShade™ Micro, MHT) foram realizadas as mensurações do grau de translucidez através dos parâmetros L (*lightness*), a (*redness*) e b (*greeness*) (modelo CIE, Commission Internationale de l'Eclairage), com anteparos preto (preto $L^* = 1,8$, $a^* = 1,3$, $b^* = -1,5$) e branco ($L^* = 95,7$, $a^* = -1,3$, $b^* = 2,6$) (Kaizer et al., 2017). Para garantir a continuidade óptica, uma gota de glicerol foi colocada entre o espécime e o anteparo (Nogueira e Della Bona, 2013). A determinação da alteração de cor (T_p , parâmetro de translucência) foi calculada de

acordo com a seguinte fórmula:

$$T_p = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

4.2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

Para a realização da microscopia eletrônica de varredura as amostras foram polidas em politriz com discos diamantados de granulação decrescente 70, 45, 15, 9, 6, 3, 1 e 0,5 μm . Após o polimento foi realizado um tratamento térmico nas amostras a 1.150 $^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos a uma taxa de aquecimento de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Um microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão de campo (MEV-FEG, Mira 3, Tescan, Brno-Kohoutovice, Czech Republic) foi utilizado com a finalidade de analisar a microestrutura das cerâmicas quanto ao tamanho, morfologia e espaçamento dos grãos. Para isto, as amostras foram fixadas em uma plataforma de alumínio com fita dupla face de carbono e foram analisadas por meio do princípio de reflexão do feixe de elétrons secundários em magnificações de até 60.000x (Assunção e Souza, 2009).

Para a análise do tamanho dos grãos, os grãos foram mensurados usando o método do intercepto linear (ASTM Standard E112 2013). Foi utilizado um fator de correção de 1,56 para grãos tetraédricos (Wurst, Nelson 1972).

4.2.2.4 Difração de raios-X

Para a determinação de possíveis transformações de fase no interior das amostras de zircônia (tetragonal para monoclinica), foi realizada difratometria de raios-X (Panalytical, modelo X'Pert Powder, PANalytical, Almelo, Holanda) (Figura 5) de duas amostras por grupo em dois momentos distintos: após a sinterização das amostras e após o teste de fadiga pelo método *step-stress*.

Os dados foram obtidos pelo equipamento e enviados para o *software* (Origin 8.0, Califórnia, EUA) que desenhou gráficos para análise dos dados.

Figura 5 – Difratorômetro utilizado para a mensuração das amostras.



Fonte: Elaborado pelo autor.

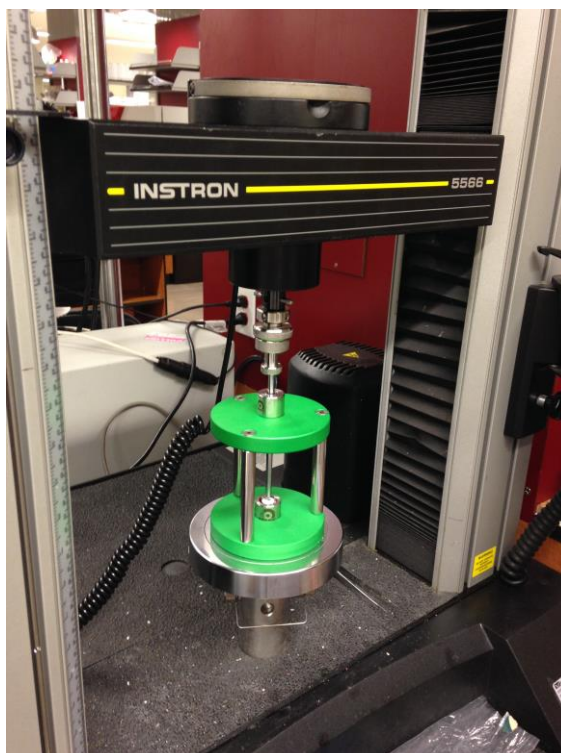
4.2.3 Comportamento mecânico das amostras

4.2.3.1 Teste monotônico

Os valores de resistência máxima foram obtidos a partir de teste monotônico. Para isto, dez espécimes de cada grupo experimental foram submetidos ao teste de flexão biaxial que foi realizado em uma máquina de ensaio universal (Instron 5566, Norwood, Massachussets, EUA), com célula carga de 10 kN e velocidade de 1 mm/min (Figura 6). As amostras foram posicionadas em um dispositivo, apoiadas sobre três esferas com centro equidistantes entre si (10 mm) de acordo com a norma ISO 6872:2008. A aplicação de carga foi realizada com pistão plano.

A resistência máxima foi calculada pela equação de Hsueh. Foram obtidas médias de resistência a flexão, em MPa, para cada grupo experimental.

Figura 6 – Teste monotônico realizado em máquina de ensaio universal Instron



Fonte: Elaborado pelo autor

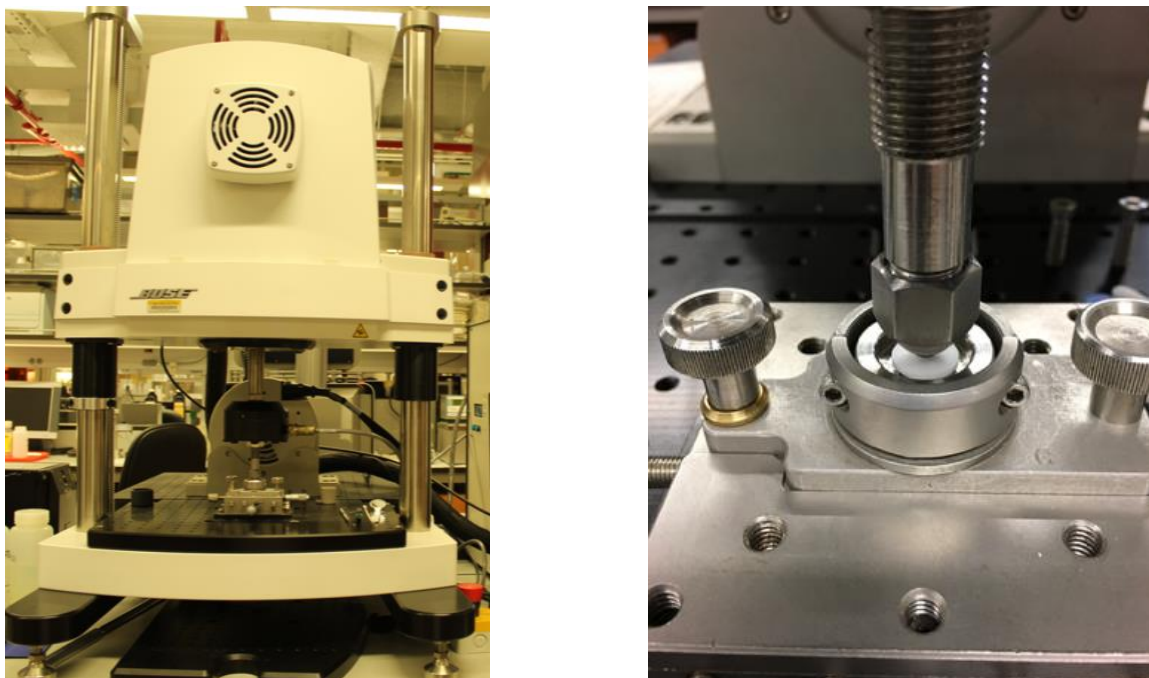
4.2.3.2 Teste de fadiga

Foram utilizados 13 espécimes de cada grupo no ensaio de fadiga pelo método *step-stress*, realizado em máquina eletrodinâmica para testes de fadiga (Elf-3300, Enduratec Division of Bose, Minnetonka, MN, EUA) com as amostras imersas em água destilada (Figura 7).

A partir das médias de resistência máxima obtidas pelos testes monotônicos, foram desenhados os perfis de fadiga para o teste. Inicialmente foram realizados ensaios em três perfis (suave, moderado e agressivo) de acordo com os incrementos de carga e o número de ciclos em cada incremento, com espécimes distribuídos na proporção 3:2:3. Um quarto perfil, ultra-suave, foi testado posteriormente ($n = 5$) na tentativa de diferenciar o comportamento de fadiga dos materiais. O perfil ultra-suave iniciou o carregamento com carga superior aos demais, uma vez que não houve fraturas nas cargas inferiores dos três primeiros

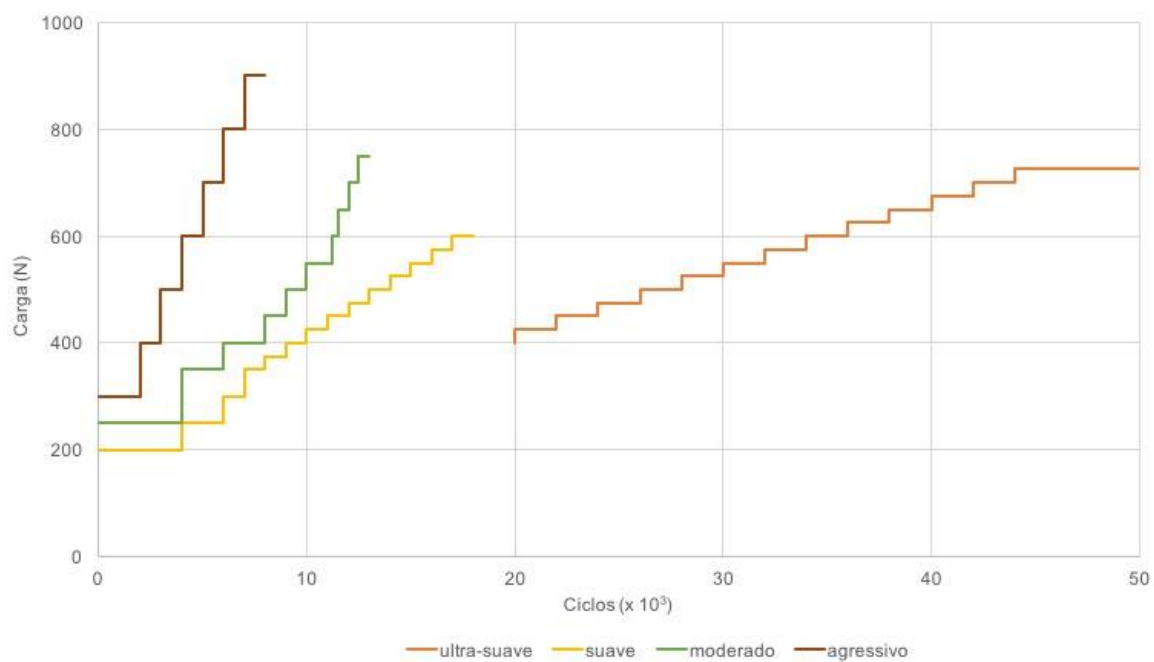
perfis (Figura 8).

Figura 7 – Equipamento utilizado para o teste de fadiga



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8 – Perfis de fadiga *step-stress*



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os perfis utilizados estão descritos nos quadros 1 e 2. A fadiga foi realizada com as amostras posicionadas em dispositivo idêntico ao teste monotônico. A superfície voltava ao lado de compressão recebeu uma fita adesiva para que os fragmentos não se separassem no momento da fratura. A ponta aplicadora permaneceu em contato com a superfície da amostra durante todo o teste de fadiga para que a amostra não se deslocasse.

Quadro1 – Perfis ultra-suave e suave da fadiga *step-stress*

Ultra-suave			Suave		
degrau	carga (N)	número de ciclos	degrau	carga (N)	número de ciclos
1	400	0 - 200k	1	200	0 – 40k
2	425	200k - 220k	2	250	40k – 60k
3	450	220k - 240k	3	300	60k – 70k
4	475	240k - 260k	4	350	70k – 80k
5	500	260k - 280k	5	375	80k – 90k
6	525	280k - 300k	6	400	90k – 100k
7	550	300k - 320k	7	425	100k – 110k
8	575	320k - 340k	8	450	110k – 120k
9	600	340k - 360k	9	475	120k – 130k
10	625	360k - 380k	10	500	130k – 140k
11	650	380k - 400k	11	525	140k – 150k
12	675	400k - 420k	12	550	150k – 160k
13	700	420k - 440k	13	575	160k – 170k
14	725	440k - 460k	14	600	170k – 180k
15	750	460k - até fratura			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Quadro 2 – Perfis moderado e agressivo da fadiga *step-stress*

Moderado			Agressivo		
degrau	carga (N)	número de ciclos	degrau	carga (N)	número de ciclos
1	250	0 – 40k	1	300	0 – 20k
2	350	40k – 60k	2	400	20k – 30k
3	400	60k – 80k	3	500	30k – 40k
4	450	80k – 90k	4	600	40k – 50k
5	500	90k – 100k	5	700	50k – 60k
6	550	100k – 110k	6	800	60k – 70k
7	600	110k – 115k	7	900	70k – 80k
8	650	115k – 120k			
9	700	120k – 125k			
10	750	125k – 130k			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os espécimes de fadiga dinâmica foram testados de forma semelhante (mesmo dispositivo do teste monotônico), usando taxas progressivamente decrescentes para investigar o crescimento subcrítico de trincas. Os testes usaram taxas de tensão de 1, 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} mm/min ($n = 5$ em cada taxa). As taxas do teste foram convertidas em taxa de tensão (MPa/s) para cada ponto de dados. O espécime foi carregado a uma taxa fixa $d\sigma/dt = \text{constante}$ até a fratura σ_F :

$$\sigma_F = (d\sigma/dt)t_F$$

onde t_F é o tempo decorrido para a fratura.

Estudos anteriores mostraram que o expoente de velocidade N , que descreve o comportamento do material ao crescimento subcrítico de trincas, pode ser determinado com a equação abaixo.

$$\sigma_F = [A(N+1)\dot{\sigma}]^{1/(N+1)}$$

Em que A' é uma quantidade independente de carga, tempo e espessura, σ_F é a carga final (N) e $\dot{\sigma} = d\sigma/dt$ é a taxa de tensão (MPa / s).

Portanto, ao traçar a curva $\sigma_F - \dot{\sigma}$ em coordenadas logarítmicas, o valor de N pode ser prontamente derivado da inclinação das curvas de melhor ajuste.

Substituindo as equações, obtemos a relação $F_R - t_R$ para fadiga dinâmica:

$$\sigma_F / \sigma_0 = (t_0 / t_F)^{1/N}$$

onde F_0 e t_0 são parâmetros de referência relativos a testes de curto prazo.

Finalmente, experimentalmente determinados valores de N e t_F , a resistência à flexão correspondente a várias taxas de carga pode ser colapsada a uma carga de fratura de curto prazo, que pode ser relacionada à resistência cerâmica inerte, σ_0 .

Para fornecer uma previsão confiável da resistência à fratura de cerâmica, as probabilidades de falha de Weibull devem ser levadas em consideração. A probabilidade de falha de Weibull é descrita pelo módulo de Weibull, m . Um valor m mais alto indica uma dispersão menor nas propriedades medidas.

Em termos de carga crítica F_m de camadas frágeis, a probabilidade de falha de Weibull P pode ser definida como

$$P = 1 - \exp[-(\sigma_F / \sigma_0)^m]$$

onde σ_0 é um parâmetro escalar. Para um conjunto de dados de cargas críticas, as probabilidades cumulativas são calculadas pela classificação dos valores em ordem crescente e pela avaliação dos valores F correspondentes. Um gráfico de $\ln(\ln(1/(1 - P)))$ contra $\ln\sigma_F$ fornece uma linha reta com inclinação m .

5 RESULTADOS

Após a obtenção dos dados, tabulação e análise dos mesmos, os seguintes resultados foram obtidos e são apresentados a seguir.

5.1 Caracterização das amostras

5.1.1 Densidade

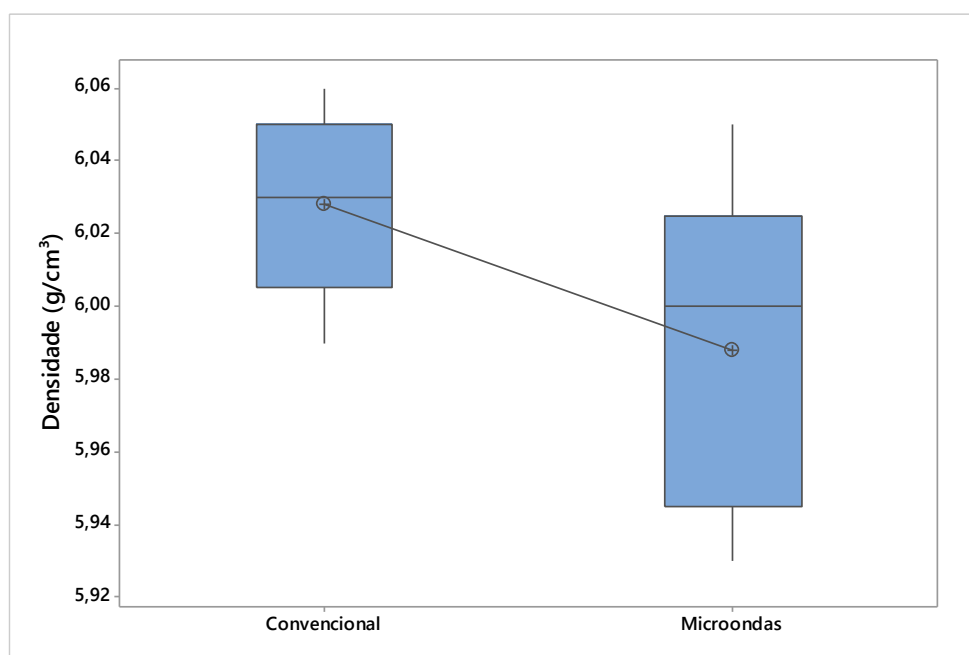
Os dados obtidos para densidade foram demonstrados na tabela 1 e figura 9 a seguir. Os valores médios da densidade foram analisados com o teste t (95%) e se não apresentaram diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,05$).

Tabela 1 – tabela de média e desvio padrão obtidos na densidade tipo Arquimedes dos grupos convencional e micro-ondas

Grupos	n	Média	SE
Convencional	5	6,0	0,02
Micro-ondas	5	5,9	0,04

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9 – Gráfico de distribuição de médias e desvio padrão



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.2 Translucidez

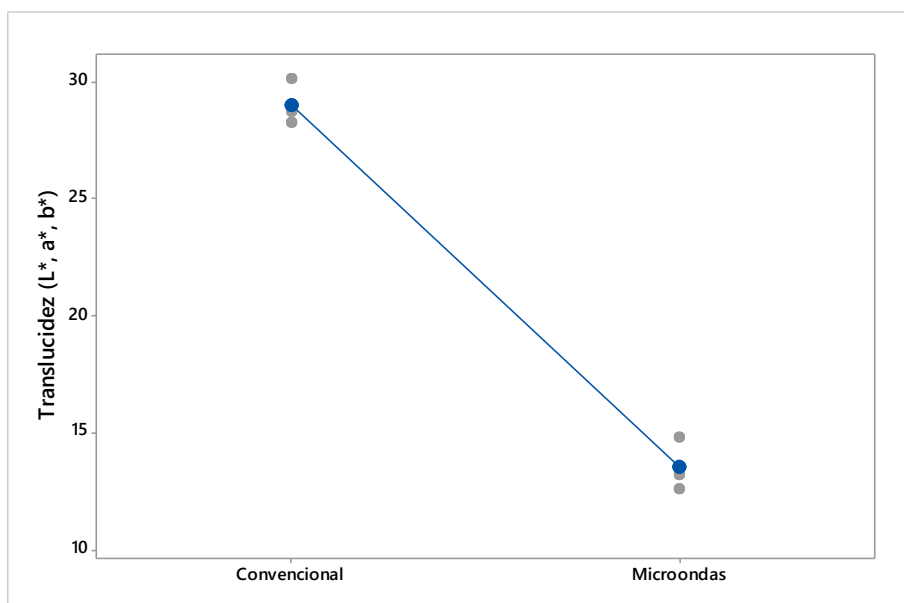
Os dados obtidos para translucidez foram demonstrados na tabela 2 e figura 10 a seguir. Os valores médios da translucidez foram analisados com o teste t (95%) e se apresentaram diferentes estatisticamente ($p = 0,001$).

Tabela 2 – tabela de média e desvio padrão obtidos na translucidez dos grupos convencional e micro-ondas

	n	Média	DP
Convencional	4	28,9	0,8
Micro-ondas	4	13,4	0,9

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 10 – gráfico de distribuição de médias e desvio padrão



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.3 Análise do tamanho de grãos

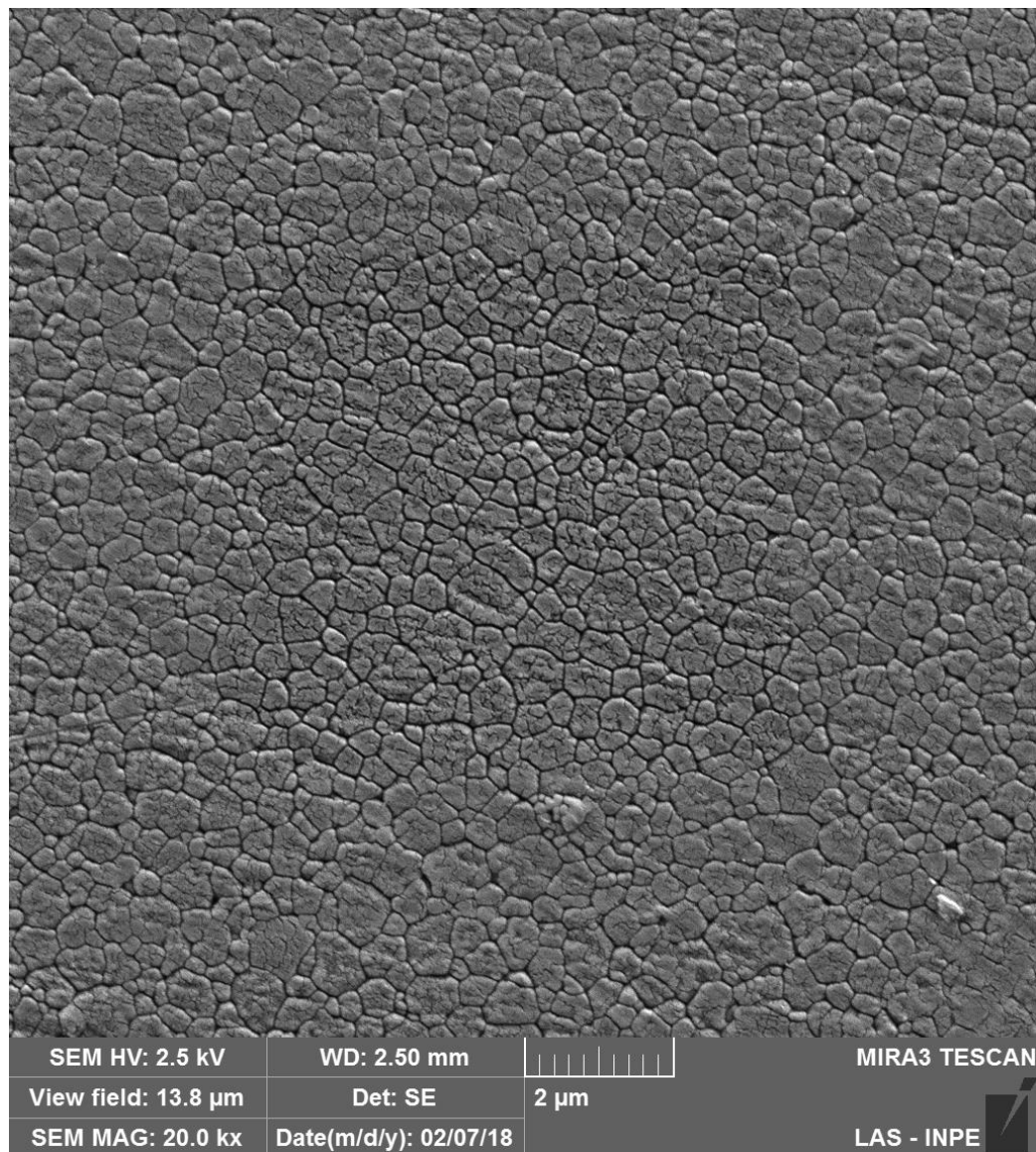
Foram realizadas as microscopias eletrônicas de varredura das amostras sinterizadas pelos dois métodos. Para a análise do tamanho dos grãos, no mínimo 300 grãos foram mensurados. Foi possível observar que o tamanho dos grãos das amostras sinterizadas por energia de micro-ondas são menores em relação aos grãos das amostras sinterizadas em forno convencional como mostrado pela diferença estatisticamente significativa na tabela 3.

Tabela 3 – Análise do tamanho de grãos obtidos por meio de MEV

Convencional	$0.89 \pm 0.10 \mu\text{m}$
Micro-ondas	$0.53 \pm 0.09 \mu\text{m}$

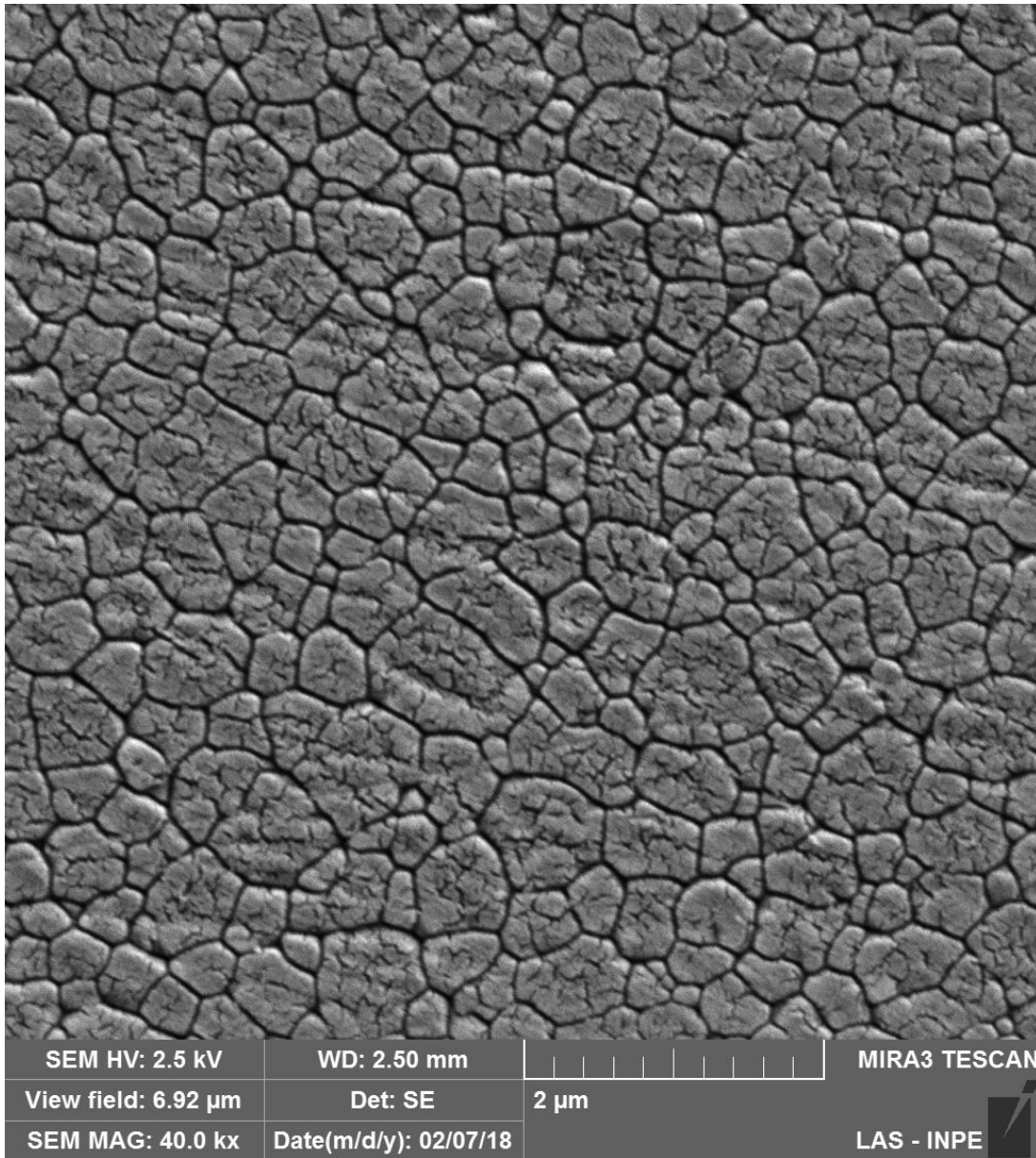
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada de forma convencional com aumento de 20000x



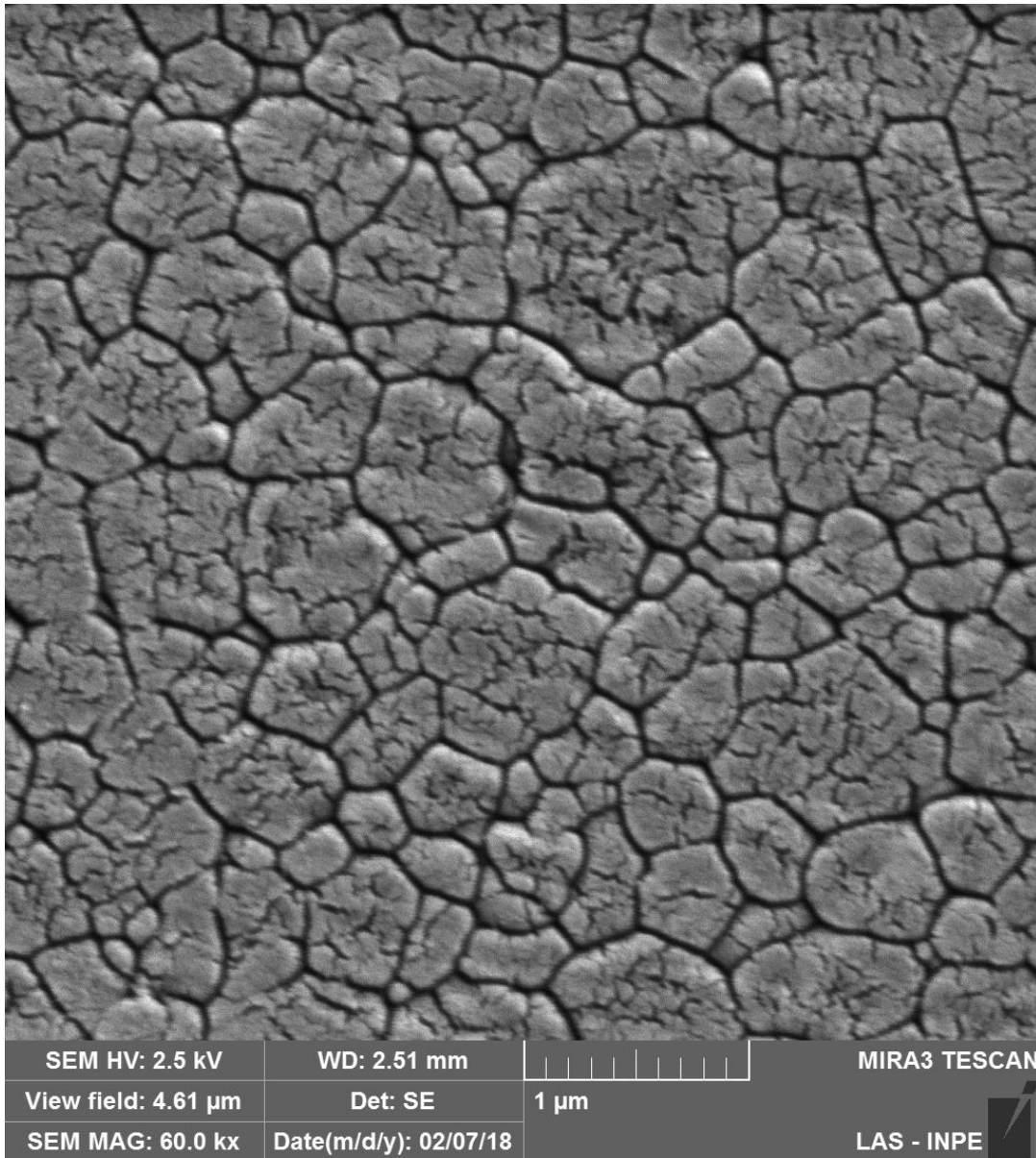
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada de forma convencional com aumento de 40000x



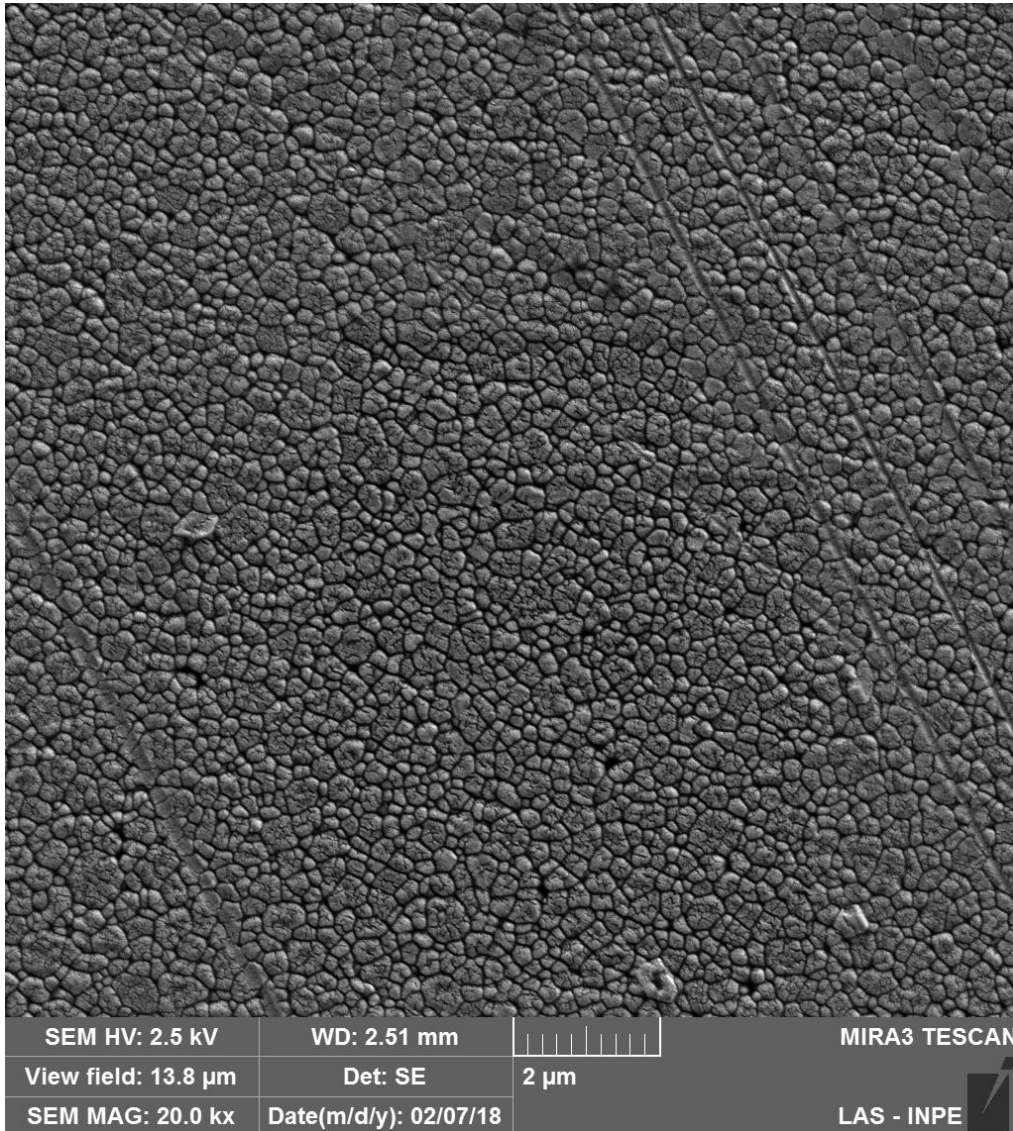
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 13 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada de forma convencional com aumento de 60000x



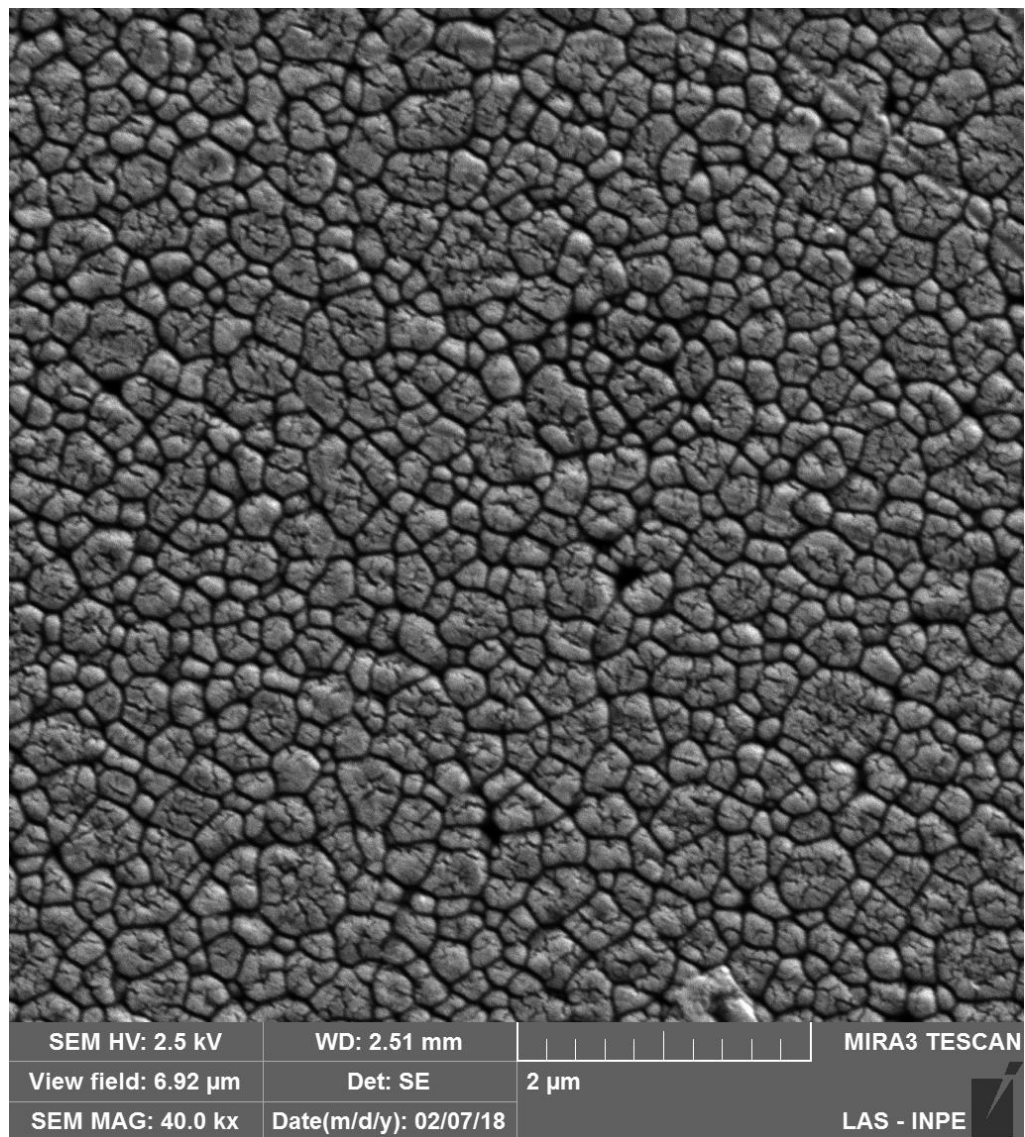
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 14 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada em micro-ondas com aumento de 20000x



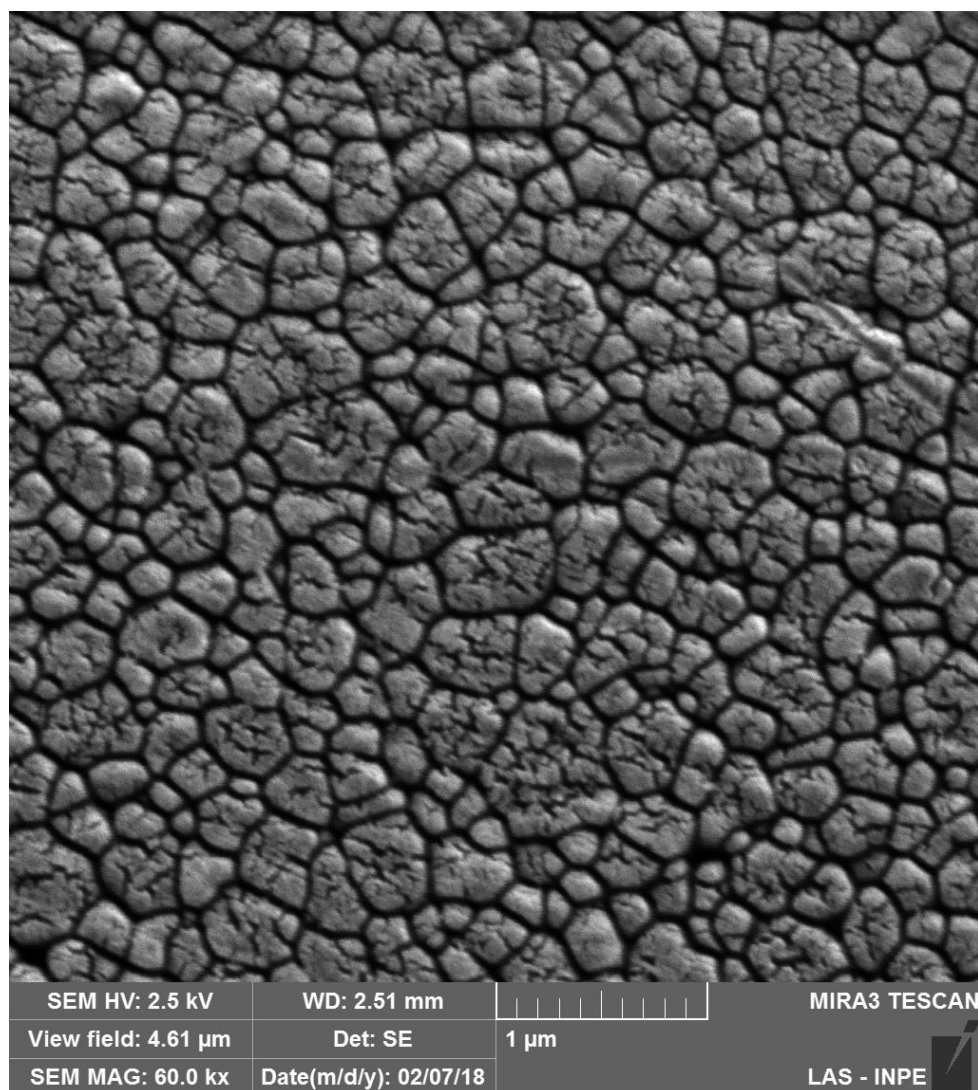
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 15 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada em micro-ondas com aumento de 40000x



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 16 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra sinterizada em micro-ondas com aumento de 60000x

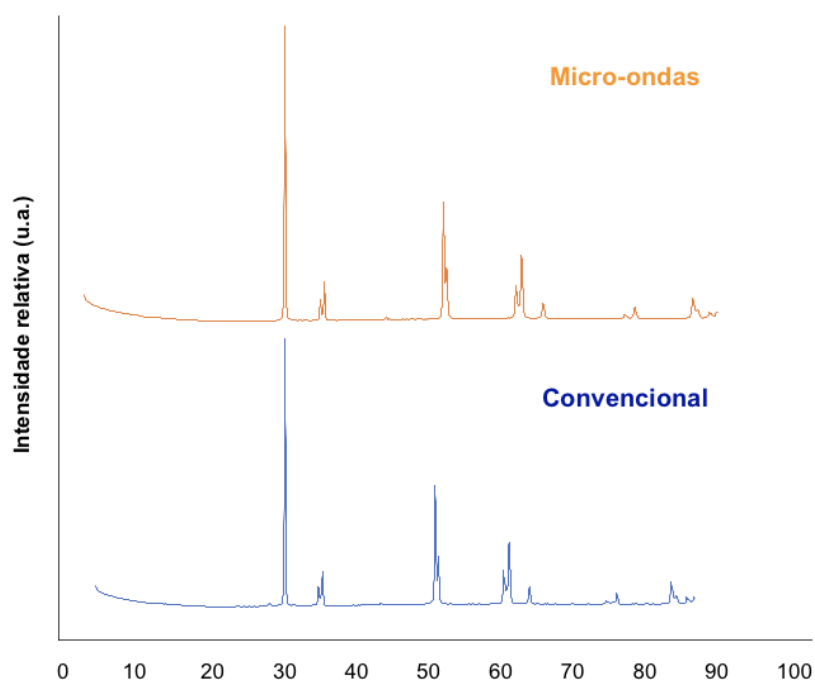


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.1.4 Análise de Difração de Raios-X

Os gráficos obtidos com a análise de raios-X estão apresentados na figura 17. Foi realizada a quantificação das fases pelo método de Rietveld, foram indentificadas três fases em ambos os materiais (Tabela 4).

Figura 17 – Gráficos de difração de raios-X



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 4 – Quantificação das fases observadas no DRX.

Convencional	Tetragonal	72,4%
	Cúbica	22,7%
	Monoclínica	5,0%
Micro-ondas	Tetragonal	84,2%
	Cúbica	15,3%
	Monoclínica	0,5%

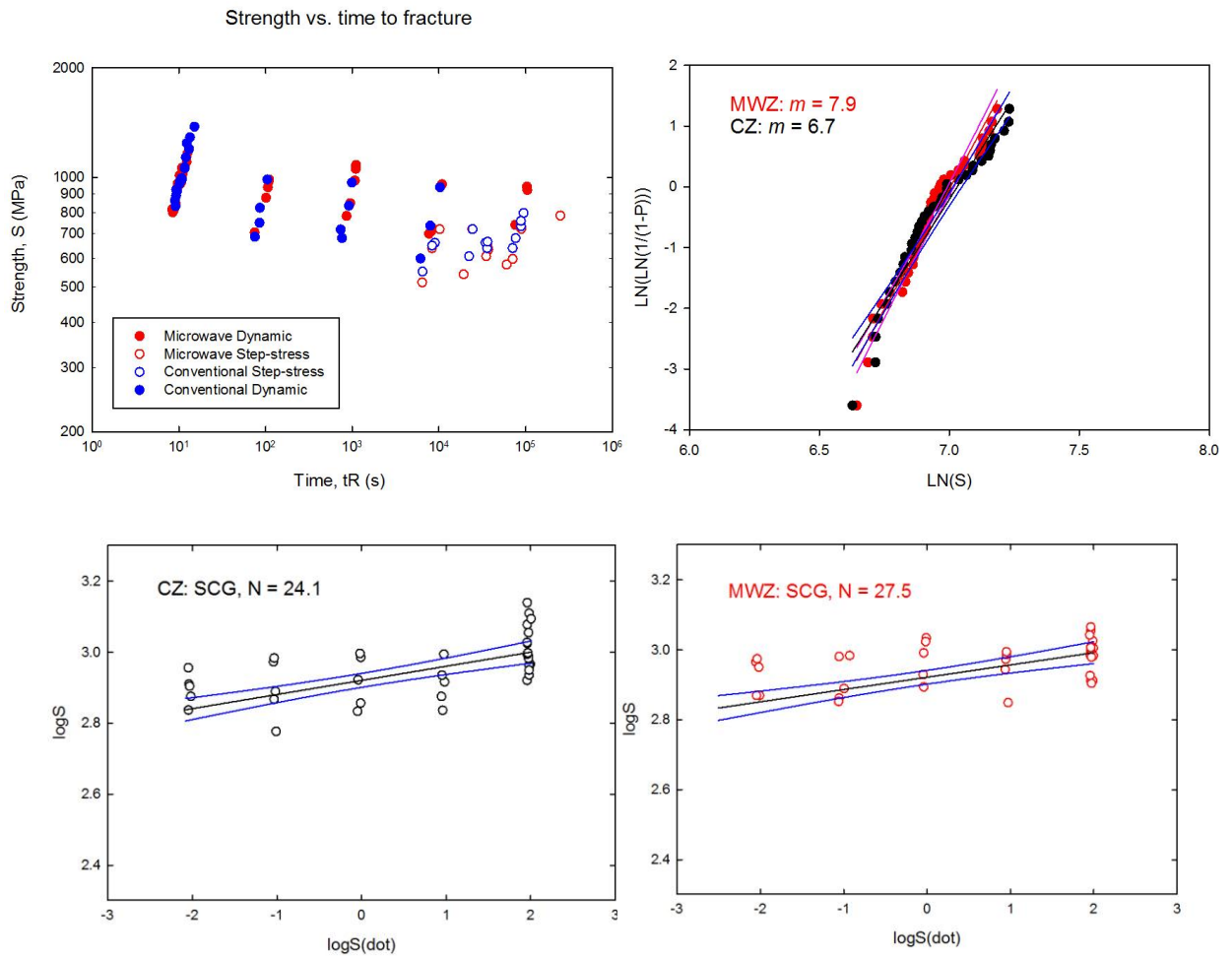
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Fadiga

O comportamento de fadiga por step-stress foi semelhante para ambos os materiais sinterizados, por isso o teste foi interrompido e a fadiga dinâmica foi realizada. A Figura 17A mostra os dados da fadiga por step-stress e fadiga dinâmica no mesmo gráfico. Todas as amostras falharam no final dos testes. A Figura 17B mostra a análise de Weibull. O módulo de Weibull foi de 6,7 para sinterização convencional e de 7,9 para zircônia sinterizada por energia de micro-ondas. Isso pode indicar uma maior homogeneidade estrutural para o grupo de micro-ondas.

As Figuras 17C e D consistem em representações gráficas dos valores de resistência obtidos para os materiais em função da taxa de tensão. Os grupos convencional e sinterizado por micro-ondas apresentaram suscetibilidade semelhante ao SCG, uma vez que os coeficientes de corrosão sob tensão (n) foram 24,1 e 27,5, respectivamente.

Figura 17 – Gráficos de fadiga



Legenda: (A) Dados de fadiga dinâmica e fadiga por step-stress; (B) Gráfico de Weibull; (C) Gráfico de fadiga dinâmica do grupo sinterizado convencionalmente, cada ponto identifica uma amostra fraturada em cada taxa de tensão; e (D) Gráfico de fadiga dinâmica do grupo sinterizado por energia de micro-ondas, cada ponto também identifica uma amostra fraturada em cada taxa de tensão.

Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

O desenvolvimento da metodologia de sinterização de zircônia odontológica em fornos onde há o aquecimento por micro-ondas é um método inovador para estes materiais. Neste estudo este método foi realizado para que houvesse a comparação de um protocolo de sinterização em micro-ondas com um protocolo realizado em fornos convencionais, já estabelecido. Em adicional, foi realizada a fadiga destes materiais (3Y-TZP) já que as restaurações, quando em função na cavidade oral, são submetidas a cargas cíclicas de intensidade variável, assim podemos analisar comportamento a longo prazo do material de acordo com o processo de sinterização.

Quando estamos tratando de reabilitações com próteses fixas extensas, próteses totais implanto-retidas e implanto-suportadas, são necessárias cerâmicas mais resistentes, sendo assim, a zircônia é tida como padrão ouro. Porém, o processo de sinterização que estes materiais são submetidos para que adquiram suas características finais (Kuczynski, 1980) tem grande influência nas características mecânicas e microestruturais finais das cerâmicas policristalinas, como descrito por Jiang em 2011, pois é possível haver variação do tempo de sinterização em que as zircônias são submetidas em micro-ondas (Almeida et al., 2015), da temperatura de sinterização (Stawarczyk et Al., 2013) e a forma como a energia pode ser aplicada, utilizando o método convencional ou por energia de micro-ondas. Assim sendo, o protocolo de sinterização em micro-ondas proposto para a realização deste trabalho está de acordo com os estudos acima citados: Stawarczyk em 2013, que relataram que a temperatura para sinterização em micro-ondas pode estar entre 1400 a 1450 °C, e Almeida em 2015 que testaram diferentes tempos de sinterização sendo os melhores resultados alcançados em 15 minutos.

Intimamente ligado ao tempo de sinterização está o crescimento de grãos na microestrutura cerâmica, de acordo com Nakamura em 2012, quanto maior o tempo de sinterização da zircônia, maior o tamanho de grãos encontrados. O protocolo convencional realizado manteve a zircônia por 120 minutos no patamar de 1530 °C enquanto o de micro-ondas a manteve no patamar de 1450 °C por 15 minutos, como

falado anteriormente. Corroborando com o estudo de Nakamura, os grãos da Y-TZP foram menores nas amostras de micro-ondas ($0.53 \pm 0.09 \mu\text{m}$) em relação as amostras sinterizadas em forno convencional ($0.89 \pm 0.10 \mu\text{m}$). Há também uma significativa correlação entre o tamanho do grão e a quantidade de fase monoclinica, quanto menor o tamanho do grão, menor a quantidade de fase monoclinica (Pereira 2016), o que também foi visto no presente estudo.

Ainda relacionando o tempo de sinterização às características finais de cerâmicas a base de óxido de zircônia, cerâmicas sinterizadas por um menor período possuem um menor grau de translucidez (Ebeid et al., 2014), ou seja, cerâmicas que ficam submetidas a um menor tempo dentro de um forno, seja convencional ou de micro-ondas, permitem maior passagem de luz. Entretanto, o que foi observado nas cerâmicas sinterizadas neste trabalho foi o inverso, as amostras submetidas ao protocolo de micro-ondas apresentaram menor translucidez ($\cong 13,5$) em relação às submetidas ao protocolo convencional ($\cong 29$). Este fato pode estar ligado ao índice de refração do material juntamente com a forma do grão. A zircônia sinterizada em micro-ondas possui aproximadamente 12% a mais de fase tetragonal que a zircônia sinterizada em forno convencional, e os grãos tetragonais possuem um índice de refração diferente do grão cúbico, o que pode gerar a diferença na opacidade do material.

Há um processo contraditório que ocorre no interior das cerâmicas quando estas são submetidas a cargas cíclicas e de baixa intensidade. Estas cargas geram um estresse que faz com que, em presença de um líquido, exista a possibilidade de uma trinca se propagar no interior do material (Kim et al., 2017). Ao mesmo tempo, o estresse gerado em uma cerâmica policristalina faz com que haja uma transformação de fase na microestrutura cerâmica, de uma fase tetragonal para a monoclinica, gerando um aumento de volume que dificulta que a trinca se propague. Sendo assim, quando a tensão concentrada na ponta da trinca se transforma de tração para compressão durante a fadiga há um mecanismo de fechamento de trinca. Durante este fenômeno pode ser observado um atrito entre as paredes da trinca tendo como consequência o descolamento e/ou esmagamento dos grãos. Isto gera mudanças microestruturais importantes que levam a uma diminuição da resistência a fadiga do material (Fraga et al., 2016).

No presente estudo as amostras foram testadas na configuração piston-on-

3-balls de acordo com a norma ISO6872, pois o teste de resistência a flexão biaxial de materiais frágeis tem vantagens em comparação com os testes uniaxiais, como preparação mais simples do espécime, realização de chanfro não é necessária e evita o efeito da fratura das bordas já que a tensão de tração máxima vai estar localizada no centro no espécime (Fraga et al., 2016). Além disso, as amostras foram testadas em meio aquoso, o que é um fator diretamente relacionado ao envelhecimento da zircônia, muito importante na simulação das condições orais (Aboushelib et al., 2016).

Neste estudo não foi possível observar uma diferença no comportamento a fadiga pelo método *step-stress*, isto pode estar relacionado com a baixa frequência utilizada (5 Hz). Fraga e colaboradores em 2016, constataram que o uso de frequência até 20 Hz em ciclos inferiores a 500.000 não mostrou efeito significativo na resistência a fadiga da zircônia, apesar de ser uma abordagem válida para testes vida acelerado.

Quando exposta a uma carga repetitiva e de baixa intensidade em meio úmido, as cerâmicas estão sujeitas a um crescimento subcrítico de trincas (Gonzaga et al., 2011). Como foi possível observar, também de acordo com Ramos e colaboradores em 2014, o aumento da taxa de tensão aplicada gera um aumento da resistência a fratura, isto porque com alta tensão aplicada não há tempo para que a trinca se desenvolva no interior do material.

O parâmetro n é o coeficiente de crescimento subcrítico de trinca, quanto maior seu valor, menor a susceptibilidade a propagação de trincas. Para este estudo o grupo sinterizado em forno de micro-ondas apresentou um n de 27,5 que foi maior que o grupo controle 24,1, e também maior o que foi encontrado por Zhang em 2017, mostrando que a sinterização em micro-ondas pode promover uma menor propensão ao crescimento de trincas.

O estudo da distribuição de falhas com a análise de Weibull pode nos ajudar a predizer a confiabilidade dos materiais. Segundo Gonzaga em 2011, o intervalo de confiança para os materiais cerâmicos é de 5 a 15. Neste trabalho os valores encontrados foram de 6,7 para o grupo convencional e de 7,9 para o grupo de estudo, o que está dentro do intervalo de confiança proposto por Gonzaga e que reflete uma homogeneidade estrutural ligeiramente maior para o grupo sinterizado em micro-ondas.

7 CONCLUSÃO

Assim, de acordo com o que foi visto neste trabalho, como: relação com diminuição de tempo de sinterização e temperatura de sinterização gerando diminuição no tamanho de grão, diminuição na transformação de fase de tetragonal para monoclinica e características de fadiga semelhantes, foi possível concluir que a sinterização por energia de micro-ondas é um processo confiável que pode ser aplicado ao dia-a-dia laboratorial para este material.

REFERÊNCIAS

Aboushelib MN, Wang H, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Fatigue behavior of zirconia under different loading conditions. *Dent Mater.* 2016 Jul;32(7):915-20. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.012.

Almazdi AA, Khajah HM, Monaco EA Jr Kim H. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. *J Prosthet Dent.* 2012 Nov;108(5):304-9. doi: 10.1016/S0022-3913(12)60181-4.

Almeida VC, Luccato BC. Efeito do tempo de sinterização em forno de microondas nas características microestruturais de cerâmicas odontológicas [Trabalho de conclusão de curso]. São José dos Campos (SP). Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 2015.

Assunção e Souza RO. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria [Tese], São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2009.

Barchetta NF. Protocolo para sinterização de zircônia odontológica por energia de micro-ondas [dissertação]. São José dos Campos (SP). Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 2015.

Borba M, de Araújo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater.* 2011 Dec;27(12):1259-66. doi: 10.1016/j.dental.2011.09.008.

Bottino MA, Salazar-Marcho SM, Leite FP, Vasquez VC Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *J Prosthodont.* 2009 Jul;18(5):417-20. doi: 10.1111/j.1532-849X.2009.00462.x.

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

Curran DJ, Fleming TJ, Towler MR, Hampshire S. Mechanical properties of hydroxyapatite-zirconia compacts sintered by two different sintering methods. *J Mater Sci Mater Med.* 2010 Apr;21(4):1109-20. doi: 10.1007/s10856-009-3974-z.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008 Sep;139 Suppl:8S-13S.

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

Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater.* 2014 Dec;30(12):e419-24. doi: 10.1016/j.dental.2014.09.003.

Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008.

Flório DZ. Estudos de sinterização e de envelhecimento térmico de cerâmicas de zircônia-ítria por espectroscopia de impedância [dissertação]. São Paulo(SP): Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, USP - Universidade de São Paulo; 1998.

Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Jr., Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011 Apr;27(4):394-406. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.025.

Griffin JD Jr. Tooth in a bag: same-day monolithic zirconia crown. *Dent Today.* 2013;32(1):124,126-31.

Jiang L, Liao Y, Wan Q Li W. Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci Mater Med.* 2011 Nov;22(11):2429-35. doi: 10.1007/s10856-011-4438-9.

Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, dos Santos MBF, Cava SS and Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int.* 2017 Oct 1;43(14):10999-11005. doi: 10.1016/j.ceramint.2017.05.141.

Kawai Y, Uo M, Wang Y, Kono S, Ohnuki S Watari F. Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation. *Dent Mater J.* 2011;30(3):286-92.

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

Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY and Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont.* 2013 May;5(2):161-6. doi: 10.4047/jap.2013.5.2.161.

Kim H, Kim S. Comparison of the optical properties of precolored dental monolithic zirconia ceramics sintered in a conventional furnace versus a microwave oven. *J Adv Prosthodont*. 2017 Oct;9(5):394-401. doi: 10.4047/jap.2017.9.5.394.

Kuczynski, G.C. *Materials science research – Sintering processes – vol. 13 (proceedings of the 5th international conference on sintering and related phenomena)*. New York, Plenum Press Inc., 1980.

Luz JN. *Impacto da energia de micro-ondas na sinterização da zirconia odontológica [dissertação]*. São José dos Campos (SP). Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 2015.

Marinis A, Aquilino SA, Lund PS, Gratton DG, Stanford CM, Diaz-Arnold AM, et al. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens. *J Prosthet Dent*. 2013 Mar;109(3):165-71. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60037-2.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: aspectos fundamentais. *Ceramic*. 2007a;53(326):1-10.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte II: Sinterização de varistores ZnO-CuO, ferrita e porcelanas. *Ceramic* 2007b;53(326):108-15.

Menezes RR, Souto PM, Kiminami RHGA. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte III: Sinterização de zircônia, mulita e alumina. *Cerâmics*. 2007c;53(327):218-26.

Nakamura K, Adolfsson E, Milleding P, Kanno T, Ortengren U. Influence of grain size and veneer firing process on the flexural strength of zirconia ceramics. *Eur J Oral Sci*. 2012 Jun;120(3):249-54. doi: 10.1111/j.1600-0722.2012.00958.x.

Nogueira AD, Della Bona A. The effect of a coupling medium on color and translucency of CAD/CAM ceramics. *J Dent*. 2013 Aug;41 Suppl 3:e18-23. doi: 10.1016/j.jdent.2013.02.005.

Ozcan M, Jonasch M. Effect of cyclic fatigue tests on aging and their translational implications for survival of all-ceramic tooth-borne single crowns and fixed dental prostheses. *J Prosthodont*. 2018 Apr;27(4):364-375. doi: 10.1111/jopr.12566.

Oh GJ, Park SW, Yun KD, Lim HP, Son HJ, Koh JT, et al. Effect of transition metal dopants on mechanical properties and biocompatibility of zirconia ceramics. *J Nanosci Nanotechnol*. 2013 Jun;13(6):4252-5.

Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaand CJ, Valandro LF. Fatigue limit of polycrystalline zirconia oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Aug;61:45-54. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.006

Ramos, NC. Caracterização microestrutural e crescimento subcrítico de trincas em cerâmicas odontológicas [dissertação]. São José dos Campos (SP). Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, 2014.

Saavedra GSFA, Ariki EK, Federico CD, Galhano G, Zamboni S, Baldissara P, et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. *Oper Dent.* 2009 Mar-Apr;34(2):211-6. doi: 10.2341/08-68.

Sawada T, Schille C, Zöldföldi J, Schweizer E, Geis-Gerstorfer J, Spintzyk S. Influence of a surface conditioner to pre-sintered zirconia on the biaxial flexural strength and phase transformation. *Dent Mater.* 2018 Mar;34(3):486-493. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.004..

Shembish FA, Tong H, Kaizer M, Janal MN, Thompson VP, Opdam NJ, Zhang Y. Fatigue resistance of CAD/CAM resin composite molar crowns. *Dent Mater.* 2016 Apr;32(4):499-509. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.005. Epub 2016 Jan 8.

Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hammerlet CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig.* 2013 Jan;17(1):269-74. doi: 10.1007/s00784-012-0692-6.

Upadhyaya DD, Gosh A, Dey GK, Prasad R, Suri AK. Microwave sintering of zirconia ceramics. *J Mat Sci.* 2001;36: 4707-10.

Zhang F, Chevalier, Olagnon JC, Batuk M, Hadermann MJ, Van Meerbeek B, Vleugels J. Grain-Boundary Engineering for Aging and Slow-Crack-Growth Resistant Zirconia. *J Dent Res.* 2017 Jul;96(7):774-779. doi: 10.1177/0022034517698661.

Zucunia CP, Guilardi LP, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Fatigue strength of yttria-stabilized zirconia polycrystals: effects of grinding, polishing, glazing, and heat treatment. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017 Nov;75:512-520. doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.06.016.

Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 1996 Aug;76(2):140-4.

Wurst JC, Nelson JA. Lineal Intercept Technique for Measuring Grain Size in Two-Phase Polycrystalline Ceramics. *J. Am Ceram. Soc.* 1972; 109.