



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Samira Branco Martins

Influência do tamanho da partícula, do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria

Araraquara

2018



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Samira Branco Martins

Influência do tamanho da partícula, do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Doutora em Reabilitação Oral, na Área de Prótese

Orientadora: Prof^a Dr^a Renata Garcia Fonseca

Araraquara

2018

Martins, Samira Branco

Influência do tamanho da partícula, do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria / Samira Branco Martins. -- Araraquara: [s.n.], 2018

49 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientadora: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

1. Zircônio 2. Abrasão dental por ar 3. Cerâmica. I. Título

Samira Branco Martins

Influência do tamanho da partícula, do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutora em Reabilitação Oral

Presidente e orientador: Prof^a Dr^a Renata Garcia Fonseca

2º Examinador: Prof^o Dr^o Gelson Luis Adabo

3º Examinador: Prof^a Dr^a Lígia Antunes Pereira Pinelli

4º Examinador: Prof^a Dr^a Rossana Pereira de Almeida

5º Examinador: Prof^a Dr^a Renata Cristina Silveira Rodrigues Ferracioli

Araraquara, 03 de agosto de 2018

DADOS CURRICULARES

Samira Branco Martins

NASCIMENTO: 02/07/1988 – Itararé – SP

FILIAÇÃO: Carlos Alberto Martins
Rosa Maria Branco Martins

2007- 2011	Curso de Graduação Faculdade de Odontologia de Araraquara Universidade Estadual Paulista - UNESP
2012 – 2014	Curso de Mestrado – Área de Prótese Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral Faculdade de Odontologia de Araraquara Universidade Estadual Paulista – UNESP
2013 – 2014	Aperfeiçoamento em Reabilitação Oral APCD – Ribeirão Preto
2014 – 2018	Curso de Doutorado – Área de Prótese Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral Faculdade de Odontologia de Araraquara Universidade Estadual Paulista – UNESP
2017 – 2017	Aperfeiçoamento em Reabilitação Oral com ênfase em Prótese Fixa e Estética GESTOS - Araraquara

Dedico esse trabalho aos meus pais **Carlos e Rosa**. Meu amor por vocês é imensurável! Muito obrigada por serem o meu porto seguro. Ao meu irmão e amigo **Diogo**. Obrigada por estar sempre presente na minha vida! Obrigada pela sua amizade, confiança e amor! E ao meu namorado **Victor**. Todo seu apoio e compreensão foram fundamentais para que esse sonho se tornasse realidade. Obrigada por me permitir caminhar ao seu lado, e assim crescermos juntos. Te amo!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** por tudo o que tem me proporcionado e por ter colocado pessoas tão especiais em meu caminho.

À minha orientadora, **Prof^a Renata Garcia Fonseca**, por toda dedicação que sempre teve comigo, desde minha primeira Iniciação Científica. Obrigada por todos esses anos de convivência e por toda confiança. Obrigada por sempre me incentivar e buscar o melhor em mim.

À minha co-orientadora e amiga **Flávia Trindade** por compartilhar um pouco de seu conhecimento comigo e me incentivar a aprender sempre mais. Obrigada pela sua amizade! Seu apoio foi muito importante!

Ao colega **Francesco**, pela parceria em nosso grupo de pesquisa e pela amizade que iniciamos durante sua estadia no Brasil.

Às amigas que Araraquara me deu e que levarei para sempre em minha vida: **Miriane**, sou muito grata pela sua amizade e tenho muito orgulho de tudo o que construímos juntas. É um privilégio ter você na minha vida e na vida da minha família, pois já faz parte dela! **Paula**, o doutorado nos permitiu que ficássemos mais próximas do que já éramos. Obrigada por dividir comigo todas as minhas alegrias e frustrações. Foi muito bom e muito importante poder contar com sua presença e sua amizade. **Mari**, obrigada pela sua companhia, pelas conversas, por toda força e apoio de sempre. **Carol**, que mesmo distante nunca deixou de estar presente. Obrigada pela sua amizade e por todo seu carinho!

Às minhas amigas **Camila e Daniela** pelos mais de 20 anos de amizade! Vocês são a prova de que a verdadeira amizade ultrapassa qualquer distância! Amo vocês!

A toda minha família: à minha **vó Rosa**, sempre tão amorosa, **tios e tias** tão queridos e, e aos meus **primos** que fazem a minha vida mais feliz! Amo vocês!

Aos alunos de Iniciação Científica, os quais tive o privilégio de auxiliar na orientação dos trabalhos: **Marlon, Rafaela, Luana, Beatriz e Gabriela**. Obrigada pela confiança e pela parceria. Vocês foram muito importantes para o meu crescimento profissional.

A todos os **professores** do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, os quais tive a oportunidade e o privilégio de conviver durante o mestrado e o doutorado, e à professora **Lívia Nordi**, pela generosidade em sempre nos atender quando precisávamos.

Aos professores que compõem a banca examinadora da defesa de minha tese de doutorado: **Gelson Luis Adabo, Lígia Antunes Pereira Pinelli, Rossana Pereira de Almeida e Renata Cristina Silveira Rodrigues Ferracioli**. Obrigada pelo carinho e disponibilidade em participar desse momento tão importante para mim.

Á todos os funcionários da faculdade, especialmente aos funcionários do departamento de materiais odontológicos e prótese. Muito obrigada por tudo!

A todos os meus amigos, aos colegas da **turma 82** e a todos os colegas da **pós-graduação**. Obrigada pela convivência e pelos momentos juntos.

Ao **Instituto de Química (LMA-IQ)** pela disponibilidade de utilização do microscópio eletrônico de varredura.

Ao professor **Márcio Góes**, o qual se dispôs a nos ajudar com as análises de DRX e engrandecer esse trabalho com a contribuição de seu conhecimento.

À Coordenação de **Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pelo bolsa concedida no início deste curso.

À cidade de **Araraquara** que me acolheu durante 11 anos, e onde passei alguns dos momentos mais importantes da minha vida. Agradeço por tudo que vivi nessa cidade, a qual sempre será minha segunda casa.

Martins SB. Influência do tamanho da partícula, do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

RESUMO

Pouco se sabe sobre o efeito do jateamento pré-sinterização da zircônia na sua resistência mecânica, sob condições de envelhecimento. Este estudo avaliou a influência do tamanho da partícula, do momento do jateamento e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria. Quatrocentos discos de uma zircônia estabilizada por ítria pré-sinterizados foram alocados como segue: sem jateamento; jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 50 μm ou 120 μm antes (50/PRÉ ou 120/PRÉ) ou após (50/PÓS ou 120/PÓS) sua sinterização. Os discos foram não envelhecidos (24h) ou envelhecidos por: ciclagem mecânica (CM); envelhecimento hidrotérmico (EH) ou CM+EH, totalizando 20 grupos ($n=20$). Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (RFB) e, posteriormente, foram analisados fractograficamente. A análise de difração de raios-X (DRX) foi realizada em determinadas condições para caracterizar cristalograficamente o efeito do jateamento na zircônia. Os dados de RFB (MPa) foram analisados por ANOVA a 3 fatores e pós teste de Games Howell ($\alpha=0,05$). Também foi realizada análise de Weibull. A RFB e a resistência característica (σ_0) dos grupos 120/PÓS, envelhecidos ou não, foram significativamente maiores que as dos demais grupos jateados, e estatisticamente similares ou maiores que as dos respectivos grupos sem jateamento. Em contrapartida, o grupo 120/PRÉ/não envelhecido e todos os grupos 50/PRÉ apresentaram os menores valores. Em todos os grupos, o defeito inicial se originou na superfície submetida à tração. Nem o jateamento, nem o envelhecimento (exceto o grupo 50/PÓS/CM+EH) reduziram a confiabilidade da zircônia em relação à dos respectivos grupos controles. O jateamento promoveu um aumento do conteúdo de fase monoclinica, enquanto a sinterização zerou essa fase. O jateamento da zircônia antes da sinterização teve pior desempenho para RFB em comparação ao realizado após sua sinterização, sob os meios de envelhecimentos. A RFB e σ_0 foram fortemente determinadas pelo tamanho da partícula e pelo momento do jateamento, enquanto o envelhecimento agiu apenas quando a zircônia foi jateada antes da sinterização.

Palavras-chave: Zircônio. Abrasão dental por ar. Cerâmica.

Martins SB. Influence of particle size, air-abrasion before sintering and aging on yttria stabilized zirconia mechanical strength [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

ABSTRACT

Little is known about the effect of air-abrasion before zirconia sintering on its strength, under aging challenge. This study aimed to verify the influence of the air-abrasion moment (before or after zirconia sintering), particle size (50 or 120 μm) and aging on the mechanical strength of a Y-TZP ceramic. Four hundred pre-sintered zirconia discs were allocated as follows: non-air-abraded; air-abraded with 50 μm or 120 μm Al_2O_3 particles before (50/BS or 120/BS) or after sintering (50/AS or 120/AS). The discs were non-aged (24h) or aged by: mechanical cycling (MC); hydrothermal aging (HA) or by both methods (MC+HA), totaling 20 groups (n=20). Specimens were subjected to biaxial flexural strength test (BFS). Fractographic analysis was performed to identify the fracture origin. The X-ray diffraction analysis (XRD) was performed under certain conditions to characterize the crystallographic effect of air-abrasion on the zirconia. The BFS data (MPa) were analyzed by ANOVA and Games Howell post hoc test ($\alpha=.05$). Weibull statistics was also applied. The BFS and the characteristic resistance (σ_0) of the 120/AS groups, aged or not, were significantly higher than those of the other air-abraded groups, and statistically similar or higher than the respective groups without air-abrasion. In contrast, the 120/BS/non-aged group and all those 50/BS presented the lowest values. In all groups, the initial defect had its origin on the tensile stress side. Neither air-abrasion nor aging (except for 50/AS/MC+HA) reduced the zirconia reliability compared with the respective controls. Air-abrasion promotes an increase in the monoclinic phase content, while sintering zeroed this phase. Air-abrasion before zirconia sintering yields worse performance for BFS than after sintering, under aging challenges. The BFS and σ_0 were strongly determined by the particle size and air-abrasion moment, while aging acted only when the zirconia was air-abraded before sintering.

Keywords: Zirconium. Air abrasion. Ceramics.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	PROPOSIÇÃO.....,	12
3	REVISÃO DA LITERATURA.....	13
3.1	Jateamento em Zircônia Pré-Sinterizada.....	13
3.2	Envelhecimento X Resistência Mecânica da Zircônia.....	20
4	MATERIAL E MÉTODO	28
4.1	Preparação dos Espécimes.....	28
4.2	Tratamento dos Espécimes.....	28
4.3	Teste de Resistência a Flexão Biaxial.....	30
4.4	Análise Fractográfica.....	31
4.5	Análise de Weibull.....	32
4.6	Análise de Difração de Raios-X.....	32
4.7	Análise Estatística.....	33
5	RESULTADO	34
6	DISCUSSÃO	40
7	CONCLUSÃO	44
	REFERÊNCIAS	45

1 INTRODUÇÃO

Restaurações livres de metal têm sido cada vez mais utilizadas devido à grande demanda por tratamentos estéticos nos dias atuais. Visando atender tal necessidade, novos materiais restauradores têm sido desenvolvidos. Dentre tais materiais, a zircônia tem sido um dos mais utilizados nas reabilitações bucais, devido às suas ótimas propriedades mecânicas e biológicas¹. Além disso, apresenta também a versatilidade como grande vantagem, pois é um material que pode ser utilizado tanto como copings estéticos de próteses livres de metal, quanto para coroas totais monolíticas, além do seu grande uso como componentes protéticos na área da implantodontia e em próteses de grandes extensões^{1,2}.

Contudo, muito têm se estudado para tentar melhorar a adesão da zircônia ao cimento resinoso e, conseqüentemente ao dente. Isso porque esse material não é passível ao condicionamento com ácido fluorídrico (utilizado para as cerâmicas vítreas), ou seja, sua ausência de matriz vítrea não permite que o ácido crie rugosidade na sua superfície, a qual contribui para obtenção de retenções micromecânicas. Desse modo, outros métodos são utilizados, como pontas diamantadas³⁻⁵ laser Er:YAG^{6,7}, e jateamento com partículas abrasivas.

O jateamento, por ser um método simples, barato e eficaz, é um dos mais utilizados⁸⁻¹⁰ e, além de promover um aumento da rugosidade na superfície da zircônia, ele também é responsável por promover a limpeza nessa superfície^{11,12} e ativá-la quimicamente, tornando-a mais receptiva aos agentes de união empregados posteriormente^{1,13}.

Alguns estudos relatam que a curto prazo, o jateamento aumenta a resistência da zircônia¹⁴⁻¹⁷. Isso é resultado da transformação de fase (tetragonal → monoclinica), a qual é acompanhada por uma expansão do material em torno de 3-4%, levando a formação de estresse compressivo, que comprime as trincas, prevenindo, dessa forma, sua propagação^{4,14}. A longo prazo, a zircônia jateada, a qual apresenta trincas superficiais e fase monoclinica, ainda sofrerá cargas cíclicas e umidade na cavidade oral. Apesar dessas condições aparentemente adversas, alguns estudos encontraram resultados encorajadores de resistência após o envelhecimento hidrotérmico^{1,18} e cargas cíclicas¹⁹⁻²². Uma revisão sistemática com metanálise¹² concluiu que o jateamento melhorou a resistência à flexão da zircônia estabilizada por ítria (*yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystal* – Y-TZP),

independentemente dos parâmetros utilizados e se o envelhecimento foi ou não realizado. No entanto, outros estudos nos levaram a duvidar da segurança do jateamento. Zhang et al.^{23,24} e Guess et al.²⁵ observaram que as trincas introduzidas pelo jateamento comprometem a resistência à fadiga da zircônia. Ozcan et al.²² e Guess et al.²⁵ relataram uma confiabilidade significativamente menor na zircônia jateada em comparação a zircônia apenas sinterizada. Além disso, alguns autores²⁶⁻³¹ relatam que a zircônia Y-TZP é suscetível à degradação por baixa temperatura (*low temperature degradation* - LTD) causada pela transformação de fase em um ambiente úmido e, com essa progressão, desenvolve microtrincas, o que poderia afetar negativamente a resistência da cerâmica. Este cenário pode ser pior para uma cerâmica Y-TZP que já possui uma quantidade de fase monoclinica resultante do jateamento, principalmente quando são utilizadas partículas maiores, pois foi observado que elas proporcionaram maior transformação de fase tetragonal para monoclinica em relação às partículas menores³²⁻³⁴.

Diante dessa incerteza e considerando a simplicidade e os benefícios do jateamento, valeria a pena criar estratégias para suprimir qualquer possível dano causado por esse procedimento. Uma dessas estratégias poderia ser o de realizar o jateamento antes da sinterização da zircônia, já que foi observado que o processo de sinterização além de selar parcialmente as microtrincas já existentes, previne as posteriores³⁵, e também que a fase monoclinica decorrente do jateamento foi zerada pela transformação de fase reversa (monoclinica → tetragonal) durante a etapa subsequente de sinterização^{32,36-38}. Essa inversão na ordem dos procedimentos (jateamento antes da sinterização) pode impactar diretamente na resistência mecânica da zircônia. A curto prazo, dois estudos^{37,38} observaram que, embora a resistência à flexão foi maior quando o jateamento da zircônia foi realizado após a sinterização, jateando-se a zircônia em seu estado verde e realizando a sinterização posteriormente, a resistência foi similar àquela da zircônia sinterizada, com a vantagem da ausência de conteúdo monoclinico, o que poderia melhorar as propriedades mecânicas do material a longo prazo. No entanto, tanto quanto é do conhecimento dos autores, nenhum estudo publicado sobre a influência do momento do jateamento na resistência mecânica da cerâmica Y-TZP, sob condições de envelhecimento, foi relatado.

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência do tamanho da partícula (50 μm e 120 μm), do jateamento prévio à sinterização e do envelhecimento na resistência mecânica de uma zircônia estabilizada por ítria. As hipóteses nulas são que o tamanho de partícula, o jateamento prévio à sinterização e o envelhecimento não influenciam a resistência mecânica da cerâmica Y-TZP.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Jateamento em Zircônia Pré-Sinterizada

Moon et al.³⁶ (2011) avaliaram a influência do momento a ser realizado o jateamento na zircônia, em sua resistência de união com cimentos resinosos. Cilindros de zircônia foram inicialmente divididos em 3 grupos: 1) NS (controle); 2) SAS (jateamento prévio a sinterização); 3) SBS (jateamento após a sinterização). O jateamento prévio a sinterização foi realizado com partículas de Al_2O_3 de 70 μm , e para o jateamento após a sinterização utilizou-se partículas de 50 μm . Posteriormente foi realizada a análise de Difração de raios-X (DRX) para se observar a transformação de fase. A etapa de cimentação foi realizada com um dos seguintes cimentos resinosos: 1) Clearfil SA; 2) Zirconite; 3) RelyX Unicem; 4) Superbond C&B/primer Porcelain Liner M; 5) Multilink/primer para metal/zircônia. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento (RC). Foram realizadas também as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). A análise de DRX mostrou 100% de fase tetragonal para o grupo SAS e presença de fase monoclinica no grupo SBS. Os cimentos Superbond C&B e Multilink apresentaram, respectivamente, a maior e menor RC, independentemente da condição de tratamento de superfície. A análise de MEV mostrou que o jateamento aumenta a rugosidade superficial da zircônia, sendo esse efeito ainda mais evidente quando a zircônia é jateada previamente à sinterização. Na análise de MEV, foi observado que o grupo SAS/Multilink apresentou uma textura superficial rugosa com falhas coesivas do cimento resinoso. Portanto, pode-se concluir que o jateamento da zircônia pré-sinterizada apresenta vantagens como o maior conteúdo de fase tetragonal, o que favorece suas propriedades mecânicas.

Monaco et al.³⁹ (2011) avaliaram quatro condições experimentais de tratamento de superfície para aumentar a resistência de união entre um cimento resinoso e a zircônia. Cinquenta discos de zircônia (Lava 3M ESPE) foram confeccionados e incluídos em polimetacrilato de metila utilizando moldes de polietileno, de forma que uma das superfícies do disco permanecesse

exposta. Os espécimes foram limpos em ultrassom com álcool etílico 95% por 10 minutos e divididos entre os tratamentos: 1) sem tratamento (controle); 2) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Cojet Sand) previamente à sinterização da zircônia (distância 10 mm, 15 s, 2 bar); 3) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm previamente à sinterização da zircônia (15 mm, 15 s, 4 bar) ; 4) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm previamente à sinterização da zircônia (20 mm, 15 s, 4 bar); e 5) jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm após a sinterização da zircônia (10 mm, 20 s, 4 bar). Após o jateamento, foi aplicado silano (Espe-Sil, 3M ESPE) nas superfícies tratadas, e os discos foram cimentados com o cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem. Os espécimes foram armazenados durante 24 h em água destilada a 37°C e, após o armazenamento, foi realizado o ensaio de resistência ao cisalhamento (RC). O modo de fratura foi analisado em estereomicroscópio (x200). Os autores observaram igualdade estatística entre as resistências de união dos grupos 3 e 4, os quais obtiveram médias significativamente maiores que as dos grupos 1 e 2, os quais foram estatisticamente semelhantes entre si. O grupo 5 apresentou valores intermediários de resistência de união. Todos os grupos apresentaram predominância de falha adesiva. Pôde-se concluir que o jateamento com partículas de Al_2O_3 convencionais, previamente à sinterização da zircônia, promoveu um aumento significativo na RC.

Monaco et al.³² (2013) avaliaram as mudanças microestruturais produzidas pelo jateamento na zircônia antes e após sua sinterização. Cinquenta e seis espécimes foram divididos nos seguintes grupos: A (controle) – sem tratamento; B-C-D com jateamento antes da sinterização da zircônia com partículas de Al_2O_3 de 110 μm , 50 μm e Rocatec Soft (Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica), respectivamente; e E-F-G com jateamento após a sinterização da zircônia com as mesmas partículas descritas anteriormente. Foram realizadas as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por energia dispersiva (EDS), dureza, tenacidade de fratura, e rugosidade de superfície. Todas as superfícies dos grupos jateados foram mais rugosas em relação ao controle. Os grupos B e D apresentaram maiores rugosidades em relação ao E e G. A rugosidade superficial aumentou de acordo com o tamanho da partícula utilizada em todos os grupos jateados. Os grupos controle, B e D apresentaram 100% de fase

tetragonal, pois a sinterização permitiu a transformação da fase reversa (monoclínica → tetragonal). Já, no jateamento realizado após a sinterização da zircônia, foram detectados picos de fase monoclínica. Várias trincas foram observadas quando a resistência intrínseca do material foi superada, e a ramificação dessas trincas causou o aparecimento da fase monoclínica. Os autores concluíram que o jateamento antes da sinterização da zircônia promove maior rugosidade de superfície, e a sinterização após esse procedimento faz com que a fase monoclínica seja anulada.

He et al.⁴⁰ (2014) avaliaram o efeito do jateamento na rugosidade superficial da zircônia e na sua resistência ao cisalhamento com porcelanas de cobertura. Espécimes de zircônia com 16 mm × 16 mm × 3 mm foram confeccionados e divididos em quatro grupos: A) sem jateamento; B) jateamento com partículas de Al₂O₃ (100 µm) a 0,2 MPa + sinterização; C) sinterização + jateamento com partículas de Al₂O₃ (100 µm) a 0,2 MPa; e D) sinterização + jateamento com partículas de Al₂O₃ (100 µm) a 0,4 MPa. Antes da aplicação da porcelana nos espécimes de zircônia, foi realizada análise de rugosidade superficial e reconstrução em 3D dos espécimes, e os mesmos também foram analisados através de difração de raios-X (DRX). Após aplicação de porcelana de cobertura (Cerabien ZR) nos espécimes, os mesmos foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento através de máquina de ensaios universal. Após isso, foi realizada análise interfacial dos espécimes, e análise do modo de falha. Os dados foram analisados através de Anova 1-fator, seguido pelo pós-teste de Tukey ($p < 0,05$). O grupo B obteve maiores valores de rugosidade e de resistência ao cisalhamento, no qual, para essa última análise, obteve igualdade estatística com o grupo D. A análise de DRX mostrou que os grupos A e B apresentaram somente fase tetragonal, enquanto os grupos C e D apresentavam fase tetragonal e monoclínica. Para todos os grupos, o modo de falha predominante foi falha mista, especialmente para os grupos C e D, os quais apresentaram esse tipo de falha em todos os espécimes. A interface zircônia/porcelana de cobertura parece ser mais retilínea nos grupos A e C, e mais ondulada nos grupos B e D, sendo o grupo B o que apresentou a interface mais heterogênea. Os autores concluíram que o jateamento antes da sinterização da zircônia é um método eficiente para aumentar a rugosidade superficial desse

material, assim como aumentar sua resistência ao cisalhamento com a porcelana de cobertura.

Em um estudo de Passos et al.³³ (2015) foi avaliado o efeito do jateamento na zircônia antes e após a sinterização em suas propriedades mecânicas. Barras de zircônia (Lava Frame) foram confeccionadas e divididas em 10 grupos (n=20) de acordo com a partícula utilizada no jateamento (SiO_2 de 30 μm ; Al_2O_3 de 50 μm ; Al_2O_3 de 110 μm), e com o protocolo de jateamento (jateamento antes da sinterização; jateamento após a sinterização sem tratamento térmico; jateamento após a sinterização com tratamento térmico). O tratamento térmico foi a simulação de um ciclo de queima de porcelana Vita VM9. O grupo controle foi composto por espécimes sinterizados, sem nenhum tratamento de superfície. Para cada condição foi realizada análise de difração por raios-X (DRX) e rugosidade através de confocal a laser. Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência a flexão por quatro pontos, e após isso, foi realizada análise fractográfica através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Também foi realizada a análise de Weibull. Os resultados de DRX revelaram picos de fase monoclinica apenas para os grupos em que não tiveram tratamento térmico ou sinterização após o jateamento, sugerindo que o jateamento promove aumento da fase monoclinica, e que esses procedimentos (tratamento térmico e sinterização) induziram uma transformação de fase reversa (monoclinica \rightarrow tetragonal). O jateamento antes da sinterização apresentou os maiores valores de rugosidade, porém diminuiu a resistência flexural, exceto quando foi utilizadas partículas menores (30 μm). Defeitos de fabricação próximos a área de tração, nos espécimes que não foram tratados, agiram como áreas de concentração de estresse, dando origem às fraturas. Da mesma forma, nos espécimes jateados com 110 μm , as falhas tiveram origem na região submetida à tração, enquanto nos espécimes jateados com 30 μm e 50 μm as falhas se originaram na superfície. Concluiu-se que o jateamento antes da sinterização diminuiu a resistência flexural, porém, a sinterização promove a transformação de fase reversa, diminuindo os níveis de fase monoclinica. As partículas menores (30 μm e 50 μm) promovem menor transformação de fase na zircônia durante o jateamento.

A influência do momento do jateamento (antes e/ou após a sinterização) na caracterização superficial, resistência flexural (RF) e resistência ao cisalhamento (RC) foi analisada por Abi-Rached et al.³⁷ (2015). Para isso, amostras de zircônia foram jateadas com óxido de alumínio de 50 µm antes (PRÉ), após (PÓS) ou antes e após (PP) a sinterização. Para a análise de rugosidade, 30 espécimes (n=10) foram analisadas em perfilômetro. Após isso, os mesmos foram utilizados para o teste de resistência ao cisalhamento, e para isso, eles tiveram sua superfície cimentada a discos de resina composta, através do cimento resinoso Rely X ARC. Previamente ao ensaio, os espécimes cimentados ficaram armazenados durante 24h em estufa a 37°C. Foi determinado o modo de falha através de estereomicroscópio e a morfologia superficial através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para o teste de resistência a flexão a quatro pontos, 39 barras de zircônia foram jateadas nas mesmas condições propostas (n=13), e um grupo adicional (n=13) não jateado foi inserido. Foi realizada análise de transformação de fase (DRX). O momento em que foi realizado o jateamento influenciou significativamente a rugosidade, RC e RF. Os grupos PRÉ e PÓS obtiveram a maior e a menor rugosidade, respectivamente. O grupo PP foi o que apresentou maior valor de RC, e todos os grupos apresentaram falha adesiva. A ordem do jateamento também influenciou a morfologia superficial. Os grupos sem jateamento e o grupo PRÉ exibiram menores valores de RF em relação aos grupos PP e PÓS, os quais foram iguais entre si. Os grupos sem jateamento, PÓS, PRÉ e PP apresentaram respectivamente a seguinte quantidade de fase monoclinica: 0%; 12,2%; 0% e 8,6%. Desse modo, os autores concluíram que o grupo PP apresentou melhor desempenho a curto prazo, e que o jateamento (independente da ordem) promove transformação de fase (tetragonal → monoclinica), e que a fase monoclinica tende a ser zerada pelo processo de sinterização.

Ebeid et al.³⁸ (2017) avaliaram o efeito do tratamento de superfície na zircônia pré e pós sinterizada na sua rugosidade, transformação de fase e resistência a flexão biaxial (RFB). Quarenta discos de zircônia (12 mm de diâmetro x 1.2 mm de espessura) foram divididos nos seguintes grupos de acordo com o tratamento de superfície: 1) (n=16) jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al₂O₃); 2) (n=16) recobrimento com sílica usando Rocatec Soft; e 3) (n=8) grupo controle sem tratamento de superfície. Os grupos 1 e 2 foram subdivididos em dois subgrupos de

acordo com o momento a ser realizado o tratamento: a) tratamento realizado antes da sinterização da zircônia e b) tratamento realizado após a sinterização. Foram realizadas análises de rugosidade superficial, transformação de fase e resistência a flexão biaxial (RFB). Os dados foram analisados através de Anova – 2 fatores e pós-teste de Tukey, com um nível de significância de $p < 0,05$. Os espécimes que receberam tratamento antes da sinterização apresentaram maior média de rugosidade, e assim como o grupo controle, não apresentaram conteúdo monoclinico, ao contrário do grupo tratado após a sinterização, que apresentou grandes quantidades de fase monoclinica. Com relação a RFB, o grupo tratado após a sinterização obteve maiores valores em relação ao grupo tratado antes da sinterização e ao controle. Diante disso, os autores concluíram que o jateamento realizado antes da sinterização da zircônia pode ser um método promissor para se conseguir uma adequada rugosidade superficial, resistência flexural aceitável e com ausência de transformação de fase, o que evitaria uma degradação precoce do material.

Ramos-Tonello et al.⁴¹ (2017) analisaram o efeito do jateamento antes da sinterização da zircônia na sua rugosidade, transformação de fase e resistência ao cisalhamento (RC). Espécimes de zircônia foram jateados com Al_2O_3 de 50 μm antes e após a sinterização, e um grupo adicional não foi jateado (controle). Após a aplicação da porcelana de cobertura, os espécimes foram submetidos ao teste de RC. Os grupos que receberam jateamento (antes ou após a sinterização) obtiveram valores de RC significativamente maiores em relação ao grupo controle. O grupo jateado antes da sinterização obteve maior rugosidade em relação aos outros grupos. Todos os grupos apresentaram picos típicos de fase tetragonal e monoclinica. O jateamento antes da sinterização resultou em uma superfície mais rugosa, mas não aumentou a RC, além de ter causado maiores danos superficiais. Diante dessa constatação, os autores concluíram que o jateamento melhora a RC da zircônia, independentemente se ele é realizado antes ou após a sinterização, e que ele não é a causa específica da transformação de fase tetragonal \rightarrow monoclinica do material.

Martins et al.⁴² (2017) analisaram a influência do momento do jateamento (antes e/ou após a sinterização da zircônia) e da partícula (tamanho x composição) na caracterização superficial e resistência ao cisalhamento (RC) da zircônia ao cimento resinoso. Discos de zircônia foram submetidos ao jateamento com as seguintes partículas: partículas de Al_2O_3 de 50 μm ; partículas de Al_2O_3 de 120 μm ; partículas de Al_2O_3 de 30 μm modificadas por sílica (Rocatec Soft); e partículas de Al_2O_3 de 110 μm modificadas por sílica (Rocatec Plus). O jateamento foi realizado em três momentos diferentes: após a sinterização da zircônia (PÓS) (grupo controle); antes da sinterização da zircônia (PRÉ); e antes/após a sinterização (PP). Para análise de caracterização superficial foram realizadas as análises de rugosidade (n=10), molhamento (n=10), microscopia eletrônica de varredura (n=2) e composição elementar (n=2). Para análise de RC (n=11), os discos de zircônia jateados foram cimentados a discos de resina composta através do cimento resinoso RelyX ARC, e o modo de falha foi determinado. Nos grupos PRÉ e PP, a rugosidade aumentou de acordo com o tamanho da partícula. Independentemente da partícula, o grupo PÓS apresentou os menores valores de rugosidade, enquanto os grupos PRÉ e PP não apresentaram diferença significativa entre eles. De uma maneira geral, as partículas de Al_2O_3 de 120 μm e Rocatec Plus apresentaram os maiores e menores ângulos de contato. Com relação à partícula, os grupos PRÉ e PP exibiram o maior e o menor ângulo de contato, enquanto o grupo controle (PÓS) apresentou uma posição intermediária. A partícula e o momento do jateamento não promoveram padrões morfológicos uniformes. A presença adicional do elemento sílica (Si) nos grupos Rocatec Soft e Plus foi a única diferença observada entre esses grupos em relação aos grupos com partículas de Al_2O_3 . No grupo PRÉ, os maiores e menores valores de RC foram obtidos por Al_2O_3 de 120 μm e Rocatec Soft. Nos grupos PP e PÓS, o maior RC foi observado quando o jateamento foi realizado com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica. Não houve diferença significativa na RC entre os grupos PÓS e PP. Todos os grupos exibiram 100% de falha adesiva. A partícula teve maior influência na rugosidade, quando o jateamento foi realizado antes da sinterização da zircônia, mostrando um maior potencial para a deformação da superfície. Quando o jateamento foi realizado após a sinterização (grupos PP e PÓS), as partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica promoveram maior molhamento e RC.

3.2 Envelhecimento X Resistência Mecânica da Zircônia

Alghazzawi et al.⁴³ (2012) investigaram o efeito dos procedimentos de fabricação de restaurações de zircônia monolítica na resistência flexural, dureza, módulo de Young, rugosidade superficial e estabilidade estrutural. Sessenta e quatro discos de zircônia (11,78 mm de diâmetro x 1,35 mm de espessura) foram preparados simulando a fabricação de restaurações de zircônias monolíticas em um laboratório de prótese dentária. Os espécimes foram divididos em dois grupos (n=32): grupo controle e grupo de envelhecimento acelerado, nos quais 4 espécimes foram utilizados para análise de transformação de fase (DRX), rugosidade superficial (MFA), dureza, módulo de Young e análise elemental (MEV), e 28 espécimes foram utilizados para resistência a flexão biaxial. Para o envelhecimento acelerado através da degradação por baixa temperatura (low-temperature degradation – LTD), os espécimes de zircônia foram colocados em um frasco contendo saliva artificial aquecida até a ebulição (100°C – 7 dias). As médias e os desvios-padrões foram calculados utilizando todas as observações para cada condição e avaliadas utilizando teste-t ($p < 0.05$). LTD promoveu aumento da rugosidade superficial e do conteúdo de fase monoclinica da zircônia (aumento maior na região superficial), concomitantemente, promoveu diminuição da dureza e módulo de Young. O conteúdo de Ytria e a resistência flexural não foram alterados. Apesar do LTD promover alterações superficiais na zircônia, como aumento da rugosidade e indução de transformação de fase (tetragonal → monoclinica), não houve alterações significativas no corpo da zircônia, o que representa um fator importante para função in vivo a longo prazo desse material.

Ozcan et al.²² (2013) avaliaram o efeito de protocolos de jateamento na resistência flexural, caracterização de superfície e transformação de fase da zircônia, após ciclagem mecânica. Discos de zircônia (15 mm de diâmetro x 1,2 mm de espessura) foram jateados de acordo com os seguintes grupos (n=8): a) partículas de Al_2O_3 de 50 μm ; b) partículas de Al_2O_3 de 110 μm revestidas por sílica (Rocatec Plus); c) partículas de Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica (Cojet Sand); d) sem jateamento (grupo controle). Após o jateamento, todos os grupos foram submetidos

a ciclagem mecânica (50 N, 20.000 ciclos, 1 Hz), e posteriormente foi realizado o teste de resistência a flexão biaxial. A rugosidade superficial foi mensurada através de perfilometria. A transformação de fase após o jateamento foi detectada através da espectroscopia micro-Raman, e o conteúdo relativo de fase monoclinica transformado, e a profundidade da zona transformada foi mensurada através de difração por raios-X (DRX). Os dados foram analisados através de ANOVA e pós-teste de Tukey. O módulo de Weibull foi calculado para cada grupo. A resistência flexural do grupo Cojet Sand foi estatisticamente igual ao grupo Rocatec Plus, e maior em relação ao grupo controle e ao grupo jateado com Al_2O_3 de 50 μm . O módulo de Weibull foi maior para o grupo controle. A rugosidade superficial foi maior para o grupo jateado com Al_2O_3 de 50 μm . Após todos os protocolos de jateamento, o conteúdo monoclinico e a profundidade da zona transformada aumentaram em comparação ao grupo controle. Os autores concluíram que o jateamento aumentou a rugosidade e o conteúdo de fase monoclinica da zircônia, e que o jateamento com Cojet Sand também aumentou a resistência flexural.

Um estudo sobre o efeito de diferentes protocolos de jateamento na resistência a flexão biaxial e estabilidade estrutural da zircônia foi realizado por Souza et al.²¹ (2013). Para isso, os espécimes de zircônia foram divididos nos seguintes grupos (n=20): 1) Controle (sinterizado); 2) jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (2,5 bar); 3) jateamento com Al_2O_3 de 50 μm (3,5 bar); 4) jateamento com Al_2O_3 de 110 μm (2,5 bar); 5) jateamento com Al_2O_3 de 110 μm (3,5 bar); 6) jateamento com SiO_2 de 30 μm (2,5 bar) (Cojet); 7) jateamento com SiO_2 de 30 μm (3,5 bar); 8) jateamento com SiO_2 de 110 μm (2,5 bar) (Rocatec Plus); 9) jateamento com SiO_2 de 110 μm (3,5 bar). Todos os jateamentos foram realizados por 20 s a uma distância de 10 mm. Metade dos espécimes foi submetida ao teste de resistência a flexão biaxial imediatamente, enquanto que a outra metade foi submetida a ciclagem mecânica em água (100.000 ciclos; 50 N; 4 Hz; 37°C) previamente ao teste. Foram realizadas as análises de transformação de fase (tetragonal \rightarrow monoclinica), conteúdo relativo de zircônia monoclinica transformada (F_M), profundidade de zona transformada (PZT) e rugosidade superficial. Os resultados mostraram que o tipo da partícula, a pressão e a ciclagem mecânica não influenciaram a resistência flexural. Com exceção do grupo jateado com Al_2O_3 de 110 μm com 3,5 bar, todos os protocolos de jateamento aumentaram a resistência flexural, nos grupos com ou sem

envelhecimento. A rugosidade superficial foi maior no grupo com Al_2O_3 de 110 μm . Os valores de F_M variaram de 0% a 27,21% e o valor de PZT variou de 0 a 1,43 μm , com os maiores valores obtidos pelo grupo Rocatec Plus e Al_2O_3 de 110 μm com pressão de 3,5 bar.

Amaral et al.¹⁸ (2013) avaliaram a influência de tratamentos superficiais na zircônia na degradação por baixas temperaturas (*low-temperature degradation – LTD*). Discos de zircônia foram submetidos aos seguintes tratamentos: C (controle: sem tratamento); Si (jateamento com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica de 30 μm); Al (jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm) e D (desgaste com disco diamantado). Metade dos espécimes foi submetida ao envelhecimento por autoclave (12h; 127°C; 1,5 bar). Foram realizadas análises de transformação de fase, rugosidade e resistência a flexão biaxial. Todos os grupos apresentaram um aumento no conteúdo de fase monoclinica após o envelhecimento. A transformação de fase tetragonal \rightarrow monoclinica foi notável no grupo controle, o qual também apresentou um significativo aumento da resistência. O grupo D também apresentou aumento na resistência, mas uma rugosidade inicial menor. O grupo submetido ao jateamento exibiu uma quantidade inicial maior de fase monoclinica e um pequeno aumento após o envelhecimento, contudo a resistência não foi afetada. Os efeitos do envelhecimento foram diferentes para cada superfície tratada. Aparentemente, o LTD pode ser suprimido por superfícies mais lisas (grupos C e D) ou pela presença de uma quantidade inicial de fase monoclinica na superfície da zircônia.

Egilmez et al.⁴⁴ (2014) avaliaram a influência do jateamento com diferentes pressões na transformação de fase, resistência flexural e módulo de Weibull em uma cerâmica Y-TZP, e sua susceptibilidade ao LTD (*low-temperature degradation*) frente ao envelhecimento químico e térmico. Espécimes de zircônia (Lava Frame 3M-ESPE) com dimensões 19,3 mm x 14,5 mm x 1,3 mm foram divididos em 7 grupos (n=15): A: controle; B1, B2 e B3: jateamento com Al_2O_3 de 110 μm com pressão de 200 kPa, 400 kPa e 600 kPa (2 bar, 4 bar e 6 bar), respectivamente; C: ciclagem mecânica (20.000 ciclos, 200 N, 10 Hz, entre 10% e 100% da carga); D: autoclave (134°C, 200 kPa, 5 h); E: imersão em ácido acético a 4% (80 \pm 5°, 168 h). Todos os grupos experimentais foram submetidos ao teste de resistência a flexão a três pontos, em máquina de ensaios mecânicos. Espécimes adicionais de cada grupo

(n=2) foram analisados por difração de raios-X (DRX) e em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados mostraram diferenças significativas na resistência flexural em todos os grupos. O maior valor foi obtido pelo grupo B2, enquanto o menor, pelo grupo E. Um maior conteúdo de fase monoclinica foi observado nos grupos D, E e B3. Por outro lado, os grupos A, B1 e B2 apresentaram menor conteúdo de fase monoclinica. Os autores concluíram que a resistência flexural da zircônia diminuiu após a degradação química, e que os tratamentos mudaram a confiabilidade da resistência do material. O grupo submetido a degradação térmica em autoclave foi o que apresentou maior transformação de fase (tetragonal → monoclinica), e também maior módulo de Weibull.

O efeito do envelhecimento na resistência mecânica da zircônia foi estudado por Pereira et al.⁴⁵ (2015). Para isso, foram confeccionados 204 discos de zircônia (Lava Frame – 3M ESPE), os quais foram polidos (lixas carbeto de silício de granulação #600 e #1200), sinterizados, obtendo a dimensão de 15 mm de diâmetro e 12 mm de espessura, e divididos em seis grupos (n=34): 1) controle (sem tratamento) (C); 2) controle + envelhecimento (autoclave a 134°C, com pressão de 2 bar, por um período de 20 h) (CE); 3) polimento grosseiro (fresa diamantada #3101G) (G); 4) polimento grosseiro + envelhecimento (GE); 5) polimento fino (fresa diamantada extrafina #3101 FF) (F); e 6) polimento fino + envelhecimento (FE). Para observar a transformação de fase, foi realizada uma análise quantitativa através de difração por raios-X (DRX) (n=2). A rugosidade superficial foi analisada através de rugosímetro (n=30) e a topografia da superfície através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (n=2). Após isso, foi realizado o teste de resistência a flexão biaxial, em máquina de ensaios mecânicos, e a análise fractográfica foi realizada nos espécimes representativos em microscópio de luz e em MEV. Os resultados mostraram que a rugosidade superficial aumentou de acordo com o tamanho do grão (G>F>C). Quando os grupos C e F foram envelhecidos, a rugosidade diminuiu. O inverso ocorreu com o grupo G. O polimento e o envelhecimento promoveram aumento de conteúdo monoclinico (*m*), embora tenham sido observadas susceptibilidades diferentes à degradação, já que o grupo GE foi o único que apresentou degradação das propriedades mecânicas, mostrando que o alto conteúdo de fase monoclinica não deve ser o único aspecto a ser levado em consideração para prever a durabilidade do material. A análise de Weibull mostrou

que houve um aumento na resistência característica após o desgaste, devido ao aumento de conteúdo monoclinico, porém o envelhecimento promoveu padrões diferentes ($C < CE$; $F = FE$; $G > GE$). Em todos os grupos, o defeito inicial foi observado na superfície em que foi submetida à força de tração, provavelmente gerado durante a confecção da amostra, ou pelas irregularidades criadas pelo polimento. Os autores concluíram que os efeitos do envelhecimento parecem se intensificar em superfícies mais irregulares.

O comportamento da superfície da zircônia tratada, frente ao LTD foi investigado por Inokoshi et al.¹ (2015). Foram confeccionados dezesseis espécimes de zircônia (10 mm x 5 mm x 3 mm) de sete marcas comerciais (Aadvá – GC, In-CeramYZ – Vita, IPS e.max ZirCAD – Ivoclar Vivadent, Lava Frame e Lava Plus – 3M ESPE, NANOZR – Panasonic, ZirTough – Kuraray Noritake). Os espécimes de cada marca comercial foram divididos em 4 grupos de acordo com o tratamento de superfície (n=4): sem tratamento (controle); polimento rugoso; jateamento com Al_2O_3 de 50 μm ; e jateamento com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica (Cojet) de 30 μm . Um espécime de cada grupo foi utilizado para análise micro estrutural em microscopia eletrônica de varredura (MEV), e nos outros três foram realizadas as análises de rugosidade superficial, micro-Raman e difração por raios-X (DRX). Em seguida, foi realizada a indução de LTD (*low-temperature degradation*) nos espécimes e, para isso, eles foram colocados em autoclave a 134°C, com pressão de 2 bar, durante 40 horas. Após isso, foi realizada, novamente, a análise de DRX. Um espécime adicional de cada grupo foi confeccionado para mensuramento do tamanho de grão. Para isso, esses espécimes receberam tratamento térmico (1350°C por 20 min) para a exposição dos grãos, e o tamanho médio dos grãos foi medido através de MEV. Os espécimes das marcas Aadvá, In-CeramYZ, IPS e.max ZirCAD, Lava Frame e Lava Plus apresentaram comportamento semelhante frente ao LTD. O jateamento com Al_2O_3 de 50 μm promoveu maior conteúdo de fase monoclinica. As superfícies dos espécimes sem tratamento se degradaram mais rapidamente em relação às superfícies tratadas. Apesar da zircônia NANOZR (Ce-TZP/ Al_2O_3) ter apresentado um conteúdo inicial de fase monoclinica maior comparado às zircônias Y-TZP, ela demonstrou maior resistência ao envelhecimento. In-CeramYZ revelou grãos maiores em relação às outras marcas. Os autores concluíram que o tratamento de superfície aumentou a resistência ao

envelhecimento das zircônias Y-TZP (Aadva, In-CeramYZ, IPS e.max ZirCAD, Lava Frame e Lava Plus), não afetou o comportamento o da zircônia Ce-TZP/ Al_2O_3 (NANOZR), e diminuiu a resistência ao envelhecimento da zircônia Y-TZP/ Al_2O_3 (ZirTough).

Pereira et al.⁴⁶ (2016), analisaram o efeito do desgaste e do envelhecimento pela degradação por baixa temperatura (*low-temperature degradation* – LTD) no limite de fadiga de dois tipos de zircônia: Lava Frame (zircônia de infraestrutura) e Zirlux (zircônia monolítica). Oitenta discos (1,2 mm \pm 0,2 de espessura e 14 mm \pm de diâmetro) de cada material foram confeccionados e alocados aleatoriamente em 4 grupos (n=20) de acordo com o tratamento de superfície executado (desgaste com fresa diamantada X sem desgaste) e processo de envelhecimento (envelhecimento em autoclave (134°C/ 20 horas/ 2 bar) X sem envelhecimento). Para cada condição avaliada, foi realizada análise de rugosidade através de rugosímetro e de microscopia de força atômica. O teste de limite de fadiga por flexão biaxial foi realizado, e a média (20.000 ciclos) foi determinada sob carga sinusoidal, pelo método de escada. Após o teste mecânico, foi realizada análise fractográfica nos espécimes, para determinar a origem da fratura. Houve aumento do conteúdo de fase monoclinica após o desgaste e envelhecimento, porém com intensidades diferentes. Não houve alteração de rugosidade após o envelhecimento para os espécimes sem desgaste, porém, houve aumento da rugosidade nos que foram submetidos ao desgaste. Para a zircônia Lava, o envelhecimento aumentou a resistência a fadiga nos grupos sem desgaste, e não teve influência nos grupos com desgaste. Para Zirlux, o envelhecimento e o desgaste promoveram aumento no limite de fadiga. A análise fractográfica mostrou que todas as fraturas tiveram origem no lado do espécime submetido à tração (superfície tratada), na região central. Concluiu-se que o desgaste e o envelhecimento não prejudicaram o limite de fadiga de ambos os materiais, apesar dessas condições promoverem um aumento no conteúdo de fase monoclinica.

Cotic et al.⁴⁷ (2016) investigaram a influência do jateamento e do envelhecimento acelerado na resistência de duas zircônias com a mesma composição química, mas tamanhos de grãos diferentes, obtidos por sinterização com diferentes temperaturas. Cento e oitenta discos de zircônia foram

confeccionados utilizando o pó de 3Y-TZP (TZ-3YB-|E, Tosoh, Tokyo, Japan) e divididas em dois grupos de acordo com a temperatura de sinterização. O primeiro grupo foi sinterizado a 1400°C, enquanto o segundo a 1500°C (ambos por 2h). Após a sinterização, os discos apresentavam em média 15,80 mm de diâmetro x 1,48 mm de espessura. O tamanho dos grãos foi analisado por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando-se o método de interceptação linear (norma ASTM E112-13). A densidade relativa foi determinada pelo método de Archimedes, utilizando-se água destilada como líquido de imersão. Após isso, os discos foram divididos em 18 grupos (n=10) de acordo com o protocolo de jateamento (sem jateamento; jateamento com partículas de Al₂O₃ de 50 µm; e jateamento com partículas de Al₂O₃ de 110 µm) e de envelhecimento acelerado em água deionizada a 134°C (sem envelhecimento; envelhecimento por 12h; envelhecimento por 48h). Três espécimes de cada grupo foram analisados em difração por raios-X (DRX), e o teste de resistência a flexão biaxial foi realizado em máquina de ensaios mecânicos. A sinterização por 1400°C promoveu grãos menores em relação a 1500°C, e maior resistência ao LTD (degradação por baixas temperaturas – *low-temperature degradation*). Porém, quando esses dois materiais foram jateados, os grãos maiores promoveram um fortalecimento superficial, aumentando a resistência ao envelhecimento, e um desempenho geral superior, apesar de ter apresentado uma transformação de fase mais pronunciada. Concluiu-se que a temperatura de sinterização teve um menor efeito na resistência flexural, mas demonstrou ser importante no comportamento da zircônia frente ao envelhecimento.

Um estudo para avaliar o efeito combinado do jateamento e do envelhecimento prolongado in vitro na resistência flexural da zircônia foi realizado por Cotic et al.⁴⁸ (2017). Para isso, discos de zircônia foram divididos em apenas sinterizados ou sinterizados e jateados com Al₂O₃ de 110 µm. Após isso, os espécimes foram submetidos ao envelhecimento em autoclave a 134°C durante 480 horas. Foi realizado o teste de resistência a flexão biaxial e a análise de transformação de fase através de difração por raios-X (DRX). Os resultados mostraram que o jateamento promoveu diferenças na microestrutura do material. Uma camada de 10 µm de zona alterada abaixo da superfície jateada foi detectada, o que propiciou o aumento na resistência ao envelhecimento. Quando essa camada foi destruída pelo LTD (degradação por baixas temperaturas – *low-temperature*

degradation), a resistência dos espécimes voltou a ser como era antes do jateamento. Mesmo com o envelhecimento prolongado, a resistência dos espécimes jateados não foi menor do que a dos grupos apenas sinterizados. Os autores concluíram que ambas a energia cinética e a resistência flexural foram afetadas pelo jateamento, o que também proporcionou alterações microestruturais e na transformação de fase. O jateamento, dessa forma, não foi prejudicial para a estabilidade da zircônia.

O efeito de diferentes tratamentos superficiais na resistência a flexão biaxial da zircônia foi analisado por Jain et al.⁴⁹ (2018). Cinquenta discos de zircônia foram confeccionados e divididos em: 1) C (controle: sem tratamento); Si (jateamento com Al_2O_3 revestidas por sílica de 30 μm); CM (ciclagem mecânica: 10.000 ciclos/ 2 Hz/ 20 a 250 N/ 37°C); AU (autoclave: 127°C/ 1,5 bar/ 12 horas); TC (tratamento cumulativo: Si + CM + AU). Foi realizado o teste de resistência a flexão biaxial e a análise de transformação de fase (DRX). O maior valor de resistência foi alcançado pelo grupo Si, seguido pelos grupos AU, TC e CM, respectivamente. A análise de DRX mostrou que o grupo C apresentou 100% de fase tetragonal, e o grupo com maior quantidade de fase monoclinica foi o grupo AU. Os autores concluíram que os tratamentos propostos não só não prejudicaram a resistência mecânica da zircônia, como ajudaram a melhorá-la, portanto são procedimentos que podem ser executados na prática clínica.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Preparação dos Espécimes

Os espécimes (N=400) foram obtidos por meio de usinagem de blocos de zircônia pré-sinterizados (Lava; 3M ESPE AG, Seefeld, Germany) em cilindros (15 mm de diâmetro × 30 mm de comprimento), os quais foram seccionados em discos de 1,5 mm de espessura em uma cortadeira de precisão (Isomet 1000; Buehler Ltd, Lake Bluff, Ill), utilizando água resfriada e disco diamantado (Diamond Wafering Blade, Series 15LC Diamond nº 11-4276; Buehler Ltd, Lake Bluff, Ill). Após a lavagem com água corrente para remover detritos provenientes do corte, os espécimes receberam acabamento com pontas para polimento de cerâmica (Exa Cerapol 0361HP; Edenta AG, Au, Switzerland) com peça de mão em baixa velocidade. As duas faces do disco foram polidas, em movimentos circulares, de forma manual, com lixas abrasivas de carboneto de silício com granulações #600 e #1200 em condições de umidade.

4.2 Tratamento dos Espécimes

Nos grupos que não receberam o jateamento, os discos de zircônia foram sinterizados, e logo após foram submetidos ou não aos métodos de envelhecimento. Nos grupos jateados, o jateamento foi realizado com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 50 μm ou 120 μm (Bio-Art Equipamentos Odontológicos Ltda, SP, Brasil) antes (PRÉ) ou após (PÓS) o processo de sinterização da zircônia, e posteriormente foram submetidos ou não ao envelhecimento.

O jateamento foi realizado durante 15 s com pressão de 0,05 MPa e 0,28 MPa para o jateamento antes e após a sinterização, respectivamente³⁷. Foi utilizado um dispositivo para padronizar a distância de 10 mm entre a ponta do jateador e a superfície do espécime (Figura 1). Após o jateamento todos os espécimes foram limpos em ultrassom com isopropanol 99% por 3 min, e deixados secar a temperatura ambiente durante 24 h.

Figura 1 – Dispositivo utilizado para padronização da distância no jateamento



Fonte: Arquivo pessoal do autor

O processo de sinterização foi realizado conforme recomendações do fabricante (taxa de aquecimento = 20°C/min: 0°C - 1000°C; 10°C/min: 1000°C - 1500°C; tempo de espera = 2 h e taxa de resfriamento = 15°C/min: 1500°C - 800°C; 20°C/min: 800°C - 250°C – o forno foi aberto em 250°C) em forno Sirona (Sirona Dental Systems GmbH). As dimensões dos espécimes após a sinterização foram de 1,2 mm de espessura e 12 mm de diâmetro (ISO 6872)⁵⁰.

Para as etapas de envelhecimento, os espécimes foram submetidos à quatro condições experimentais (Figura 2):

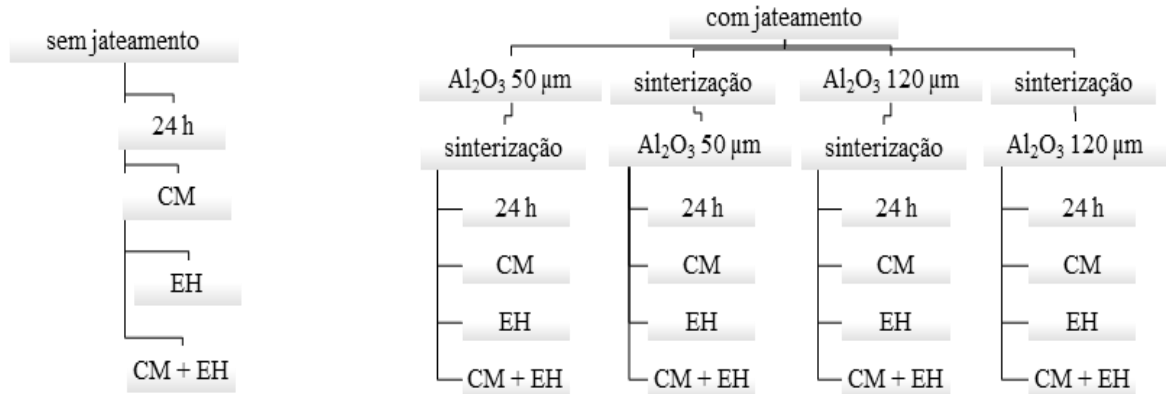
1) sem envelhecimento (24h): os espécimes foram armazenados em água destilada durante 24 h, em estufa a 37°C;

2) ciclagem mecânica (CM): os espécimes foram submetidos a 1×10^6 ciclos de flexão biaxial em um pistão e três esferas (conforme ISO 6872: 2008⁵⁰), na frequência de 2 Hz e carga de 100 N em uma máquina universal de ciclagem (Biocycle, Biopdi) sob imersão em água destilada a 37 ° C;

3) envelhecimento hidrotérmico (EH): os espécimes foram autoclavados a 134°C, com pressão de 2 bar, durante 20 horas⁴⁵.

4) ciclagem mecânica seguida por envelhecimento hidrotérmico (CM + EH): os espécimes foram submetidos inicialmente a ciclagem mecânica, e após isso, ao envelhecimento hidrotérmico, conforme parâmetros descritos acima.

Figura 2 - Esquema do planejamento experimental

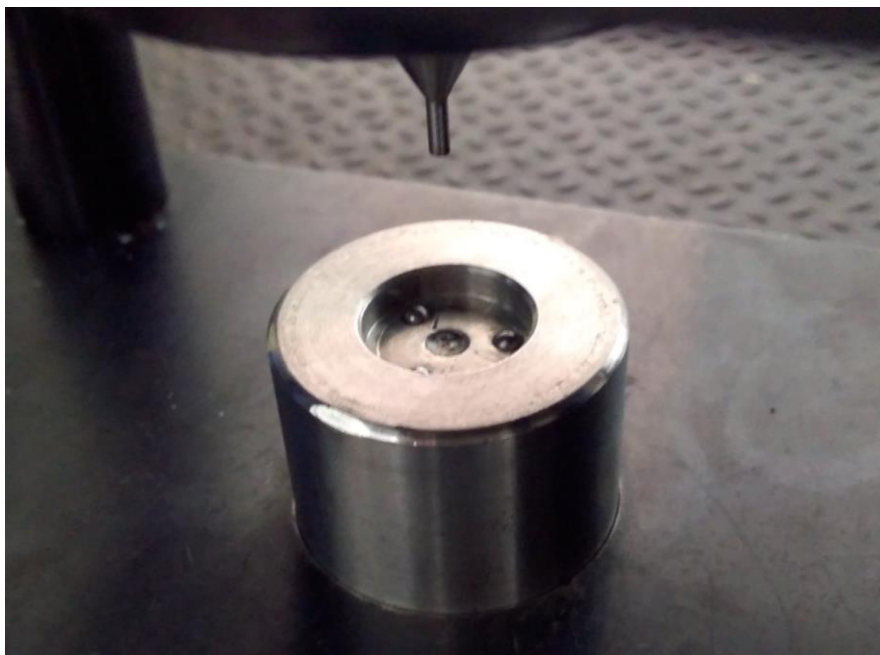


Fonte: Elaboração própria

4.3 Teste de Resistência à Flexão Biaxial

Após realizadas as etapas de envelhecimento, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à flexão biaxial (RFB), de acordo com a norma ISO 6872⁵⁰ para materiais cerâmicos. O teste foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL2000 Equipment and Systems Testing Ltd), com célula de carga de 10 kN, em uma velocidade de 1 mm/min até a fratura. Os espécimes foram posicionados sobre três esferas de aço com 2,5 mm de diâmetro, dispostas com um ângulo de 120° entre elas, formando um círculo de 10 mm de diâmetro (Figura 3). A carga foi aplicada no centro do espécime, por meio de um pistão de ponta reta, que apresentava 1,4 mm de diâmetro. Para o cálculo da resistência, foi utilizada a fórmula apresentada na norma ISO 6872⁵⁰.

Figura 3 - Dispositivo utilizado para o teste de RFB



Fonte: Arquivo pessoal do autor

4.4 Análise Fractográfica

Os espécimes fraturados foram analisados em estereomicroscópio (Leica EM SCD-500, Leica Mikrosysteme GmbH, Vienna, Austria), para detecção da origem da fratura. Essa análise foi realizada de acordo com os princípios de fractografia para cerâmicas e vidros⁵¹. Os espécimes fraturados representativos (n=2/ grupo) foram analisados em microscopia eletrônica de varredura (MEV) (FEG-JSM – 7500F; JEOL Ltd., Peabody, MA, EUA). Para isso os espécimes foram posicionados sobre um dispositivo metálico, com auxílio de uma fita dupla face. A análise foi realizada com $\times 40$ e $\times 60$ de aumento e voltagem de aceleração de 2,0 kV.

4.5 Análise de Weibull

A análise de regressão de Weibull baseada nos dados de RFB determinou tanto o módulo de Weibull (m) quanto a resistência característica (σ_0) de cada grupo. A distribuição de Weibull é dada pela fórmula:

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

Na qual P é a probabilidade de falha, σ é a resistência à flexão biaxial, σ_0 é a resistência característica à probabilidade de fratura de 63,21% e m é o módulo de Weibull.

4.6 Análise de Difração de Raios-X

A análise de difração de raios-X (DRX) foi realizada nas condições apresentadas na Tabela 1 para caracterizar cristalograficamente o efeito do jateamento na zircônia.

Tabela 1 - Condições analisadas em DRX

estágio verde
jateada no estágio verde (Al_2O_3 50 μm)
jateada no estágio verde (Al_2O_3 120 μm)
jateada no estágio verde (Al_2O_3 50 μm) e sinterizada
jateada no estágio verde (Al_2O_3 120 μm) e sinterizada
sinterizada
sinterizada e jateada (Al_2O_3 50 μm)
sinterizada e jateada (Al_2O_3 120 μm)

Fonte:Elaboração própria

Os dados de DRX ($n=1$) para as amostras analisadas foram coletados no difractômetro PANalytical (Empyrean), de 20 a 110° (2θ), com varredura contínua, com radiação de cobre ($\lambda_{\text{K}\alpha 1} = 1.5405\text{\AA}$, $\lambda_{\text{K}\alpha 2} = 1.5444\text{\AA}$, $I_{\text{K}\alpha 1}/I_{\text{K}\alpha 2} = 0.5$), fendas de divergência = 0,5 mm e recepção = 0,30 mm, potência do tubo dada por 40 kV X 40

mA. Para os refinamentos do método Rietveld⁵², o programa General Structure Analysis System (GSAS)⁵³ foi usado com a interface EXPGUI⁵⁴. O parâmetro da estrutura cristalina utilizado como base do código da Base de Dados de Estrutura do Cristal Inorgânico (ICSD) foi 66781 e 23928 (ZrO₂, tetragonal. Chamado t- ZrO₂ (I) e t- ZrO₂ (II), respectivamente), 18190 (ZrO₂, monoclinico Chamado ZrO₂) e 53998 (ZrO₂, cúbico. Chamado ZrO₂).

A função usada para ajustar o perfil foi o pseudo-Voigt de Thompson-Cox-Hastings (pV-TCH)⁵⁵. A assimetria da reflexão devido à divergência axial foi corrigida pelo modelo descrito por Finger et al.⁵⁶ A anisotropia foi corrigida pelo modelo fenomenológico de microdeformação descrito por Stephens⁵⁷ e a quantificação das fases cristalinas é determinada conforme descrito por Hill e Howard⁵⁸.

4.7 Análise Estatística

Os dados de resistência à flexão biaxial dos grupos jateados foram analisados por ANOVA três fatores para determinar os efeitos do momento do jateamento, tamanho da partícula e condições de envelhecimento, seguido pelo teste pós-hoc de Games Howell para comparações múltiplas. ANOVA um fator com correção de Welch seguido pelo teste pós-hoc de Games Howell foram aplicados para permitir a comparação entre os grupos não jateados, e também entre os grupos jateados com os respectivos grupos não jateados. A análise estatística foi realizada usando o software IBM SPSS Statistics (IBM SPSS Statistics Versão 22.0; SPSS Inc.). O nível de significância foi estabelecido em $P < 0,05$.

5 RESULTADOS

De acordo com os resultados da ANOVA 3 fatores (Tabela 2), a interação entre os três fatores foi significativa ($P = 0,008$).

Tabela 2 - ANOVA três fatores (momento x partícula x envelhecimento): grupos jateados

Fonte de variação	SS	df	MS	F	P	η^2_p
momento	10150695,52	1	10150695,52	565,84	<0,001	0,651
partícula	6064088,19	1	6064088,19	338,03	<0,001	0,527
envelhecimento	822642,58	3	274214,19	15,29	<0,001	0,131
momento * partícula	198897,52	1	198897,52	11,09	0,001	0,035
momento * envelhecim.	545199,56	3	181733,18	10,13	<0,001	0,091
partícula * envelhecim.	135047,56	3	45015,85	2,51	0,059	0,024
mom. * part. *envelhecim.	213697,03	3	71232,34	3,97	0,008	0,038
Erro	5453545,84	304	17939,30			
Total	380026799,86	320				

Fonte: Elaboração própria

A Tabela 3 mostra os valores médios de resistência a flexão biaxial (MPa), os desvios padrão e as diferenças estatísticas entre os grupos submetidos ao jateamento. Esses grupos podem ser alocados em três grupos maiores de acordo com a resistência mecânica. Todos os grupos 120 μm / PÓS alcançaram os maiores valores de resistência a flexão biaxial. Todos os grupos 50 μm / PÓS e os grupos 120 μm / PRÉ/ envelhecidos exibiram uma posição intermediária. Finalmente, o grupo 120 μm / PRÉ/ sem envelhecimento e todos os grupos 50 μm / PRÉ apresentaram os menores valores de resistência a flexão biaxial.

Tabela 3 - Médias de RFB (MPa), desvio-padrão e grupamentos estatísticos

Grupos	Médias (\pm) DP	
120/PÓS/CM	1409,78 \pm 152,96	A
120/PÓS/sem envelhecimento	1408,62 \pm 229,20	A
120/PÓS/EH	1403,57 \pm 178,71	A
120/PÓS/CM + EH	1362,44 \pm 192,17	A
50/PÓS/EH	1153,51 \pm 120,72	B
120/PRÉ/EH	1110,22 \pm 113,50	B
50/PÓS/CM	1082,98 \pm 116,82	B
50/PÓS/sem envelhecimento	1059,99 \pm 121,43	B
120/PRÉ/CM	1030,59 \pm 104,97	B
120/PRÉ/CM + EH	1008,60 \pm 133,89	B
50/PÓS/CM + EH	987,20 \pm 177,12	BC
50/PRÉ/EH	872,27 \pm 59,63	CD
120/PRÉ/sem envelhecimento	810,71 \pm 90,77	DE
50/PRÉ/CM + EH	792,53 \pm 64,00	E
50/PRÉ/sem envelhecimento	700,66 \pm 81,81	F
50/PRÉ/CM	692,83 \pm 59,02	F

Letras diferentes indicam diferenças significativas ($P < 0,05$).

Fonte: Elaboração própria

Os resultados da ANOVA - 1 fator com correção de Welch indicaram diferença significativa entre os grupos ($F = 76,346$, $P < 0,001$). A Tabela 4 apresenta os valores médios de RFB (MPa), os desvios-padrão e os resultados estatísticos entre os grupos não submetidos ao jateamento, bem como as comparações dos grupos jateados com os respectivos grupos sem jateamento, ou seja, às 24 h (não envelhecido) e dentro de cada condição de envelhecimento. Entre os grupos não submetidos ao jateamento, o grupo submetido ao envelhecimento hidrotérmico foi o único que diferiu significativamente do grupo sem jateamento/ sem envelhecimento, apresentando um aumento na resistência mecânica. Todos os grupos 50 μm / PRÉ e o grupo 120 μm / PRÉ/ sem envelhecimento exibiram RFB significativamente menor em comparação com seus respectivos grupos não jateados. Em contraste, os grupos 120 μm / PÓS/ sem envelhecimento e 120 μm / PÓS/ CM apresentaram

significativamente maior resistência mecânica em relação aos seus respectivos grupos não submetidos ao jateamento.

Tabela 4 – Média de RFB (MPa), desvio padrão dos grupos não jateados e comparação estatística entre eles e os grupos não jateados com os respectivos grupos jateados.

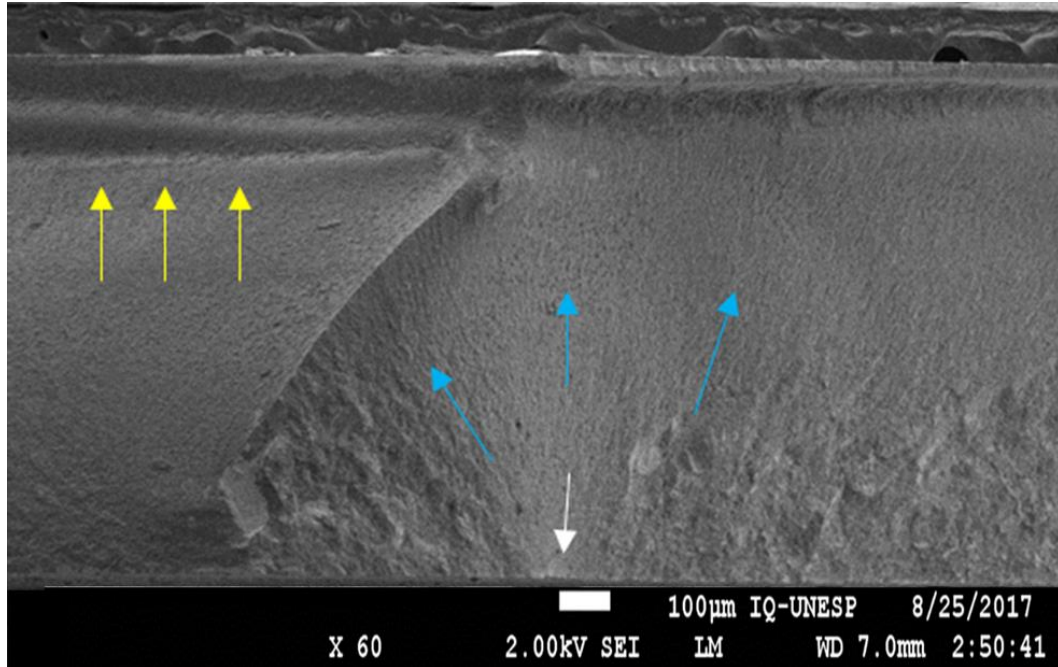
	Não jateados	50 µm/PRÉ	50 µm/PÓS	120 µm/PRÉ	120µm/PÓS
Sem envelhecimento (24h)	1015,8 ± 159,4 B				
CM	1151,3 ± 154,9 AB	↓		↓	↑
EH	1224,9 ± 111,1 A	↓			↑
CM + EH	1184,8 ± 198,8 AB	↓			

Letras diferentes indicam diferenças significativas ($P < 0,05$) entre os grupos não jateados (na coluna). Os símbolos ↓ ou ↑ indicam respectivamente o aumento ou diminuição ($P < 0,05$) na RFB em comparação com o respectivo grupo não jateado (na linha). Células em branco significam igualdade estatística.

Fonte: Elaboração própria

Modos de fraturas semelhantes foram observados em todos os grupos. O defeito inicial teve origem no lado do espécime submetido a tensão de tração na região central (Figura 4), uma vez que a curva de compressão (*compression curl*) está na região oposta e há presença dos *hackles* que demonstram a direção de propagação da trinca (dpt). Em função de o modo de fratura ter sido o mesmo em todos os grupos, a Figura 4 ilustra o modo de falha observado.

Figura 4 - Imagem representativa obtida em MEV da superfície fraturada (grupo PRÉ/120 μm / EH). As setas brancas indicam a origem da fratura, as setas amarelas indicam a curva de compressão e as setas azuis indicam os *hackles* na direção de propagação das trincas.



Fonte: Elaboração própria

O módulo de Weibull (m), a resistência característica (σ_0) e os respectivos intervalos de confiança (IC) em níveis de confiança de 95% estão apresentados na Tabela 5. A resistência característica seguiu as diferenças estatísticas encontradas para a RFB, exceto para os grupos 120 μm / PRÉ/ com envelhecimentos e 120 μm / PÓS/ EH, grupo que exibiu RFB estatisticamente semelhante, mas resistência característica significativamente maior em comparação com os respectivos grupos não jateados. Com exceção do grupo 50 μm / PÓS/ CM + EH, o envelhecimento não reduziu o módulo dos grupos envelhecidos quando comparados com os respectivos grupos sem envelhecimento.

Tabela 5 - Módulo de Weibull (m), resistência característica (σ_0 , MPa), e os correspondentes intervalos de confiança (IC) com nível de confiança de 95%.

Grupos	m	IC (95%) m	σ_0	IC (95%) σ_0
120/PRÉ/sem envelhec.	10,7 ABC	6,8-14,5	831,9 HI	790,5-874,7
50/PRÉ/sem envelhec.	7,7 BCD	4,9-10,4	732,0 JK	681,7-785,2
120/PÓS/sem envelhec.	7,2 BCD	4,6-9,7	1471,5 A	1364,1-1585,4
50/PÓS/sem envelhec.	8,7 ABC	5,5-11,7	1098,9 DEF	1031,8-1169,1
sem jat./sem envelhec.	7,7 BCD	4,9-10,3	1058,5 EF	985,5-1135,5
120/PRÉ/EH	11,1 ABC	7,5-15,9	1134,7 DEF	1083,2-1187,8
50/PRÉ/EH	17,6 A	11,1-23,7	880,3 GH	853,2-907,7
120/PÓS/EH	8,6 ABC	5,4-11,5	1455,3 A	1365,0-1549,9
50/PÓS/EH	10,7 ABC	6,8-14,4	1183,7 CDE	1124,4-1245,1
sem jat./EH	12,8 ABC	8,1-17,2	1248,2 C	1195,7-1302,1
120/PRÉ/CM	11,8 ABC	7,5-15,9	1053,4 F	1005,7-1102,6
50/PRÉ/CM	13,9 AB	8,8-18,8	704,0 K	676,8-731,8
120/PÓS/CM	10,6 ABC	6,7-14,3	1446,9 A	1374,1-1522,2
50/PÓS/CM	10,4 ABC	6,6-13,9	1112,7 DEF	1055,3-1172,2
sem jat./CM	8,6 ABC	5,4-11,5	1192,9 CDE	1118,9-1270,6
120/PRÉ/CM+EH	8,8 ABC	5,6-11,9	1043,4 F	980,6-1109,1
50/PRÉ/CM+EH	14,8 AB	9,4-19,9	803,5 IJ	774,2-833,4
120/PÓS/CM+EH	8,1 BC	5,1-10,9	1415,9 AB	1322,8-1513,9
50/PÓS/CM+EH	3,8 D	2,4-5,1	1027,7 DEFG	888,3-1186,2
sem jat./CM+EH	6,2 CD	3,9-8,4	1250,0 BCD	1144,3-1363,3

Letras diferentes indicam diferenças significativas ($P < 0,05$).

Fonte: Elaboração própria

A Tabela 6 mostra a quantidade relativa (%) das diferentes fases. A fase verde exibiu um pouco de conteúdo m-ZrO₂ (10,4%) - provavelmente resultante do processo de corte para obtenção dos espécimes - o que aumentou com o jateamento. O jateamento antes da sinterização com partículas de Al₂O₃ de 50 µm promoveu maior conteúdo de fase monoclinica (30,2%) em relação às partículas de 120 µm (18,6%). O processo de sinterização zerou o conteúdo monoclinico. O jateamento após a sinterização com partículas de Al₂O₃ 50 µm e 120 µm induziram 12,5% e 32,3%, respectivamente, a transformação de fase tetragonal para monoclinica.

Tabela 6 - Resultados da análise de DRX (%)

Condições Iniciais	t-ZrO ₂	m-ZrO ₂	c-ZrO ₂	t-ZrO ₂ *
estágio verde	89,5	10,4	-	-
jateada no estágio verde (Al ₂ O ₃ 50 µm)	57,3	30,2	12,4	-
jateada no estágio verde (Al ₂ O ₃ 120 µm)	74,2	18,6	7,2	-
jateada no estágio verde (Al ₂ O ₃ 50 µm) e sinterizada	79,4	-	20,5	-
jateada no estágio verde (Al ₂ O ₃ 120 µm) e sinterizada	78,3	-	21,6	-
sinterizada	80,2	-	19,7	-
sinterizada e jateada (Al ₂ O ₃ 50 µm)	50,8	12,5	7,2	29,4
sinterizada e jateada (Al ₂ O ₃ 120 µm)	37,2	32,3	22,9	7,5

Fonte: Elaboração própria

6 DISCUSSÃO

O presente estudo foi conduzido para avaliar a influência do momento do jateamento, tamanho da partícula e condições de envelhecimento na resistência mecânica da cerâmica Y-TZP. A hipótese nula do estudo foi de que esses fatores não influenciariam a resistência desse material. Observamos que a maior RFB foi obtida quando partículas maiores foram usadas para jatear a zircônia previamente sinterizada, enquanto os menores valores foram obtidos quando este material foi jateado no estágio verde (antes da sinterização), com partículas menores. Esse achado ocorreu tanto em curto prazo quanto após as condições de envelhecimento. Observou-se também que o envelhecimento não reduziu a RFB da cerâmica Y-TZP quando comparado a curto prazo (24h); pelo contrário, em geral, o envelhecimento aumentou a RFB quando a cerâmica Y-TZP foi submetida ao jateamento antes da sinterização. Em vista desses resultados, a hipótese nula foi rejeitada.

No presente estudo, o grupo 120 μm / PÓS /sem envelhecimento apresentou RFB e resistência característica significativamente maiores em comparação com os grupos 50 μm / PÓS/ sem envelhecimento e os grupos sem jateamento/ sem envelhecimento. Isto pode ser explicado pela transformação mais pronunciada da fase tetragonal para monoclinica no grupo 120 μm / PÓS (32,3%) em comparação com o grupo 50 μm / PÓS (12,5%) e o grupo só sinterizado (0%), como revelado pela análise de DRX do presente estudo. A transformação de fase ocorre com 3-4% de expansão de volume, resultando em tensões de compressão que impedem a propagação das microtrincas criadas pelo jateamento, aumentando de forma imediata a resistência flexural¹⁴⁻¹⁶. Como observado no presente estudo, alguns estudos^{1,32-34,37} também relataram que o conteúdo da fase monoclinica aumenta de acordo com o tamanho da partícula. No entanto, existe uma preocupação quanto aos danos superficiais proporcionados pelo jateamento com partículas mais grosseiras, considerado um procedimento mais agressivo. No entanto, Kosmac et al.⁵⁹ concluíram que as microtrincas superficiais causadas pelo jateamento não são determinantes na resistência e, de acordo com Kosmac et al.^{17,60}, com as microtrincas confinadas dentro da camada de estresse compressivo, a resistência à flexão pode ser melhorada. Isto é o que provavelmente aconteceu no presente estudo, caso contrário, a resistência apresentada pelo grupo 120 μm / PÓS/ sem

envelhecimento não teria sido a mais alta entre os grupos não envelhecidos. Além disso, diferente do estudo de Kosmac et al.⁵⁹ que relataram redução da confiabilidade após a zircônia ter sido submetida ao jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm , no presente estudo, o jateamento após a sinterização, independentemente do tamanho da partícula, não reduziu a confiabilidade do material quando comparado com o grupo sem jateamento. Em relação à semelhança estatística encontrada entre os grupos 50 μm /PÓS /sem envelhecimento e os grupos sem jateamento, a quantidade de fase monocínica decorrente do jateamento provavelmente não foi suficiente para aumentar a RFB e a resistência característica do grupo 50 μm / PÓS/ sem envelhecimento em comparação com o grupo sem jateamento/ sem envelhecimento. Este achado difere de estudos prévios^{15,18,37} que relataram um aumento na resistência flexural da zircônia após a realização do jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm .

Em contrapartida, embora o jateamento antes da sinterização também não tenha afetado a confiabilidade do material, esse procedimento diminuiu significativamente a resistência flexural a curto prazo e a resistência característica em comparação com o grupo sem jateamento, o que condiz com os resultados de outro estudo³³. Esse comportamento pode ser entendido pelo fato de que quando a zircônia é submetida ao jateamento em seu estágio verde, há uma transformação de fase tetragonal para monocínica³⁶⁻³⁸, que é revertida (monocínica \rightarrow tetragonal) após a sinterização, zerando o conteúdo da fase monocínica^{32,36-38}. Estes dois últimos resultados também foram observados em nossa análise de DRX. A transformação de fase reversa (monocínica \rightarrow tetragonal) libera as tensões de compressão responsáveis pela tenacificação da zircônia e pela prevenção da propagação das trincas decorrentes do jateamento, o que poderia levar a uma diminuição na resistência^{16,17}. Com relação ao tamanho da partícula utilizada no jateamento antes da sinterização da zircônia, a resistência flexural e a resistência característica do grupo 120 μm / PRÉ/ sem envelhecimento foram maiores que as do grupo 50 μm / PRÉ/ sem envelhecimento. Esse resultado foi inesperado, já que o jateamento com partículas maiores deveria ser mais agressivo. Além disso, independentemente do tamanho da partícula, as tensões de compressão devido a transformação de fase não estavam presentes para evitar a propagação das microtrincas. Estudos que compararam a resistência mecânica fornecida por esses

dois grupos não foram encontrados na literatura e, portanto, não há dados prévios para o entendimento de tal comportamento.

Em relação à resistência após os métodos de envelhecimento, não se esperava que a superioridade dos grupos 120 μm / PÓS fosse mantida, pois, semelhante a Ebeid et al.³⁸, acreditava-se que o jateamento após a sinterização, especialmente com partículas mais grosseiras induzindo maior porcentagem da fase monoclinica, aceleraria o processo de degradação do material, comprometendo sua resistência mecânica e resistência característica, bem como a confiabilidade, o que não aconteceu. Nossos resultados diferem de estudos prévios^{17,22,25,59}, que relataram maior confiabilidade para os grupos não submetidos ao jateamento em comparação aos grupos com jateamento. Alguns estudos^{1,33} observaram uma correlação positiva entre conteúdo monoclinico e o estresse compressivo. Segundo Inokoshi et al.¹, o estresse compressivo resultante do jateamento induz um intercâmbio dos eixos cristalográficos a e c que fornecem um mecanismo de tenacificação adicional nas cerâmicas Y-TZP, melhorando a resistência ao envelhecimento quando comparada com a condição sinterizada. Ozcan et al.²² mostraram que o jateamento com diferentes tamanhos de partículas proporcionou maior profundidade de zona transformada (PZT) em comparação com a zircônia sem jateamento. Ainda, no estudo de Souza et al.²¹, partículas mais grossas proporcionaram PZT mais espessa. Esses achados justificam os melhores resultados do grupo 120 μm / PÓS em relação aos demais grupos jateados, mesmo após diferentes métodos de envelhecimento, e também explicam suas médias mais elevadas de resistência flexural quando comparados com os respectivos grupos sem jateamento. Alguns estudos também relataram que o jateamento melhorou a resistência ao envelhecimento da cerâmica Y-TZP submetida a ciclagem mecânica^{20,59} ou ao envelhecimento hidrotérmico^{1,18,35,59}. No entanto, o pior desempenho dos grupos 50 μm / PRÉ pode ser atribuído ao fato de que a condição de envelhecimento foi aplicada em uma zircônia verde, com trincas superficiais resultantes do jateamento e ausência de tensões de compressão devido à sinterização. Apesar de alguns estudos^{1,19,26,30,31} mostrarem que o envelhecimento hidrotérmico, associado ou não a ciclagem mecânica, induz a transformação de fase, o que pode melhorar a resistência, no presente estudo, o aumento na resistência flexural observado nos grupos PRÉ não foi suficiente para alcançar a resistência dos respectivos grupos PÓS. Observando os valores de $\eta^2\text{p}$ apresentados na Tabela 2,

pode-se observar que o tamanho do efeito do momento do jateamento (0,651) e do tamanho de partícula (0,527) na determinação da resistência flexural foi muito alto, enquanto o da interação e do envelhecimento foi respectivamente pequeno (0,038) e moderado (0,131). Nossos resultados estão de acordo com o estudo de Oblak et al.¹⁹, no qual conclui-se que, mais do que a exposição da zircônia a várias condições de envelhecimento hidrotérmico, o tratamento superficial (no presente estudo tamanho de partícula/ momento do jateamento) determinou sua resistência mecânica a curto e a longo prazo. Além disso, de acordo com Kim et al.³⁵, o tratamento de superfície determina a porcentagem de transformação de fase induzida pelo envelhecimento hidrotérmico. No entanto, a análise fractográfica revelou que nenhum dos três fatores influenciou o padrão da fratura.

Uma das limitações do presente estudo foi que, por razões práticas, a análise de DRX foi realizada apenas para algumas condições iniciais da cerâmica Y-TZP. Para explicar alguns resultados do presente estudo envolvendo os grupos envelhecidos, baseamos as informações referentes à transformação de fases disponíveis na literatura. Uma análise de DRX envolvendo todos os grupos avaliados daria mais força aos nossos achados. Futuros estudos que avaliem esses mesmos cenários, mas em situações clínicas, devem ser conduzidos para observar se os fatores atuam da mesma maneira.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo in vitro, as seguintes conclusões foram tiradas:

1) O tratamento de superfície (tamanho de partícula/ momento do jateamento) determinou fortemente a resistência mecânica da zircônia a curto prazo (sem envelhecimento) e sob os métodos de envelhecimento. O jateamento da zircônia previamente sinterizada com partículas de Al_2O_3 de 120 μm forneceu os mais altos valores de resistência flexural, sem comprometer a confiabilidade do material. Em contrapartida, o jateamento da zircônia verde (antes da sinterização) com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (grupo 50 μm / PRÉ) foi a estratégia menos indicada.

2) Em todas as situações propostas, o envelhecimento não reduziu a resistência mecânica e a resistência característica da zircônia.

REFERÊNCIAS*

1. Inokoshi M, Vanmeensel K, Zhang F, De Munck J, Eliades G, Minakuchi S, et al. Aging resistance of surface-treated dental zirconia. *Dent Mater* 2015; 31(2): 182-94.
2. Bergamo ETP, da Silva WJ, Cesar PF, Del Bel Cury AA. Fracture load and phase transformation of monolithic zirconia crowns submitted to different aging protocols. *Oper Dent*. 2016; 41(5): 118-30.
3. Cobb DS, Vargas MA, Fridrich TA, Bouschlicher MR. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. *Oper Dent*. 2000; 25(5): 427-33.
4. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34(3): 195-206.
5. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. 2009; 91(2): 930-7.
6. Cavalcanti NA, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, et al. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg*. 2009; 27(3): 473-9.
7. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent*. 2009; 34(3): 280-7.
8. Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig*. 2010; 14(2): 187-92.
9. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009; 88(9): 817-22.
10. Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand*. 2011; 69(2): 88-94.
11. Angkasith P, Burgess JO, Bottino MC, Lawson NC. Cleaning methods for zirconia following salivary contamination. *J Prosthodont*. 2016; 25(5): 375-9.

*De acordo com Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca:

<http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalização-atualizado.pdf>

12. Aurelio IL, Marchionatti AME, Montagner AF, May LG, Soares FZM. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater.* 2016; 32(6): 827-45.
13. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater.* 2011; 27(1): 71-82.
14. 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(6): 426-33.
15. Qeblawi DM, Munoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010; 103(4): 210-20.
16. 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(1): 9-18.
17. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 304-13.
18. Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza ROA. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res Part B.* 2013; 101(8): 1387-92.
19. Oblak C, Verdenik I, Swain MV, Kosmac T. Survival-rate analysis of surface treated dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Mater Sci Mater Med.* 2014; 25(10): 2255-64.
20. Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HW. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μm silica-coated alumina particles. *Dent Mater.* 2011; 27(2): 28-42.
21. Souza ROA, Valandro LF, Melo RM, Machado JPB, Bottino MA, Ozcan M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013; 26: 155-63.
22. Ozcan M, Melo RM, Souza ROA, Machado JPB, Valandro LF, Bottino MA. Effect of air-particle abrasion protocols on the biaxial flexural strength, surface characteristics and phase transformation of zirconia after cyclic loading. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013; 20: 19-28.
23. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Thompson VP, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006; 19(5): 442-8.
24. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004; 7(2): 381-6.

25. Guess PC, Zhang Y, Kim JW, Rekow ED, Thompson VP. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. *J Dent Res.* 2010; 89(6): 592-6.
26. Kohorst P, Borchers L, Stempel J, Stiesch M, Hassel T, Bach FW, et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. *Acta Biomater.* 2012; 8(3): 1213-20.
27. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott A. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater.* 2011; 7(2): 858-65.
28. Flinn BD, Raigrodski AJ, Singh A, Mancl LA. Effect of hydrothermal degradation on three types of zirconias for dental application. *J Prosthet Dent.* 2014; 112(6): 1377-84.
29. Flinn BD, de Groot DA, Mancl LA, Raigrodski AJ. Accelerated aging characteristics of three yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline dental materials. *J Prosthet Dent.* 2012; 108(4): 223-30.
30. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hübsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater.* 2010; 6(12): 4547-52.
31. Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo GL. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. *J Dent.* 2017; 63: 94-102.
32. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent.* 2013; 41(2): 121-6.
33. Passos SP, Linke B, Major PW, Nychka JA. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. *Dent Mater.* 2015; 31(9): 1011-21.
34. Fonseca RG, Abi-Rached FO, Reis JMSN, Rambaldi E, Baldissara P. Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent.* 2013; 110(6): 510-4.
35. Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010; 89(1): 91-5.
36. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7): 651-63.
37. Abi-Rached FO, Martins SB, Almeida-Júnior AA, Adabo GL, Góes MS, Fonseca RG. Air abrasion before and/or after zirconia sintering: surface characterization, flexural strength, and resin cement bond strength. *Oper Dent.* 2015; 40(2): 66-75.

38. Ebeid K, Wille S, Salah T, Wahsh M, Zohdy M, Kern M. Evaluation of surface treatments of monolithic zirconia in different sintering stages. *J Prosthodont Res.* 2017; 62(2): 210-7.
39. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont.* 2011; 20(2): 97-100.
40. He M, Zhang Z, Zheng D, Ding N, Liu Y. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain. *Dent Mater J.* 2014; 33(6): 778-85.
41. Ramos-Tonello CM, Trevizo BF, Rodrigues RF, Magalhães APR, Furuse AY, Lisboa-Filho PN, et al. Pre-sintered Y-TZP sandblasting: effect on surface roughness, phase transformation, and Y-TZP/veneer bond strength. *J Appl Oral Sci.* 2017; 25(6): 666-73.
42. Martins SB, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Influence of particle and air-abrasion moment on Y-TZP surface characterization and bond strength. *J Prosthodont.* 2017 Dec 13 [Epub ahead of print]
43. Alghazzawi TF, Lemons J, Liu P, Essig ME, Bartolucci AA, Janowski GM. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. *J Prosthodont.* 2012; 21(5): 363-9.
44. Egilmez F, Ergun G, Cekik-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LVJ. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 37: 78-87.
45. Pereira GKR, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015; 45: 183-92.
46. Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 61: 45-54.
47. Cotic J, Jevnikar P, Kocjan A, Kosmac T. Complexity of the relationship between the sintering-temperature-dependent grain size, airborne-particle abrasion, ageing and strength of 3Y-TZP ceramic. *Dent Mater.* 2016; 32: 510-8.
48. Cotic J, Jevnikar P, Kocjan A. Ageing kinetics and strength of airborne-particle abraded 3Y-TZP ceramics. *Dent Mater.* 2017; 33(7): 847-56.
49. Jain T, Porwal A, Babu S, Khan ZA, Kaur C, Jain RB. Effect of different surface treatments on biaxial flexural strength of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. *J Contemp Dent Pract.* 2018; 19(3): 318-23.
50. International Organization for Standardization. ISO 6872: dentistry – ceramic materials. Geneva: ISO; 2008.

51. Quinn GD; National Institute of Standards and Technology. Fractography of ceramics and glasses. Washington: NIST; 2007. 546p. (Special Publication 960-16).
52. Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr.* 1969; 2: 65-71.
53. Larson AC, Von Dreele RB. GSAS: General structure analysis system. Los Alamos: National Laboratory Report LAUR; 2004. [acesso em 20 set 2017]. Disponível em: <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/ccp14/ftp-mirror/gsas/public/gsas/manual/GSASManual.pdf>
54. Toby BH. EXPGUI, a graphical user interface for GSAS. *J Appl Crystallogr.* 2001; 34: 210-3.
55. Young RA, Desai P. Crystallite size and microstrain indicators in Rietveld refinement. *Archi Mater Sci.* 1989; 10: 71-90.
56. Finger LW, Cox DE, Jephcoat AP. A correction for powder diffraction peak asymmetry due to axial divergence. *J Appl Crystallogr.* 1994; 27: 892-900.
57. Stephens P. Phenomenological model of anisotropic peak broadening in powder diffraction. *J Appl Crystallogr.* 1999; 32: 281-9.
58. Hill RJ, Howard CJ. Quantitative phase-analysis from neutron powder diffraction data using the Rietveld method. *J Appl Crystallogr.* 1987; 20: 467-74.
59. Kosmac T, Dakskobler A, Oblak C, Jevnikar P. The strength and hydrothermal stability of Y-TZP ceramics for dental applications. *Int J Appl Ceram Technol.* 2007; 4: 164-74.
60. Kosmac T, Oblak C, Marion L. The effects of dental grinding and sandblasting on ageing and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Eur Ceram Soc.* 2008; 28: 1085-90.

Autorizo a reprodução deste trabalho

(Direitos de publicação reservados ao autor).

Araraquara, 03 de agosto de 2018

Samira Branco Martins