



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

PRISCILLA CRISTOFORIDES PEREIRA TURCI

**EFEITO DE PROTOCOLOS DE JATEAMENTO NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO E TRANSFORMAÇÃO DE FASE
CRISTALINA EM CERÂMICA DE Y-TZP**

2014

PRISCILLA CRISTOFORIDES PEREIRA TURCI

**EFEITO DE PROTOCOLOS DE JATEAMENTO NA RESISTÊNCIA À
FLEXÃO E TRANSFORMAÇÃO DE FASE CRISTALINA EM CERÂMICAS
DE Y-TZP**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese dentária.

Orientador: Prof. Dr. Rubens Nisie Tango

São José dos Campos

2014

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático
para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos
Campos: ICT/UNESP; 2013.

T842e	Turci, Priscilla Cristoforides Pereira Efeito de protocolos de jateamento na resistência à flexão e transformação de fase cristalina em cerâmicas de Y-TZP / Priscilla Cristoforides Pereira Turci. - São José dos Campos: [s.n.], 2014. 89 f.: il. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) – Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 201. Orientador: Prof. Dr. Rubens Nisie Tango. 1. Zircônia. 2. Abrasão. 3. Óxido de alumínio. 4. Resistência à flexão. 5. Difração de raios x. I. Tango, Rubens Nisie. II. Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista. III. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho". IV. UNESP – Univ Estadual Paulista. V. Título tD15
-------	---

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação do
Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos – UNESP

AUTORIZAÇÃO

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

São José dos Campos, 24 de Abril de 2014.
E-mail: pcristoforides@yahoo.com.br

Assinatura: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Rubens Nisie Tango (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP - Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP - Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. João Paulo Barros Machado

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

Prof. Dr. Paulo Francisco César

Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo

Prof. Dr. Alberto Noriyuki Kojima

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP - Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 24 de abril de 2014.

DEDICATÓRIA

À **Deus**, pelo presente precioso da vida, por ser Luz me conduzindo pelo caminho da verdade e por colocar pessoas tão maravilhosas e especiais em minha vida.

À minha querida mãe **Mônica S. Cristoforides A. Pereira**

Obrigada pelo seu amor infinito, paciência e apoio. Seu exemplo de vida tem me ensinado a lutar por todos os meus objetivos com amor, honestidade e lealdade. Seu esforço foi o alicerce do meu êxito.

Ao meu querido pai **Teodomiro Alves Pereira** (*in memoriam*)

“E hoje, quando esse sonho se faz real meus olhos com ansiedade andam de um lado para outro procurando ver alguém que também sonhou esse momento. Desesperados voam por toda parte procurando ver uma imagem, mas ela não surge não se mostra... saudades, muitas saudades! Que vontade do mesmo abraço do início, de um choro de alegria, de um carinho, de ouvir: “Parabéns Filha” e de dizer um muito, muito obrigado. Meus olhos rasos d’água recolhem-se, voltam-se para dentro e só a conseguem encontrar essa imagem tão almejada. Hoje, mais do que nunca, sua lembrança está presente”.

Ao meu querido irmão **Fábio Cristoforides Pereira**

Pela força, pela compreensão e carinho a mim dedicados, mesmo à distância, sempre presente em meus pensamentos.

Ao meu amado **Luiz Gustavo Garboci Turci**

Por todo seu amor, companheirismo, imenso carinho e paciência em todos os momentos. Deus me trouxe você e meus dias se tornaram pequenos para tanta felicidade. Seu apoio foi fundamental para que eu pudesse trilhar esse longo caminho, essa conquista também é sua.

Obrigada por fazerem parte da minha vida!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Rubens Nisie Tango** agradeço o incentivo e confiança que depositou em mim neste difícil trabalho, pelo tempo dedicado, pela sua sabedoria e experiência, esclarecendo dúvidas, orientando com valiosas sugestões para a conclusão deste trabalho. Seus ensinamentos ao longo deste período contribuíram muito para o meu crescimento profissional. O meu profundo agradecimento.

Ao **Prof.Dr. Marco Antonio Bottino** agradeço o apoio, atenção e a disponibilidade com que ajudou sempre que precisei. Obrigada pela confiança e pela oportunidade de fazer parte desta renomada equipe. Meus sinceros agradecimentos.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista, representada pelo diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia, **Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli** e do Vice-Diretor **Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pela **Profa. Márcia Carneiro Valera**, pela oportunidade concedida.

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

Ao **professor João Paulo Barros Machado** do Instituto Nacional de Pesquisa Espaciais (INPE), em quem eu me espelho e admiro muito, por ter me recebido de maneira tão receptiva, pelas palavras de apoio nos momentos difíceis da pesquisa e pelos conhecimentos compartilhados que contribuíram imensamente para o meu crescimento profissional.

Meus agradecimentos à **Prof. Dra. Dolores Lazar**, **Prof. Valter Ussui**, **Prof. Nelson Lima**, **Prof. Valter Kenji** do Instituto de Pesquisa Energética Nuclear (IPEN) que me receberam de forma receptiva. Obrigada pela parceria, ajuda e disponibilidade.

Às **funcionárias da biblioteca** do Instituto de Ciência e Tecnologia - UNESP, por toda a maneira prestativa na atenção de minhas necessidades.

Aos funcionários da seção de pós-graduação **Rose, Bruno e Ivan** do Instituto de Ciência e Tecnologia - UNESP, pelas informações e serviços prestados.

Aos funcionários do departamento de prótese do Instituto de Ciência e Tecnologia - UNESP, **Reginaldo, Juliane Damasceno, Lilian Vilela, Fernando, Marco Alfredo** pelo carinho, pela amizade, pelas boas conversas e pelo cafezinho delicioso. Muito obrigado por terem contribuído para tornar os meus dias ainda mais felizes.

Aos sogros **Márcia e Luiz Carlos Turci**, pela atenção, carinho e cuidado com que sempre me acolheram e me acolhem em sua casa. A vocês, minha gratidão e carinho.

Aos meus amigos da turma do doutorado, **Mayra Cardoso, Marina Amaral e Humberto Lago de Castro Lago de Castro** pelo forte laço de amizade que nos une, pelo convívio harmonioso e por todos os momentos inesquecíveis em que sofremos, sorrimos e aprendemos juntos. Amigos são um presente de Deus.

Aos amigos **Anelyse Arata, Vanessa Cruz Macedo, Sabrina Alves Feitosa, Lucas Hian da Silva** pelas boas risadas que demos juntos, pelos conselhos sinceros e pela amizade que pretendo manter por muito tempo.

Aos demais amigos do Programa de Pós-Graduação, **Ana Carolina Souza, Anna Karina Figueiredo, Pollyana Nogueira, Lilian Costa Anami, Júlia Magalhães, Fernanda Campos, Caroline Cotes, Ligia Tiaki, Gabriela Freitas, Júlio Luz, Arianne Coelho, Rafael Lara, Nathália de Carvalho Ramos, Sâmia Mota, Fernanda Papaiz, Ronaldo Luis, Elen Guerra, Evelyn Monteiro, Carolina Martinelli, Laura Pesqueur, Aline Lima, Carolina, Vinicius Aneas, Sarina Maciel, Rodrigo Carvalho, Luiz Guilherme Macedo, Pedro Corazza, Anderson de Almeida Castilho, César Bergoli, Vivian Miazaki** pelos momentos compartilhados. Foi um prazer conviver com todos vocês.

Aos alunos **Guilherme Croco Nizzola, Idamara Resende e Fernando Cantamessa** que participaram de parte desse trabalho e experimentaram a vivência da iniciação científica, obrigada pela ajuda e disponibilidade.

Aos técnicos do laboratório de materiais dentários, **Marcos Vestali e Thais Cachuté Paradella**, obrigada pela amizade e pela ajuda em todos os momentos, pelo convívio diário.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pelo apoio financeiro concedido no período de mestrado no início do e doutorado.

À **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)**, cujo apoio financeiro foi fundamental para a realização deste trabalho.

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

“A verdadeira viagem de descobrimento não consiste em procurar novas paisagens, e sim em ter novos olhos”. Marcel Proust

SUMÁRIO

RESUMO	13
ABSTRACT	14
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
3 PROPOSIÇÃO	33
4. MATERIAL E MÉTODOS	35
4.1 Material	35
4.2 Métodos	36
4.2.1 Obtenção das amostras	36
4.2.2 Grupos experimentais	37
4.2.3 Jateamento das amostras	39
4.2.4 Ensaio de resistência à flexão biaxial	41
4.2.5 Análise por Difração de raios X	43
4.2.6 Análise em Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	45
4.2.7 Contagem de grãos	46
4.2.8 Análise de densidade	46
4.2.8.1 Cálculo da massa seca	46
4.2.8.2 Cálculo da massa imersa	46
4.2.8.3 Cálculo da massa úmida	47
4.2.8.4 Cálculo da densidade teórica	47
5 RESULTADOS	48
5.1 Resistencia à flexão biaxial	48
5.1.1 Cerâmica Cercon	48
5.1.2 Cerâmica Vita YZ	56
5.2 Difração de raios X	63
5.2.1 Cerâmica Cercon	63

5.2.2 Cerâmica Vita YZ.....	66
5.3 Análise de densidade.....	67
5.4 Análise em microscopia eletrônica de varredura	68
5.5 Contagem e tamanho médio de grãos.....	69
6. DISCUSSÃO.....	70
6.1 Importância da pesquisa.....	70
6.2 Discussão do método.....	71
6.3 Discussão dos resultados.....	72
7 CONCLUSÃO.....	78
8 REFERÊNCIAS.....	79
APÊNDICE	84

Turci PCP. Efeito de protocolos de jateamento na resistência à flexão e transformação de fase cristalina em cerâmicas de Y-TZP [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão biaxial e transformação de fase cristalina de cerâmica policristalina de Y-TZP. Foram confeccionados 740 discos de zircônia estabilizada parcialmente por ítrio - Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e In Ceram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Alemanha) segundo a norma ISO 6872 (15 mm diâmetro x 2 mm espessura). As amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio (30 μm) revestido por sílica (RocatecSoft - 3M ESPE) e divididas em 74 grupos ($n = 10$), incluindo-se os grupos controle (ausência de jateamento)($n = 10$) para cada cerâmica, de acordo com os fatores: pressão de jateamento (2, 3 e 4 bar); ângulo formado entre a ponta do jateador e a superfície da cerâmica (45°, 60°, 90°); distância do microjateador à cerâmica (5 e 10 mm) e tempo de jateamento (15 s e 20 s). Foi realizado teste de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (1 mm/min, 1000 kg). Os dados (MPa) foram submetidos a análise de variância e ao teste de Duncan. Parte das amostras ($n=3$) foram submetidas à difração por raios-X (DRX) para quantificação das fases cristalinas e à microcopia eletrônica de varredura (MEV) para análise da topografia superficial. Pressão ($p = 0,00$) afetou significativamente os resultados, porém tempo ($p = 0,49$), distância ($p = 0,46$) e angulação ($p = 0,13$) não afetaram a Cercon. Já para Vita YZ, a pressão ($p = 0,00$) foi estatisticamente significativa, porém tempo ($p=0,66$), distância ($p = 0,70$) e angulação ($p=0,14$) não foram. Fase monoclinica foi encontrada nos grupos da Cercon (0 a 11%), enquanto para Vita YZ, nenhuma fase foi encontrada. Para Vita YZ, a pressão 3 bar teve maior resistência à flexão biaxial e 4 bar apresentou menor valor. Angulação de 45° associado a 2 bar foi a melhor combinação (1012,21 $\pm$ 108,36 MPa) comparado a 4 bar (556,65 $\pm$ 117,41 MPa). MEV revelou grãos superficiais regulares e uniformes. A contagem dos grãos indicou tamanho médio de 0,712 μm (Vita YZ) e 0,705 μm (Cercon). Densidade da Cercon foi de 98% comparada à densidade teórica da zircônia pura, enquanto VITA YZ apresentou 99%.

Palavras-chave: Zircônia. Abrasão. Óxido de Alumínio. Resistência à flexão. Difração de raios X.

Turci PCP. Effect of sandblasting protocols on flexural strength and crystalline phase change in Y-TZP ceramic [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista;2014.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different sandblasting protocols on biaxial flexural strength and crystalline phase transformation in Y - TZP ceramic. 740 discs of Yttria-Partially-Stabilized Zirconia were made - Cercon ® Zirconia (DENTSPLY Ceramco, USA) and In Ceram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Germany) according to the standards of ISO 6872 (15 mm diameter x 2 mm thick) . The samples were sandblasted with aluminum oxide - coated silica 30 μm (Rocatec Soft - 3M ESPE) and divided into 74 groups (n = 10) , according: pressure (2, 3 and 4 bar) ; nozzle angle (45°, 60°, 90°); nozzle distance (5 and 10 mm) and time (15 s and 20 s) . The biaxial flexural strength on universal testing machine (1mm/min, 1,000 kg) was performed. Data (MPa) were submitted to ANOVA and to Duncan's test ($\alpha = 0.05$). Samples (n = 2) were subjected to X- ray diffraction to quantify crystalline phases. Pressure ($p = 0.00$) significantly affected the results, but deposition time ($p = 0.49$), nozzle distance ($p = 0.46$) and nozzle angles ($p=0.13$) did not affect to Cercon ceramic. Pressure ($p = 0.00$) affected significantly the results to Vita YZ, but deposition time ($p = 0.66$), nozzle distance ($p = 0.70$) and nozzle angles ($p = 0.14$) did not affect. Some monoclinical phase was achieved in Cercon groups (0 a 11%) and none for Vita YZ. For Vita YZ ceramic, 3 bar pressure had the biggest flexural strength value and 4 bar was the worst one and angle 45° associated to 2 bar were the best combination (1012.21 ± 108.36 MPa) compared to 4 bar (556.65 ± 117.41 MPa) ($p < 0.001$). EDS analysis demonstrated regular superficial grains. SEM images indicated grain size of 0.712 μm (Vita YZ), and 0.705 μm (Cercon). The Cercon density was 98% compared to the theoretical density of zirconia, while VITA YZ was 99%.

Keywords: Y-TZP. Air abrasion. Aluminum Oxide. Flexural strength. X-ray.

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas policristalinas de zircônia parcialmente estabilizadas por ítria (Y-TZP, do inglês “yttrium cation-doped tetragonal zirconia polycrystals”) têm sido bastante utilizadas na confecção de infraestruturas de coroas e próteses parciais fixas livres de metal (Guazzato et al., 2004). A cerâmica de Y-TZP apresenta alta tenacidade à fratura, garantindo restaurações capazes de suportar grandes esforços mastigatórios além do benefício estético.

Para o sucesso das restaurações, é necessário adequado protocolo de cimentação, uma vez que cerâmicas de infraestruturas podem apresentar alto conteúdo cristalino que requerem tratamentos de superfície apropriados. Por se tratar de uma cerâmica ácido resistente, os jateamentos com partículas de óxido de alumínio ou partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica são utilizados como procedimentos prévios à cimentação adesiva de restaurações em zircônia com o objetivo de aumentar a resistência de união ao cimento resinoso (Bottino et al., 2005; Valandro et al., 2006; Della Bonna et al., 2007; Fisher et al., 2008). Em prol da adesão entre a zircônia e o cimento resinoso, associado ao conteúdo de sílica, a aplicação do agente silano também melhora a união química, aumentando a molhabilidade e promovendo ligações covalentes entre grupamentos –OH da cerâmica e o cimento resinoso.

Desta forma, a quantidade de sílica na superfície da zircônia está relacionada ao aumento da resistência adesiva do material. O aumento da resistência de união da zircônia pelo jateamento se dá pela remoção superficial de material, como também pelo acúmulo de sílica (aposição) na superfície da cerâmica (Della Bona et al., 2007).

A zircônia é um cristal polimórfico que pode ser encontrado em três formas cristalográficas principais: monoclínica, cúbica e tetragonal. A fase monoclínica é estável até 1170 °C, acima desta temperatura ela se transforma em fase tetragonal até 2370 °C, a partir daí atinge a fase cúbica, estável até a sua fusão. O acréscimo de óxidos metálicos como a ítria ao óxido de zircônio melhora sua estabilidade molecular e permite a estabilização em fase tetragonal em temperatura ambiente (Garvie et al., 1975; Piconi, Maccauro, 1999). Esta combinação apresenta-se na literatura com as melhores propriedades mecânicas (Larsson et al., 2007; Manicone et al., 2007; Adatia et al., 2009, Kim et al., 2010). Quando uma fratura se inicia neste material, os grãos de zircônia tetragonal se transformam novamente em monoclínicos, que possuem maior volume, o que dificulta a propagação da trinca. Neste caso, o campo de tensão da expansão devido à transformação de fase atua em oposição ao campo de tensão que promove a propagação da trinca (Larsson et al., 2007; Manicone et al., 2007; Adatia et al., 2009, Kim et al., 2010).

Estudos recentes relatam que o jateamento, além de aumentar a resistência de união da cerâmica ao cimento, também aumenta a resistência à fratura das cerâmicas de Y-TZP (Guazzato et al., 2004; Guazzato et al., 2005; Curtis et al., 2006; Papanagiotou et al., 2006; Sato et al., 2008; Souza et al., 2008). Isto pode ser explicado pelo fato do jateamento causar uma transformação de fase da zircônia (tetragonal→monoclínica) na região jateada, formando uma camada de tensão compressiva, com profundidade média de 0,30 µm, a qual é clinicamente desejável por dificultar ainda mais a propagação de fraturas, aumentando a resistência mecânica do material nessa região (Kosmac et al., 2000; Guazzato et al., 2005). Entretanto, em longo prazo a existência de fase monoclínica faz com a resistência à fadiga do material seja comprometida com consequente redução da longevidade das restaurações (Souza, 2007).

A resistência à fratura das cerâmicas de Y-TZP está diretamente relacionada ao tipo e tamanho de partícula utilizada no jateamento (Ozcan et al., 2013; Sato et al., 2008; Souza, 2013), assim como outros aspectos como pressão (Souza et al., 2013), distância e angulação entre jateador e cerâmica, e tempo de jateamento também podem ser relevantes durante o procedimento. Segundo o fabricante, a pressão de ar recomendada no jateamento deve ser entre 2 e 3 bar (CojetSand) ou pelo menos 2,8 bar (Rocatec Soft) (Quadro 1). A uma pressão inferior a 2 bar, a energia de colisão seria insuficiente, não sendo possível obter estratificação da cerâmica com silicatos. Com a pressão do ar superior a 3 bar, a peça trabalhada será revestida com silicatos, porém também desnecessariamente desgastada.

A distância entre a peça e o microjateador recomendada deve ser entre 2 e 10 mm, verticalmente à superfície trabalhada (Quadro 1). Desta forma, não são padronizadas distância e angulação à superfície de aplicação. Considerando-se a superfície reduzida de infraestruturas em Y-TZP, a direção e distância do microjateador à cerâmica iriam induzir a formação de regiões com maior ou menor concentração de partículas, o que poderia influenciar a microestrutura do material.

De maneira semelhante, o tempo indicado de revestimento é de 15 s, o qual pode ser aumentado ou diminuído, de acordo com o tamanho da peça jateada, segundo os fabricantes (Quadro 1). Adicionalmente, durante o jateamento da superfície de cimentação de peças protéticas, o ângulo e a pressão de jateamento são modificados em função do desenho do preparo que receberá a restauração.

Quadro 1 – Recomendações segundos fabricantes para jateamento de cerâmica – CojetSand e Rocatec Soft

Parâmetro		Valor de Referência*	
		CojetSand (3M ESPE)	Rocatec Soft (3M ESPE)
Pressão do ar		2 a 3 bar	Pelo menos 2,8 bar
Distância		2 a 10 mm	10 mm
Angulação		Verticalmente à superfície trabalhada	Verticalmente à superfície trabalhada
Tempo de jateamento		15 s, variável com o tamanho da peça	15 s, variável com o tamanho da peça

*Valor de referência segundo recomendações dos fabricantes.

Por se tratar de um procedimento amplamente utilizado em clínica e laboratórios de prótese para tratamento de cerâmicas à base de zircônia, este estudo baseou-se na falta de um protocolo específico de jateamento, corroborado pela diversidade de protocolos apresentados na literatura. Desta forma, este estudo foi desenvolvido a fim de avaliar a influência de aspectos específicos do jateamento como pressão, angulação, distância e tempo, diretamente na resistência à flexão da zircônia, bem como sua relação com a transformação de fase cristalina do material.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Baseado no tema estudado realizou-se uma revisão de literatura buscando informações principalmente acerca de estudos sobre resistência à flexão biaxial, jateamento de cerâmicas, difração de raios X e transformação de fase cristalina.

Kosmac et al. (1999), em um estudo *in vitro*, avaliaram o efeito do desgaste com pontas diamantadas e do jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de duas cerâmicas da Y-TZP, sendo uma formada por grãos finos (TZ-3YB) e outra por grãos grossos (TZ-3YSB), ambas contendo 3% de óxido de ítrio. Foram obtidos sessenta discos de cada material (15,5 x 1,5 mm) e divididos entre seis grupos experimentais (n = 10): Para cada grupo, um tratamento diferente de superfície foi aplicado: desgaste a seco, desgaste com refrigeração por água, jateamento; desgaste a seco seguido de jateamento; jateamento seguido de desgaste a seco e um grupo de controle. O desgaste foi realizado com ponta diamantada de granulação grossa (150 µm) e o jateamento com partículas de óxido de alumínio com 110 µm. As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial e os resultados demonstraram que a resistência não foi influenciada pelo tipo de cerâmica. A resistência à flexão biaxial foi determinada e os dados analisados pela análise de variância (um fator), seguida de teste de Tukey. Além disso, estatística de Weibull foi usada para analisar a variabilidade de força de flexão. A quantidade relativa de zircônia na fase monoclinica correspondendo à profundidade da área transformada e o tamanho médio do defeito crítico foram calculados. Não houve diferença na resistência média entre as cerâmicas de microestruturas diferentes. Diferenças significativas foram encontradas entre o grupo controle e o

grupo da cerâmica de microestrutura mais fina tanto para o desgaste a seco como para o desgaste com refrigeração. O jateamento aumentou a resistência de ambas as cerâmicas. Todos os procedimentos de tratamento de superfície reduziram o módulo de Weibull de Y-TZP. Para ambos os materiais, a maior quantidade de fase monoclinica e o maior valor de tamanho médio do defeito crítico foram achados depois do jateamento. Quantidades menores de fase de monoclinica foram obtidas depois de ambos os procedimentos de desgaste, em que o tamanho médio do defeito crítico também foi calculado. Os autores concluíram que o jateamento fornece uma técnica poderosa para aumentar a resistência da Y-TZP na prática clínica. Por outro lado, o desgaste pode levar a degradação substancial da resistência à flexão e redução da confiabilidade de materiais pré-fabricados de zircônia, portanto, o jateamento de superfícies desgastadas foi sugerido.

Em estudo semelhante, Kosmac et al. (2000) investigaram também o efeito do desgaste com pontas diamantadas e do jateamento na resistência à flexão e na confiabilidade de uma cerâmica de Y-TZP. Duas cerâmicas de Y-TZP contendo 3% de óxido de ítrio foram utilizadas, sendo uma formada por grãos finos (TZ-3YB) e outra por grãos grossos (TZ-3YSB). Outra cerâmica contendo alumina (0,25%) também foi utilizada (TZ-3YS-E). Discos (15,5 x 1,5 mm) de cada material foram divididos aleatoriamente entre seis grupos experimentais (n = 10): A1 (Controle), A2 (Desgaste a seco - grão de diamante: 50 µm, 15 s), A3 (Desgaste a seco - grão de diamante: 150 µm, 15 s), A4 (Desgaste em água - espessura do grão de diamante: 150 µm, 15 s), A5 (Jateamento Al_2O_3 110 µm, 15 s, 4 bar), A6 (A3 + A5), A7 (A3 + A5), A8 (A2 + A5). Os resultados demonstraram que os maiores valores de resistência à flexão foram para os grupos jateados com óxido de alumínio (A5: 1.200 – 1.300 MPa) e para as amostras submetidas inicialmente ao desgaste com pontas diamantadas grossas (A3: 1.100 – 1.200 MPa) e finas (A8: 1.100 – 1.200 MPa). As cerâmicas jateadas vieram em seguida, independente

da cerâmica utilizada. O jateamento também foi o tratamento que promoveu maior modificação de fase da zircônia (13,9 a 17,1 %), sendo os menores valores obtidos para as amostras desgastadas com pontas diamantadas grossas (3,4 a 5,3 %) e finas (3,5 a 3,9 %). Os autores concluíram que, embora a confiabilidade (módulo de Weibull) da cerâmica sem jateamento tenha sido um pouco maior que a cerâmica jateada, o jateamento aumenta a resistência mecânica das cerâmicas de Y-TZP, o que compensa os valores inferiores de confiabilidade.

O teste preconizado pela ISO 13356 para avaliação de mudança de fase é a difração de raios X. No estudo de Deville et al., em 2005, os autores observaram que a técnica de DRX tradicionalmente utilizada para seguir quantitativamente a propagação de transformação de fase possui limitações. Nenhuma informação precisa pode ser obtida nos primeiros estágios de transformação, a precisão de medidas foi limitada pela taxa de ruído, especialmente na baixa taxa de transformação. Também há a possibilidade de haver variação nos resultados pela varredura do DRX em função da região em uma mesma amostra. Por estas razões, não foi possível obter-se uma informação precisa de DRX em frações de transformação menores que 5%, que são os primeiros estágios de transformação. Além disso, o raio X incide somente na camada superficial não ultrapassando mais que alguns microns do topo. A informação providenciada do DRX é relacionada com a superfície e não com a infraestrutura da amostra levando à uma saturação aparente de transformação.

Zhang et al. (2004) analisaram o efeito do jateamento e do polimento na resistência à fratura de dois materiais cerâmicos, frente a diferentes regimes de ciclagem. Foram selecionados dois materiais; um a base de alumina (AD995, Coors Tek) e outro a base de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Prozyr Y-TZP, Norton). Amostras cerâmicas (20 x 20 mm) com espessura de 1,2 mm foram obtidas para cada material. As amostras de cada material foram divididas em dois

grupos, de acordo com a realização ou não do jateamento (Al_2O_3 ; 50 μm ; duração: 5 s; pressão: 2,76 bar; distância: 10 mm): Ac- alumina controle, Bc- Y-TZP controle, Aj- alumina jateada e Bj- Y-TZP jateada. Em seguida as amostras foram coladas, em sua face jateada, com uma fina camada de adesivo (10 μm) a uma placa de policarbonato (espessura: 1,2 mm). As amostras foram então divididas de acordo com o tipo de carga utilizada na ciclagem, seja com uma carga constante ou não. Os resultados demonstraram que a ciclagem com carga constante gerou menor redução (< 10%) na resistência das amostras jateadas comparado à ciclagem com carga não constante (~30% na Y-TZP e 20% na alumina). Já para os grupos não jateados, a ciclagem não afetou a resistência. Os autores concluíram que apesar diminuição dos valores de resistência após ciclagem mecânica (109 ciclos = 10 anos de uso clínico), a cerâmica de Y-TZP, mesmo após jateamento, apresentou valores de resistência (400 N) capaz de resistir às forças mastigatórias acima da normalidade.

Curtis et al. (2006) investigaram a influência do jateamento e do desgaste com pontas diamantadas na resistência à flexão, rugosidade e na modificação de fase de uma cerâmica de Y-TZP (Lava). Foram fabricados 460 discos ($\varnothing$ 13 mm; espessura: 1,5 mm) de acordo com a norma ISO 6872 (1998). O jateamento com Al_2O_3 foi realizado com partículas de diferentes tamanhos a uma distância de 2 cm da cerâmica, durante 5 s e pressão de 4,8 bar. Já o desgaste foi realizado com pontas diamantadas de granulação grossa (20-40 μm) e fina (125-150 μm). Os discos foram divididos aleatoriamente entre os grupos experimentais de acordo com o tipo de tratamento e meio de armazenagem (n = 30): A-controle (seco); B- jateamento com Al_2O_3 (25 μm , seco), C- jateamento com Al_2O_3 (50 μm , seco), D- jateamento com Al_2O_3 (110 μm , seco), E- controle (água 37 °C); F- jateamento com Al_2O_3 (25 μm , água 37 °C), G- jateamento com Al_2O_3 (50 μm , água 37 °C), H- jateamento com Al_2O_3 (110 μm , água 37 °C), I- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μm , seco), J- Desgaste com ponta diamantada (125-

150 μm , seco), K- Desgaste com ponta diamantada (20-40 μm , água 37°C), L- Desgaste com ponta diamantada (125-150 μm , água 37°C). Análises de difração de Raios X e da rugosidade foram realizadas em seguida. Após 24h, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os resultados demonstraram que a rugosidade não foi afetada pelo jateamento e nem pelo desgaste com pontas diamantadas comparado ao grupo controle ($p > 0.05$). O meio de armazenagem não influenciou a resistência à flexão deste tipo de cerâmica ($p > 0,05$). Os regimes de jateamento com Al_2O_3 não afetaram a resistência da cerâmica em relação ao grupo controle (A- 1.267 ± 161 MPa; E- 1.308 ± 188 MPa), seja após a armazenagem em ambiente seco (B- 1.269 ± 128 MPa; C- 1.319 ± 129 MPa; D- 1.260 ± 118 MPa) ou em água (F- 1.226 ± 153 MPa; G- 1.211 ± 144 MPa; H- 1.222 ± 135 MPa), embora tenha causado um aumento da camada residual de compressão, devido à modificação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica. Entretanto, a análise em MEV revelou que os regimes de jateamento utilizados danificaram a superfície da cerâmica, causando marcações em forma de crateras. Já o desgaste com brocas de granulação grossa (J- 1.057 ± 179 MPa; L- 1.074 ± 193 MPa) causou uma redução significativa nos valores de resistência comparado aos grupos de granulação fina (I- 1.319 ± 165 MPa; K- 1.210 ± 156 MPa) e aos controles. Estes resultados são explicados devido ao elevado dano causado por este procedimento na superfície da cerâmica, como a formação de largas e profundas ranhuras. Adicionalmente, a análise de Weibull revelou que, em comparação ao grupo controle, o jateamento aumentou o módulo de Weibull (m), isto é, a probabilidade de sobrevivência, para todos os grupos, independente do tamanho da partícula utilizada.

Denry e Holloway (2006) propuseram analisar a influência do desgaste na resistência à flexão e na morfologia superficial e no grau de transformação da zircônia de uma cerâmica de Y-TZP (Cercon, Dentsply), antes e após tratamento térmico (annealing: 1.000 °C/1 h).

Amostras em forma de disco (25 mm; espessura: 1,8 mm) foram confeccionadas e divididas entre os grupos (n = 10): G1- Controle, G2- desgaste com disco diamantado (30 - 40 μm) + tratamento térmico, G3- desgaste com disco diamantado (30 - 40 μm) + polimento (0,5 μm) e G4- desgaste com disco diamantado (30 - 40 μm). Os resultados demonstraram que o desgaste com disco diamantado (G4- 1189 ± 250 MPa) aumentou a resistência da cerâmica comparado ao grupo controle (G1- 944 ± 156 MPa), embora o disco diamantado tenha formado grandes irregularidades em formato de crateras na superfície da cerâmica. Adicionalmente, a análise em difração de raios X detectou que o desgaste seguido ou não do polimento promoveu a transformação de fase da zircônia de tetragonal para romboédrica, aumentando a resistência mecânica da cerâmica. Entretanto, após o tratamento térmico, a zircônia voltou a ser 100% tetragonal.

Pittayachawan et al., em 2007, avaliaram a resistência à flexão e propriedades de fadiga em cerâmicas Y-TZP dentais do sistema LAVA. Discos de cerâmica Y-TZP (ISO 6872) foram sinterizados a 1500 °C e divididos em 8 grupos de acordo com o matiz: sem coloração e FS1 até FS7. Todos os discos foram polidos em uma única superfície com lixa d'água granulação 1000 e suspensão diamantada de 9 μm e 3 μm , respectivamente. Trinta espécimes de cada grupo foram submetidos à flexão biaxial (ISO 6872). A superfície polida do disco foi posicionada para o lado de tração enquanto a superfície não polida foi exposta à haste superior. A velocidade da haste superior foi de 1 mm/min até a fratura do disco. O teste foi realizado em água destilada a 37 °C. A carga de fratura de cada espécime foi registrada e a resistência à flexão biaxial foi calculada. Para gerar uma curva numérica de tensão, discos sem coloração (n = 25), FS4 (n = 24) e FS7 (n = 32), foram selecionados e submetidos à fadiga utilizando o mesmo equipamento da flexão biaxial. Foram aplicados 500.000 ciclos senoidais, 2 Hz, de 50 a 90% da média de tensão de falha dos espécimes (MPa). A análise do efeito do polimento

na dureza de superfície foi realizada com o teste de dureza Vickers. Cinco discos de cada grupo previamente fraturados foram selecionados e endentados tanto no lado polido como no lado sem polimento com carga de 1,5 Kg. Foi realizada análise de variância de um fator, teste pareado Bonferroni para os resultados de flexão biaxial, análise de Weibull nos 30 espécimes de cada grupo e para os resultados de dureza análise de variância de dois fatores. A análise fractográfica em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a análise da microestrutura por microscopia por força atômica (MFA) demonstraram tamanho de grão de aproximadamente 0,1 μm , sem porosidades na superfície. Para a análise por MFA no modo de contato foi realizado o tratamento térmico a 1400 °C durante 30 min para revelar a microestrutura. A análise cristalográfica das amostras polidas e não polidas foi realizada por difração de raios X (DRX). Não houve diferença estatística entre os grupos não coloridos e coloridos para resistência à flexão biaxial. Além disso, a coloração e a fadiga dinâmica não afetaram a resistência à flexão. Entretanto, para a dureza houve diferença estatística entre os grupos. Os autores concluíram que o sistema Lava possui resistência à flexão de aproximadamente 1100 MPa, dureza de 1300 HV (HV = kgf/mm^2) e Módulo de Weibull de 9-12,9. O limite de fadiga variou de 60-65% da média da resistência à flexão biaxial (600 N) e a fadiga não afetou a resistência à flexão da zircônia a 10.000 e 20.000 ciclos. As fases cristalográficas encontradas foram predominantemente tetragonal, cúbica e cúbica II. Após o polimento das amostras, a tensão das fases se modificou aumentando o conteúdo de fase cúbica I reduzindo a dureza do material.

Em 2008, Pittayachawan et al. estudaram a transformação de fase induzida pela resistência à flexão e vida em fadiga de uma cerâmica dental Y-TZP. Discos de cerâmica Y-TZP Cercon (15 x 1,2 mm) foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872. Os discos foram lixados com lixas d'água 300, 500, 800 e 1000 e polidos com suspensão diamantada. Após esse procedimento, 30 discos foram

submetidos ao teste de flexão biaxial. Os dados de resistência à flexão foram submetidos à análise de variância e comparados pelo teste Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Trinta amostras de cada grupo foram submetidas à análise de Weibull. A superfície fraturada foi analisada em MEV e os elementos químicos foram identificados pelo detector de energia dispersiva (EDS). Cinco amostras fraturadas foram submetidas ao teste de dureza Vickers. Cinco nanoindentações foram realizadas em cada peça do espécime nas superfícies polidas e não polidas, utilizando carga de 1,5 Kg. Além dos testes de dureza e resistência à flexão os autores realizaram o teste de fadiga em 11 discos para gerar curva numérica de fadiga. Foram realizados 500.000 ciclos de carga senoidal a 37 °C, 2 Hz de 50 a 80% da média de resistência à flexão (MPa). O DRX foi utilizado para análise de transformação de fase em amostras polidas, não polidas e dos efeitos do polimento na transformação de fase. Além disso, foi utilizada a espectroscopia Raman (He/Ne 633 nm) para analisar a tensão induzida pela tenacidade de transformação de fase em indentações Vickers de cargas de 20, 30 e 40 Kg. Foi observado média de resistência à flexão biaxial de 823,3 (+/- 114,7) MPa e Módulo de Weibull de 8,3. A resistência característica necessária para fratura em 63,2% dos espécimes foi de 871,2 MPa. As médias de dureza para as amostras não polidas foram ligeiramente maiores (1378,7 HV) em relação as amostras polidas (1354,33 HV), porém, sem diferença estatística. Quanto à curva numérica de tensão os autores observaram a falha dos espécimes em menores números de ciclos a uma força acima de 70% da média de resistência à flexão biaxial. Entretanto, utilizando-se uma força de 70% ou menor em relação à média de flexão biaxial (575 MPa), todos os espécimes resistiram a falha. Foi observado que as fraturas se iniciaram na superfície polida. Os resultados de DRX demonstraram fase dominante tetragonal, 61 e 68% tanto nas superfícies polidas como não polidas respectivamente. A fase cúbica I foi identificada para os dois tipos de amostras, e uma terceira fase (cúbica II) foi identificada para as amostras

não polidas, mas não foi encontrada para as amostras polidas, nas quais houve o aumento da fase cúbica I. Não foi observado pico de fase monoclinica fora da indentação pela análise de espectroscopia Raman. Os autores concluíram que o polimento apesar de proporcionar menores valores de dureza não apresentou significância estatística. Os resultados de DRX demonstraram que o polimento aliviou alguma tensão na fase cúbica. Já o Raman demonstrou transformação de fase frente à indentação Vickers.

Sato et al. (2008), em um estudo *in vitro*, pesquisaram o efeito do tipo de partícula e do tempo de jateamento na resistência à flexão biaxial e na rugosidade superficial de dois tipos de cerâmica policristalina de zircônia tetragonal, sendo uma estabilizada com óxido de ítrio (Y-TZP) e outra estabilizada com óxido de cério (CZA). Para análise da rugosidade, foram confeccionadas amostras cerâmicas na forma de disco (14 x 2 mm) as quais foram lixadas com lixas de granulação decrescente (220, 400, 600 e 1000) e em seguida submetidas a uma temperatura de 1200 °C (10 min) para homogeneizar a zircônia na fase tetragonal. As amostras foram divididas entre dez grupos de acordo com o tipo de cerâmica (Y-TZP e CZA), tipo de partícula (óxido de alumínio/ Al_2O_3 ou carbonato de silício/SiC) e tempo de jateamento (10 e 90 s): CZA (Ru1: controle, Ru2: Al_2O_3 /10 s, Ru3: Al_2O_3 /90 s, Ru4: SiC/10 s e Ru5: SiC/90 s) e Y-TZP (Ru1*: controle, Ru2*: Al_2O_3 /10 s, Ru3*: Al_2O_3 /90 s, Ru4*: SiC/10 s e Ru5*: SiC/90 s). O jateamento foi realizado de maneira que as partículas de Al_2O_3 (75 μm) e de SiC (125 μm) incidissem perpendicularmente à superfície das amostras, com pressão de 4 bar e a uma distância de 10 mm. Para análise de resistência à flexão, seis amostras ($\varnothing$: 15 mm, espessura: 2 mm) foram confeccionadas para cada grupo experimental: CZA (F1- Al_2O_3 /10 s, F2- Al_2O_3 /10 s/tratamento térmico, F3- SiC/10 s e F4- SiC/10 s/tratamento térmico) e Y-TZP (F1*- Al_2O_3 /10 s, F2*- Al_2O_3 /10 s + tratamento térmico, F3*- SiC/10 s e F4*- SiC/10 s + tratamento térmico). Os resultados demonstraram que o

jateamento com partículas de SiC gerou valores médios de rugosidade estatisticamente superiores aos grupos jateados com Al_2O_3 , independente do tempo de jateamento: CZA (Ru: 0,33 μm , Ru2: 0,60 μm , Ru3: 0,56 μm , Ru4: 1,18 μm e Ru5: 0,96 μm) e Y-TZP (Ru1*: 0,3 μm , Ru2*: 0,47 μm , Ru3*: 0,68 μm , Ru4*: 1,09 μm e Ru5*: 0,84 μm). A análise em MEV demonstrou que jateamento com SiC e com Al_2O_3 causou a formação de ranhuras e de cavidades na superfície das cerâmicas, sendo o SiC mais danoso. A análise em difração de raios X revelou que o jateamento causou modificação da zircônia de tetragonal para monoclínica, sendo que após o tratamento térmico, a porcentagem de fase monoclínica diminui drasticamente. Com relação à resistência à flexão, os autores observaram que ocorreu um aumento desta propriedade após o jateamento, entretanto, se após o jateamento as amostras forem submetidas a uma temperatura elevada, a resistência do material cai significativamente.

Souza et al. (2008) estudaram o efeito do jateamento com diferentes partículas na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP (Vita In-Ceram 2000 YZ cubes, Vita). Trinta e dois discos sinterizados de Y-TZP ($\varnothing$ 15 mm, espessura: 2 mm) ($N = 32 / n = 8$ por grupo) foram confeccionados pelo fabricante, de acordo com a norma ISO 6872. Três protocolos de jateamento foram realizados na superfície de cimentação das amostras de acordo com o tipo de partícula (distância: 10 mm; pressão: 2,9 bar, duração: 20 s): G1- Controle (sem tratamento de superfície); G2- Al_2O_3 com 50 μm ; G3- SiO_2 com 110 μm (Rocatec Plus, 3M ESPE) e G4- SiO_2 com 30 μm (CoJet, 3M ESPE). Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, 1 mm/min) após serem submetidas à ciclagem mecânica (20.000 ciclos; 50 N de carga; imersão em água destilada a 37° C). Os resultados demonstraram que o fator jateamento foi significativo. O jateamento com óxido de silício (CoJet^A: 1266,3 $\pm$ 63,6 MPa; Rocatec^{AB}: 1170 $\pm$ 104,1 MPa) gerou valores superiores de resistência à flexão

comparado ao jateamento com $\text{Al}_2\text{O}_3^{\text{C}}$ ($915,2 \pm 89,8$ MPa) e ao grupo Controle^{BC} ($942,4 \pm 35,9$ MPa). Os autores concluíram que o jateamento das cerâmicas de Y-TZP com partículas de óxido de silício, seja em consultório (Cojet) ou em laboratório (Rocatec), pode ser sugerido para o tratamento da superfície de cimentação da cerâmica de Y-TZP por aumentar a resistência mecânica destas cerâmicas.

Kern et al. (2009), acreditando que o jateamento da superfície da zircônia com altas pressões poderia comprometer sua resistência, criando defeitos de superfície, utilizou discos da cerâmica Cercon, após 3 condições: polimento (sem jateamento), jateamento com partículas de óxido de alumínio $50\text{ }\mu\text{m}$ a uma pressão de $0,05\text{MPa}$ ($0,5$ bar), e a uma pressão de $0,25\text{ MPa}$ ($2,5$ bar) e após aplicação de 3 primers, além da condição controle (sem primer): Metal/zr Primer, Alloy Primer, Clearfill Ceramic Primer, antes da cimentação com cimento resinoso Multilink. Depois da cimentação, as amostras foram armazenadas em água durante três dias ou por 150 dias e submetidas a 37.500 ciclos térmicos. Posteriormente, foram submetidas a teste de resistência à tração. A combinação de jateamento e primer melhorou em longo prazo a adesão de resina à cerâmica de zircônia significativamente. Com a diminuição da pressão de jateamento, a rugosidade superficial foi reduzida, porém sem afetar a resistência adesiva em longo prazo, desde que primers adesivos fossem aplicados adequadamente. Na condição controle (sem primer), os valores de resistência foram semelhantes tanto em $0,5$ bar ($12,8 \pm 8,5$) quanto em $2,5$ bar ($12,7 \pm 4,7$), após três dias de armazenagem.

Re et al. (2012) avaliaram a influência de diversos tratamentos superficiais sobre a resistência ao cisalhamento de uma cerâmica de zircônia densamente sinterizada a um cimento resinoso auto-adesivo. Trinta cilindros de Lava Zircônia ($\varnothing 20 \times 0,8$ mm) foram divididos em três grupos ($n = 10$). Cada um deles recebeu um tratamento de superfície diferente: controle (sem tratamento), baixa pressão de

jateamento (Sand_S) (50 μ m, 1 bar); e jateamento com pressão padrão (Sand_H) (50 mM, 2,8 bar). Uma amostra de cada grupo foi analisada em microscópio eletrônico de varredura para observações qualitativas. Após a cimentação com cilindros de cimento auto-adesivo (Clearfil SA, Kuraray), a interface cerâmica foi testada utilizando-se teste de resistência ao cisalhamento). As médias obtidas (MPa) para Sand _ H e Sand _ S foram $16,24 \pm 2,95$ e $16,01 \pm 2,68$, respectivamente. Não houve diferença estatisticamente significativa ($p = 0,8580$) entre os grupos jateados. A baixa pressão de jateamento afetou positivamente a adesão do cimento resinoso à zircônia, em relação ao grupo controle, porém não evitou a formação de microtrincas sobre a cerâmica superfície.

Ozcan et al. (2013a) estudaram o efeito do jateamento de partículas de alumina revestidas por sílica 30 μ m (CojetSand, 3M ESPE) em discos (10 mm de diâmetro x 2 mm de espessura) de uma cerâmica à base de zircônia (LAVA, 3M ESPE), variando-se os fatores distância (2, 5 e 10 mm); duração da deposição (5, 13 e 20 s) e a angulação de jateamento (45° e 90°), a uma pressão de 2,5 bar durante 20 s. A porcentagem de sílica na superfície da cerâmica foi mensurada através de espectroscopia de energia dispersiva de raios X ($n = 3$ por grupo), em uma área de 0,8 x 0,6 mm/ 150 x e a topografia da superfície analisada em microscopia eletrônica de varredura. Os fatores angulação ($p = 0,003$) e duração da deposição ($p = 0,03$) afetaram significativamente os resultados, mas a distância ($p = 0,569$) não afetou. Maior porcentagem de sílica foi encontrada quando a angulação foi 45° em todas as combinações distância-duração da deposição (16,7 a 28,2%) comparado ao ângulo de 90° (10,7 a 18,6%) $p < 0,001$. A quantidade de sílica foi significativamente maior após 20 s de deposição quando comparado a 13 s ($p < 0,05$). A análise de espectroscopia de energia dispersiva de raios X, demonstrou presença de, não só sílica, como também traços de alumina, zircônia e oxigênio na superfície. As imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram que a deposição numa distância de 2

mm criou cavitações na superfície da zircônia. Portanto, concluiu-se que o efeito da deposição da sílica, utilizando-se um dispositivo de padronização, pode ser encontrada quando é mantida a angulação de 45° com relação a superfície com uma distância de mais de 2 mm, durante 20 s.

Souza et al. (2013) estudaram o efeito do jateamento com diferentes partículas na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP (LAVA, 3M ESPE). Discos sinterizados de Y-TZP segundo a norma 6872 ($\varnothing$ 15 mm, espessura: 2 mm) ($N = 118$ / $n = 20$ por grupo). O jateamento foi realizado a uma distância de 10 mm e com duração de 20 s: Gr1- Controle – (sem tratamento de superfície); Gr2- Al_2O_3 50 μm /2,5 bar; Gr3- Al_2O_3 50 μm /3,5 bar; Gr4- Al_2O_3 110 μm /2,5 bar; Gr5- Al_2O_3 110 μm /3,5 bar; Gr6- SiO_2 30 μm /2,5 bar; Gr7- SiO_2 30 μm /3,5 bar; Gr8- SiO_2 110 μm /2,5 bar; Gr9- SiO_2 110 μm /3,5 bar. Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, 1 mm/min) após serem submetidas à ciclagem mecânica (100.000 ciclos; 50 N de carga; 4 Hz; imersão em água destilada a 37 °C). Transformação de fase (tetragonal-monoclínica), rugosidade superficial e profundidade de zona transformada foram analisadas. Os resultados demonstraram que o tipo de partícula, pressão e ciclagem mecânica não influenciaram a resistência à flexão. Exceto para o grupo Al_2O_3 110 μm /3,5 bar, todos os protocolos de jateamento aumentaram a resistência à flexão biaxial (controle não ciclado, controle ciclado, experimentais ciclados e experimentais não ciclados). A maior rugosidade superficial foi para Al_2O_3 110 μm /3,5 bar de pressão. A profundidade de zona transformada foi entre 0 e 1,43 μm , com maiores valores para Rocatec Plus e Al_2O_3 110 μm /3,5 bar de pressão. Os autores concluíram que, exceto para partículas de óxido de alumínio 110 μm a 3,5 bar, o jateamento aumentou a resistência à flexão biaxial da zircônia, quando comparado a ao grupo não tratado em ambas as condições ciclado ou não. O jateamento promoveu aumento da rugosidade com

partículas de óxido de alumínio 110 μm ; e o jateamento com óxido de alumínio 110 μm e sílica revestida por alumina aumentou a quantidade de fase monoclinica e a profundidade de zona de transformação, quando comparados a outros protocolos de jateamento e grupo controle.

Turp et al. (2013) avaliaram o efeito do jateamento de diferentes partículas e transformação de fase na superfície da zircônia. Discos de zircônia (LAVA, 3M ESPE) foram confeccionados (15 mm de diâmetro x 1 mm de espessura) e divididos em quatro grupos ($n = 21$): (1) jateamento com partículas de alumina revestidas por sílica 30 μm (CojetSand, 3M ESPE); (2) óxido de alumínio 50 μm ; (3) óxido de alumínio 110 μm ; (4) óxido de alumínio 250 μm . Cada grupo foi dividido em 3 subgrupos ($n = 7$) e tratados durante 5, 15 e 30 s. A rugosidade superficial foi mensurada utilizando-se um perfilômetro e a topografia de superfície analisada em microscopia eletrônica de varredura. O jateamento com partículas de 250 μm por 30 s apresentou maior rugosidade superficial ($p < 0,001$) e uma maior quantidade de fase monoclinica, comparada com o jateamento com 30 μm , 50 μm e 110 μm ($p < 0,001$). Desta forma, os autores consideraram que a duração e o tamanho da partícula de jateamento afeta a rugosidade e a transformação de fase cristalina da zircônia e que um maior tempo de tratamento associado a partículas maiores de abrasivos devem resultar na degradação do material.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar, para duas cerâmicas á base de zircônia, a influência dos seguintes fatores relacionados ao processo de jateamento na resistência à flexão e transformação de fase cristalina:

- a) Pressão do ar (2, 3 e 4 bar);
- b) Ângulo de inclinação do microjateador (45°, 60° e 90°);
- c) Distância do microjateador à cerâmica (10 mm e 20 mm);
- d) Tempo de jateamento (15 s e 20 s).

Desta forma, frente aos objetivos propostos, as hipóteses deste estudo foram:

- a) O jateamento influencia a resistência à flexão biaxial das cerâmicas;
- b) Maior pressão de jateamento gera danos superficiais à cerâmica proporcionando menores valores de resistência à flexão biaxial, ao contrário da menor pressão;
- c) Jateamento a uma angulação de 90° promove maior impacto na superfície da cerâmica e consequentemente menores valores de resistência do material, ao contrário da angulação 45°;

- d) Distância e tempo de jateamento podem influenciar valores de resistência à flexão biaxial;
- e) O jateamento aumenta a transformação de fase cristalina da zircônia (tetragonal – monoclínica);
- f) O jateamento em cerâmicas à base de Y-TZP promove diferentes valores de resistência à flexão.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Os materiais utilizados, bem como suas respectivas composições e fabricantes, estão apresentados no quadro abaixo (Quadro 2).

Quadro 2 – Material utilizado nos experimentos

Material	Composição/ Tamanho grão	Método de Prensagem	Fabricante
Cerâmica Cercon Zircônia (base 38)	Zircônia estabilizada parcialmente por óxido de ítrio / 0,3µm	Método isostático	DENTSPLY Ceramco, Estados Unidos
Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes for InLab YZ (40/15)	Zircônia estabilizada parcialmente por óxido de ítrio / 0,5µm	Método isostático	VITA Zahnfabrik, Alemanha
Rocatec Soft	Partículas de óxido de alumínio revestido por sílica/ 30 µm	n/a	3M ESPE, Estados Unidos

4.2 Métodos

4.2.1 Obtenção das amostras

Foram confeccionados setecentos e quarenta discos, a partir de blocos pré-sinterizados de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio, Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e In Ceram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Alemanha). Em cada extremidade de um bloco, foi fixado um cilindro metálico (15 mm diâmetro x 15 mm altura) com cola Superbonder (Loctite, EUA) e após a secagem, esse conjunto foi levado a Politriz sob irrigação (lixa d'água de granulação 320) para que as bordas dos blocos fossem arredondadas, de forma que atingissem o formato de um cilindro de 15 mm de diâmetro. (Figura 1).

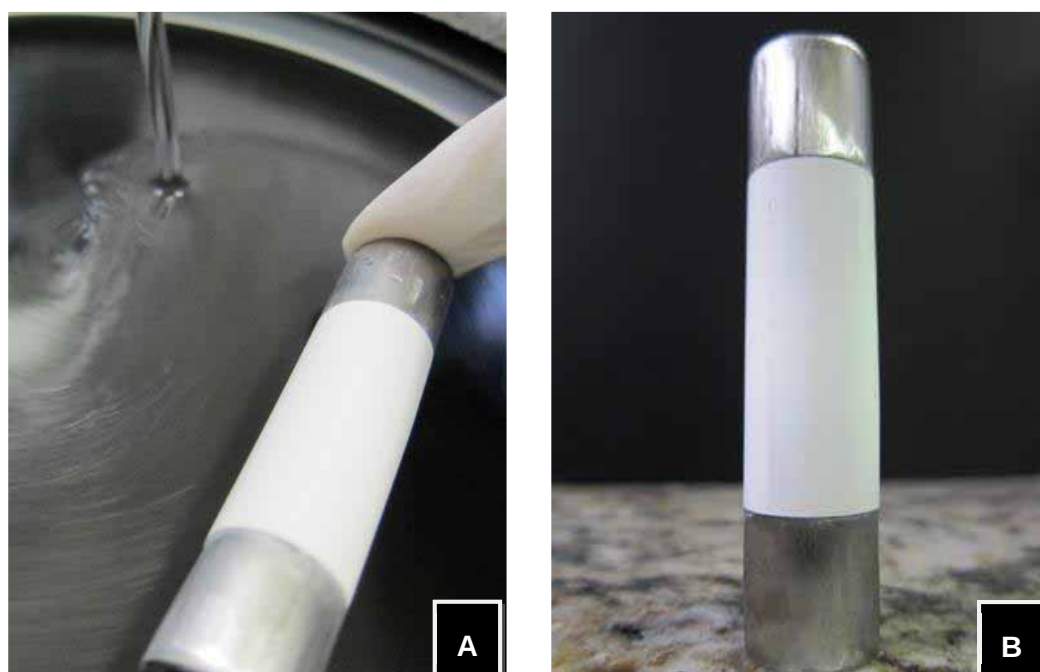


Figura 1 –Confecção do cilindro de cerâmica. A) desgaste dos excessos em politriz. B) Cerâmica pronta para o corte em Isomet.

Os cilindros foram envolvidos por várias camadas de fita adesiva antes da secção em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, EUA) com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, EUA). Os discos obtidos segundo a norma ISO 6872 (15 mm de diâmetro x 2 mm de espessura) foram regularizados manualmente com lixas d'água de granulações 400, 600 e 1200, antes da sinterização. Tal procedimento não incorpora falhas ou modificação de fase da zircônia (Kosmac et al., 1999; Pittayachawan et al., 2007). Antes e após a sinterização, os discos foram imersos em álcool isopropílico em banho ultrasônico, durante 5 min (Vitasonic, Vita Zahnfabrik, Alemanha). O programa utilizado para sinterização em forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Alemanha) foi o programa 1, cuja temperatura inicial de 40 °C aumenta 17 °C/min durante 90 min, até atingir a temperatura de 1530 °C mantida por 120 min, a partir daí se dá o resfriamento com abertura do forno a 200 °C. A dimensão final dos discos após a contração de sinterização do material foi de 12 mm de diâmetro x 1,2 mm de altura.

4.2.2 Grupos experimentais

As amostras foram divididas em 74 grupos (n= 10), considerando-se: tipo de cerâmica (Cercon e Vita YZ); pressão do jateamento (2, 3 e 4 bar); ângulo de inclinação do microjateador - ângulo formado entre a ponta do jateador e a superfície da cerâmica (45°, 60°, 90°); distância do microjateador à cerâmica (5 e 10 mm) e tempo de jateamento (15 e 20 s).

Os grupos foram numerados de acordo com o tipo de cerâmica: 1 a 37 – cerâmica Cercon; e 38 a 74 – cerâmica Vita YZ, sendo os grupos 1 e 38 os grupos controle (ausência de jateamento) de cada tipo de cerâmica (Quadro 3).

Quadro 3 – Divisão dos grupos experimentais

(continua)

Tempo (s)	Distância (mm)	Angulação (graus)	Pressão (bar)
15s	5mm	45°	2 bar
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	60°	
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	90°	
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	45°	3 bar
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	60°	
20s			
15	10mm		
20s			
15s	5mm	90°	
20s			
15s	10mm		

Quadro 3 – Divisão dos grupos experimentais

(conclusão)

Tempo (s)	Distância (mm)	Angulação (graus)	Pressão (bar)
20s	10mm	90°	4 bar
15s	5mm	45°	
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	60°	
20s			
15s	10mm		
20s			
15s	5mm	90°	
20s			
15s	10mm		
20s			

4.2.3 Jateamento das amostras

Antes do jateamento, foi realizada uma marcação pontual no centro da superfície da amostra com uma caneta permanente e a fixação de uma fita adesiva para identificar a face da amostra onde seria apoiada a carga do ensaio e para evitar que os fragmentos se espalhassem após a fratura. A face oposta da amostra então foi destinada ao jateamento.

Para realização do jateamento das amostras, foi utilizado um microjateador (Microjato Standard, Bioart, Brasil). Para que fosse possível padronizar e fixar a distância entre a superfície das amostras e a

ponta do microjateador bem como o ângulo de incidência das partículas durante o jateamento, um dispositivo metálico, desenvolvido por Amaral et al. (2008), foi utilizado para que o microjateador permanecesse fixo durante toda etapa de jateamento (Figura 2).

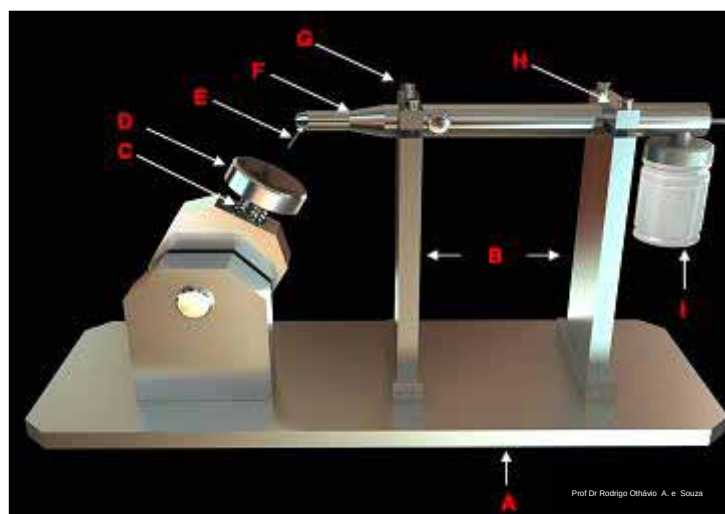


Figura 2 - Microjateador posicionado no dispositivo metálico para padronização dos procedimentos de jateamento: A) base do dispositivo; B) hastes verticais; C) parafuso calibrador da distância entre a ponta do jateador e base metálica; D) base metálica para posicionar as amostras durante jateamento; E) ponta do microjateador; F) microjateador; G) parafuso fixador da braçadeira metálica; H) braçadeira metálica para fixar o microjateador ao dispositivo; I) recipiente conectado ao microjateador onde se armazenam as partículas do jateamento (vista lateral).

O jateamento foi realizado com partículas de óxido de alumínio (30 μm) revestido por sílica – Rocatec Soft (3M ESPE/ Irvine, CA, EUA), já que este parece ser o tratamento de superfície mais indicado para aumentar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP, mesmo após fadiga mecânica (Souza, 2013; Ozcan et al., 2013a).

Para o jateamento, cada amostra foi fixada com fita dupla face sobre a base metálica do dispositivo, a fim de se obter um jateamento no centro da superfície da amostra (Figura 2).

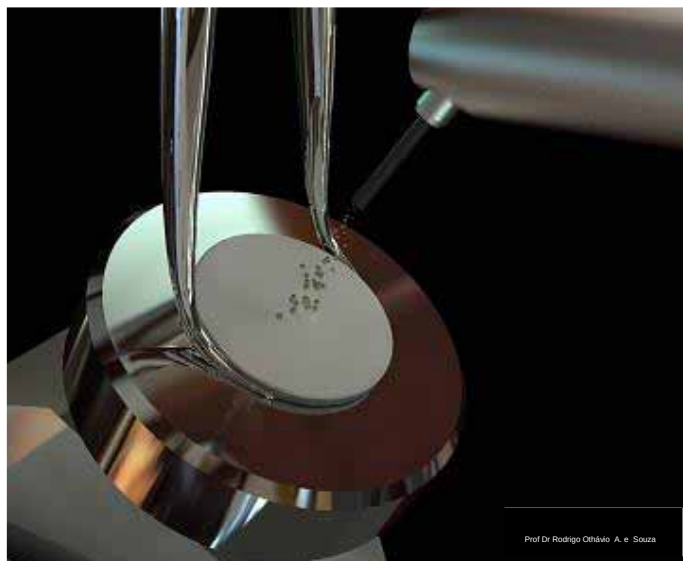


Figura 3 - Disco cerâmico apoiado sobre a base metálica no momento de jateamento.

4.2.4 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Pinhais/PR, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kg, até o momento da fratura da amostra. Para realização do ensaio de flexão biaxial, foi utilizado um dispositivo metálico (41,5 mm de diâmetro x 25 mm altura) com as seguintes características: face superior contendo três esferas ($\varnothing = 3,2$ mm) fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, formando um plano e três hastes metálicas (2 mm de diâmetro x 4 mm altura) fixadas equidistantes 17 mm entre seus centros, de maneira que o centro do plano formado pelas esferas fosse coincidente com o centro do plano formado pelas hastes metálicas. Após o posicionamento da amostra no dispositivo, uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, 1,6 mm de diâmetro) fixada à célula de carga, exerceu uma carga crescente no centro da face superior da amostra identificada com caneta (área de compressão) até ocorrer a fratura

(Figura 4). Este ensaio ocorreu com a amostra imersa em água a temperatura ambiente.

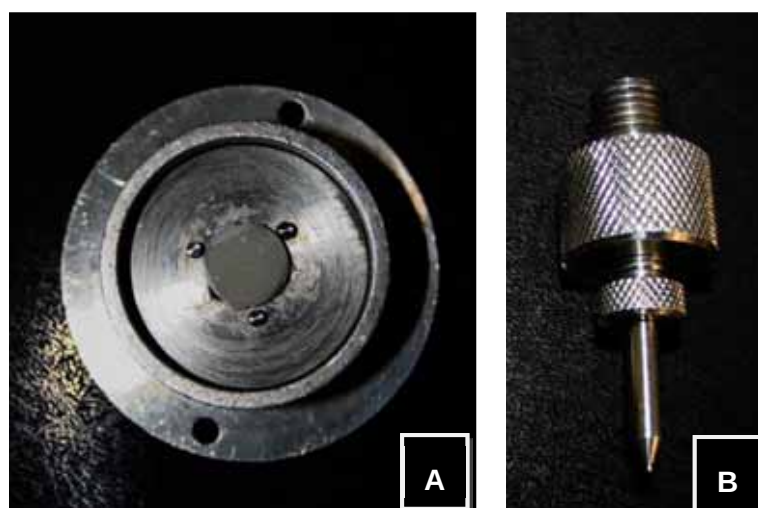


Figura 4 - Dispositivos metálicos utilizados para ensaio de resistência à flexão biaxial: A) base metálica; B) ponta de tungstênio.

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

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

onde:

S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal

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

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

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

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

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

onde:

ν = Razão de Poisson

r_1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

r_2 = Raio da área da carga, em milímetros

r_3 = Raio da amostra, em milímetros

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

Todas as mensurações foram realizadas com o auxílio de paquímetro digital (Mitutoyo, Illinois, EUA).

4.2.5 Análise por Difração de Raios X

Para determinar a porcentagem de transformações da zircônia tetragonal para monoclinica induzida pelo jateamento foi realizada a análise em difratômetro de raios X (Panalytical, modelo X'Pert Powder, Philips, Holanda)* (Figura 5).

Antes do ensaio de resistência à flexão, três amostras de cada grupo foram analisadas. Em um dispositivo metálico, as amostras foram posicionadas com a face de leitura para cima e em seguida fixado no compartimento de leitura do difratômetro.

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

A análise em difração de raios X consiste na irradiação da superfície da cerâmica (aproximadamente 7 μm em profundidade e uma área de 5 mm de largura por 5 mm de comprimento) com um feixe monocromático de Cu-K α ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$), a uma tensão de 45 kV e 40 mA de amperagem no tubo de raios X. Os raios são refletidos pela superfície da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto ao do feixe de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclínica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura, como se fosse uma impressão digital. Estes picos correspondem à distância entre a face superior e a face inferior de cada plano de átomos da estrutura cristalina da zircônia.

A leitura desta distância pode ser influenciada pela posição do átomo na estrutura (vertical, horizontal ou inclinado) ou pelo ângulo de incidência dos raios X (eixo $x = 2\theta$). Assim, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas utilizando a radiação Cu-K α (varredura entre 20° e 60°, passo angular 0,02°, velocidade 10 s / ponto de contagem, 8000 contagens no maior pico) o que determina a quantidade ou porcentagem de transformação de fase na superfície de da cerâmica de Y-TZP.

Os dados foram enviados para uma unidade computadorizada para comparação de resultados da porcentagem de fase monoclínica transformada com o método de Rietveld, utilizando-se o programa General Structure Analysis System (GSAS, Inglaterra).



Figura 5 – Difratorômetro de raios X (INPE).

4.2.6 Análise em Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Uma amostra do grupo controle (sem jateamento) de cada tipo de cerâmica foi analisada em microscópio modelo JSM-5310 (JEOL, Tóquio, Japão) para observar a topografia e quantificar o tamanho médio de grãos em aumento de 10.000 x.

4.2.7 Contagem e tamanho médio de grãos

A contagem de grãos foi realizada utilizando-se três imagens representativas obtidas em MEV sob aumento de 10.000 x, pelo método de Ferrer no programa Image J 1.45S (National Institute of Health, EUA) e calculada a média e desvio padrão do total de grãos que foram

medidos e contados. Os grãos localizados nas bordas da micrografia foram excluídos da contagem.

4.2.8 Análise da densidade

Para aperfeiçoamento da discussão, foi realizada a análise de densidade das cerâmicas, como forma de caracterização dos tipos de cerâmica utilizados neste estudo. Foi utilizado o método de Archimedes, segundo a norma ASTM C-20. Para isso, calculou-se a massa seca, massa imersa e massa úmida.

4.2.8.1 Cálculo da massa seca

Dois espécimes do grupo controle Cercon e do grupo controle Vita YZ foram pesados, empregando-se uma balança de precisão (Mettler-Toledo Ind. e Com. Ltda., Barueri – SP, Brasil). A pesagem foi feita até atingir peso constante.

4.2.8.2 Cálculo da massa imersa

As amostras foram colocadas em água deionizada e fervidas durante duas horas, garantindo-se que sua superfície estivesse coberta com água durante todo o processo.

Após o resfriamento da água até temperatura ambiente, as amostras foram deixadas imersas em água por 12 horas para que seus

possíveis poros fossem preenchidos pelo líquido. Assim, a massa imersa foi calculada colocando-se a amostra em um dispositivo acoplado à balança de alta precisão submerso em água.

O cálculo final do peso de cada amostra foi dado até atingir peso constante.

4.2.8.3 Cálculo da massa úmida

Após o cálculo da massa imersa, foram retiradas todas as gotas de água da superfície com o auxílio de um cotonete e o peso final calculado até atingir peso constante.

4.2.8.4 Cálculo da densidade teórica

Após o cálculo das massas, a densidade (g/cm^3) foi obtida através da equação a seguir:

$$\rho = \frac{m_s}{m_u - m_i}$$

5 RESULTADOS

5.1 Resistência à flexão biaxial

5.1.1 Cerâmica Cercon

Os dados de resistência à flexão biaxial (MPa) foram submetidos ao teste de análise de variância de quatro fatores: tempo (T), distância (D), angulação (A) e pressão (P) (Tabela 1). Observou-se que o fator estatisticamente significativo foi a Pressão e as interações D*A, A*P, T*D*P, T*A*P ($p < 0,05$).

Tabela 1 – Resultado da análise de variância de quatro fatores para os dados de resistência à flexão biaxial (MPa), para cerâmica Cercon

<i>(continua)</i>					
Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Tempo (T)	9754	1	9754	0,465	0,496112
Distância (D)	11244	1	11244	0,536	0,464965
Angulação (A)	84185	2	42093	2,006	0,137136
Pressão (P)	477362	2	238681	11,377	0,000021*
T*D	23458	1	23458	1,118	0,291574
T*A	30756	2	15378	0,733	0,481741
D*A	4082203	2	204102	9,729	0,000092*
T*P	4324	2	2162	0,103	0,902136

Tabela 1 – Resultado da análise de variância de quatro fatores para os dados de resistência à flexão biaxial (MPa), para cerâmica Cercon

(conclusão)

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
D*P	1066	2	533	0,025	0,974908
A*P	495787	4	123947	5,908	0,000162*
T*D*A	59946	2	29973	1,429	0,242028
T*D*P	128319	2	64159	30,58	0,049145*
T*A*P	232130	4	58032	2,766	0,028589*
D*A*P	84775	4	21194	1,010	0,403203
T*D*A*P	61216	4	15304	0,729	0,572776
Erro	4258888	203	20980		

*p < 0,05; SQ: Soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; p: nível de significância

Mediante o teste de Tukey HSD (Tabela 2), aplicado para verificar o fator Pressão, foi observado que os grupos cuja pressão de jateamento foram de 2 e 3 bar apresentaram os maiores valores de resistência à flexão biaxial (780 ± 166 e 819 ± 165 MPa, respectivamente) e os menores valores para os grupos de pressão 4 bar (706 ± 131 MPa).

Tabela 2 – Resultados do Teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para o fator Pressão, para cerâmica Cercon

Pressão (bar)	Média $\pm$ Desvio padrão	Grupos Homogêneos
4	706 ± 131	B
2	780 ± 166	A
3	819 ± 165	A

O teste de Tukey HSD também foi realizado para verificar as diferenças entre os grupos para as interações entre os fatores.

Para a interação Distância x Angulação (Tabela 3), observam-se maiores valores de resistência para 5 mm/60° (844 ± 155 MPa) e menores valores para 5 mm/45° (702 ± 158 MPa).

Já na interação Angulação x Pressão (Tabela 4), os valores mais baixos são para 45°/4 bar (626 ± 114 MPa) e maiores para 90°/3 bar (851 ± 165 MPa).

Tabela 3 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Distância x Angulação, para cerâmica Cercon

Distância (mm)	Angulação (graus)	Média ± Desvio Padrão	Grupos Homogêneos
5	45	702 ± 158	A
10	60	746 ± 128	AB
5	90	747 ± 161	ABC
10	45	784 ± 185	ABC
10	90	805 ± 145	BC
5	60	844 ± 155	C

Tabela 4 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Angulação x Pressão, para cerâmica Cercon

Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média ± Desvio Padrão	Grupos Homogêneos
45	4	626 ± 114	C
90	2	715 ± 148	AC
60	4	733 ± 113	ABC
90	4	768 ± 119	AB
45	3	782 ± 184	AB
60	2	799 ± 172	AB
60	3	826 ± 140	AB
45	2	829 ± 156	AB
90	3	851 ± 165	B

Para a interação Tempo x Distância x Pressão (Tabela 5), apesar de não terem sido detectadas diferenças significativas, o valor mais alto obtido foi para 15 s/10 mm/3 bar (829 ± 173 MPa), enquanto o mais baixo para 15 s/5 mm/4 bar (689 ± 93 MPa). Na interação Tempo x Angulação x Pressão (Tabela 6), o teste de Tukey HSD revelou maior resistência para 15 s/60°/2 bar (803 ± 204 MPa) e 15 s/60°/3 bar (808 ± 147 MPa) e menor resistência para 20 s/45°/4 bar (603 ± 121 MPa).

Tabela 5 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Tempo x Distância x Pressão, para cerâmica Cercon

Tempo	Distância	Pressão	Média ± Desvio	Grupos
(s)	(mm)	(bar)	Padrão	Homogêneos
15	5	4	689 ± 93	A
15	10	4	699 ± 128	A
20	5	4	707 ± 180	A
20	10	4	726 ± 110	A
20	5	2	737 ± 125	A
15	10	2	749 ± 143	A
15	5	2	807 ± 192	A
15	5	3	811 ± 179	A
20	5	3	811 ± 170	A
20	10	3	824 ± 131	A
20	10	2	824 ± 179	A
15	10	3	829 ± 173	A

Tabela 6 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Tempo x Angulação x Pressão, para cerâmica Cercon

(continua)

Tempo	Angulação	Pressão	Média ± Desvio	Grupos
(s)	(graus)	(bar)	Padrão	Homogêneos
20	45	4	603 ± 121	A
15	45	4	648 ± 101	AB
15	60	4	687 ± 71	ABC
20	90	2	702 ± 145	ABC
20	45	3	714 ± 97	ABC

Tabela 6 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Tempo x Angulação x Pressão, para cerâmica Cercon

(conclusão)

Tempo (s)	Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média ± Desvio Padrão	Grupos Homogêneos
15	90	2	730 ± 150	ABC
15	90	4	754 ± 126	ABC
20	90	4	779 ± 111	ABC
20	60	4	783 ± 129	ABC
15	45	2	786 ± 136	ABC
20	60	2	796 ± 132	ABC
15	60	2	803 ± 204	BC
15	60	3	808 ± 147	BC

Para avaliar estatisticamente o relacionamento entre os grupos experimentais entre si, verificou-se por meio da análise de variância um fator (Tabela 7) que o efeito principal Tratamento apresentou diferença estatística ($p = 0,00$), isto é, os valores de resistência à flexão variaram estatisticamente entre os grupos experimentais.

Tabela 7 – Resultado da análise de variância de um fator para os valores de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação entre os grupos experimentais, para cerâmica Cercon

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Tratamento	2073604	36	57600	2,810	0,000002*
Erro	4283489	209	20495		

* $p < 0,05$; SQ: Soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; p: nível de significância

O teste de comparação múltipla de Duncan (5%) (Tabela 8), aplicado para comparar as médias dos grupos experimentais em relação ao grupo controle, indicou menor valor para o grupo 4 bar/45°/5 mm/20 s (556 ± 117 MPa) e maior valor em 2 bar/45°/10 mm/20 s (1012 ± 108 MPa). Porém, observou-se também que existem grupos de pressão 4 bar com média acima do grupo controle (754 ± 59 MPa), como em 4 bar/90°/10 mm/15 s (834 ± 82 MPa) e 4 bar/90°/10 mm/20 s (807 ± 112 MPa), ou seja, em alguns grupos a pressão 4 bar associada a outros fatores, aumentou a resistência à flexão. Entretanto, em uma mesma circunstância de pressão, angulação e tempo, quando se diminui a distância de jateamento para 5 mm (4 bar/90°/5 mm/15 s e 4 bar/90°/5 mm/20 s), os valores de resistência caem (697 ± 122 MPa e 742 ± 129 MPa, respectivamente). Neste caso, pressupõe-se que uma menor distância, torna o jateamento mais agressivo à superfície cerâmica da Cercon, diminuindo sua resistência.

Tabela 8 – Resultado do teste de Duncan dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação dos grupos experimentais x grupo controle, para cerâmica Cercon

(continua)

Grupo	P(bar)	A (graus)	D(mm)	T(s)	Média $\pm$ DP	Grupos Homogêneos
27	4	45	5	20	556 ± 117	A
28	4	45	10	15	621 ± 111	AB
29	4	45	10	20	650 ± 106	ABC
11	2	90	5	20	652 ± 116	ABC
15	3	45	5	20	659 ± 26	ABCD

Tabela 8 – Resultado do teste de Duncan dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação dos grupos experimentais x grupo controle, para cerâmica Cercon

						(continuação)
Grupo	P(bar)	A (graus)	D(mm)	T(s)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
26	4	45	5	15	675 ± 81	ABCDE
32	4	60	10	15	677 ± 79	ABCDE
34	4	90	5	15	697 ± 122	ABCDEF
30	4	60	5	15	697 ± 60	ABCDEF
12	2	90	10	15	699 ± 158	ABCDEF
33	4	60	10	20	704 ± 61	ABCDEF
8	2	60	10	15	720 ± 123	ABCDEFG
13	2	90	10	20	740 ± 153	ABCDEFGH
35	4	90	5	20	742 ± 129	ABCDEFGH
2	2	45	5	15	750 ± 139	ABCDEFGH
20	3	60	10	15	750 ± 199	BCDEFGH
1		Controle			754 ± 59	BCDEFGH
10	2	90	5	15	757 ± 139	BCDEFGH
22	3	90	5	15	761 ± 162	BCDEFGH
3	2	45	5	20	769 ± 111	BCDEFGH
17	3	45	10	20	790 ± 109	BCDEFGH
9	2	60	10	20	792 ± 152	BCDEFGH
14	3	45	5	15	796 ± 219	BCDEFGH
7	2	60	5	20	802 ± 90	BCDEFGH
21	3	60	10	20	807 ± 112	BCDEFGH
37	4	90	10	20	807 ± 84	BCDEFGH
4	2	45	10	15	818 ± 124	BCDEFGH
36	4	90	10	15	834 ± 82	CDEFGHI
18	3	60	5	15	854 ± 132	DEFGHI

Tabela 8 – Resultado do teste de Duncan dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação dos grupos experimentais x grupo controle, para cerâmica Cercon

(conclusão)

Grupo	P(bar)	A (graus)	D(mm)	T(s)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
25	3	90	10	20	863 ± 150	EFGHI
16	3	45	10	15	870 ± 198	EFGHI
31	3	60	5	20	876 ± 127	FGHI
24	3	90	10	15	878 ± 130	FGHI
19	3	60	5	20	895 ± 127	FGHI
23	3	90	5	20	907± 186	GHI
6	2	60	5	15	935 ± 235	HI
5	2	45	10	20	1012± 108	I

P: Pressão; A: Angulação; D: Distância; T:Tempo; DP: Desvio padrão.

5.1.2 Cerâmica Vita YZ

Da mesma maneira, os dados de resistência à flexão biaxial (MPa) foram submetidos a análise de variância quatro fatores: Tempo (T), Distância (D), Angulação (A) e Pressão (P) (Tabela 9), em que observou-se significância para o fator Pressão e para as interações T*A*P e D*A*P ($p < 0,05$). Após o teste de Tukey HSD para o fator Pressão (Tabela 10), verificou-se que os grupos cujas pressões de jateamento foram de 3 bar (932 ± 169 MPa) e 4 bar (900 ± 207 MPa), apresentaram os maiores valores de resistência à flexão biaxial e menores valores para os grupos de pressão 2 bar (814 ± 173 MPa).

Tabela 9 – Resultado da análise de variância quatro fatores dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa), para cerâmica Vita YZ

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Tempo (T)	5281	1	5281	0,187	0,665846
Distância (D)	4171	1	4171	0,148	0,701111
Angulação (A)	111310	1	55655	1,973	0,142373
Pressão (P)	609032	2	304516	10,793	0,000039*
T*D	5460	2	5460	0,194	0,660584
T*A	16478	1	8239	0,292	0,747131
D*A	36484	2	18242	0,647	0,525164
T*P	21818	2	10909	0,387	0,679942
D*P	3045	2	1523	0,054	0,947479
A*P	255557	4	63889	2,265	0,064430
T*D*A	9082	2	4541	0,161	0,851465
T*D*P	11957	2	5978	0,212	0,809264
T*A*P	535580	4	133895	4,746	0,001195*
D*A*P	705385	4	176346	6,250	0,000105*
T*D*A*P	176680	4	44170	1,566	0,185896
Erro	4626973	164	28213		

*p<0,05; SQ: Soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; p: nível de significância.

Tabela 10 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para o fator Pressão, para cerâmica Vita YZ

Pressão (bar)	Média ± Desvio Padrão	Grupos Homogêneos
2	814 ± 173	B
4	900 ± 207	A
3	932± 169	A

Foi realizado o teste de Tukey HSD para análise das interações entre os fatores Tempo x Angulação x Pressão (Tabela 11) e observaram-se maiores valores de resistência para o jateamento a 3 bar/60°/20 s (1057 ± 86 MPa) e menores para 2 bar/90°/5 mm ($730 \pm 96,15$ MPa).

Para a análise das interações Distância x Angulação x Pressão (Tabela 12), foram verificados maiores valores para 4 bar/60°/5 mm (1039 ± 235 MPa) e menores para 2 bar/90°/5 mm (701 ± 125 MPa).

Observou-se, de maneira geral, que a pressão de jateamento 2 bar diminuiu os valores de resistência à flexão biaxial, para a cerâmica Vita YZ.

Tabela 11 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Tempo x Angulação x Pressão, para cerâmica Vita YZ

(continua)

Tempo (s)	Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média $\pm$ DP	Grupos Homogêneos
15	90	2	730 ± 96	A
20	90	2	736 ± 128	AB
15	45	2	742 ± 143	AB
15	60	3	833 ± 175	ABC
20	60	4	867 ± 184	ABC
20	45	4	870 ± 207	ABC
20	90	3	879 ± 118	ABC
20	45	3	879 ± 146	ABC
20	45	2	886 ± 199	ABC
20	60	2	893 ± 158	ABC
15	90	4	896 ± 67	ABC
20	90	3	879 ± 118	ABC

Tabela 11 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Tempo x Angulação x Pressão, para cerâmica Vita YZ

(conclusão)

Tempo (s)	Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
20	45	3	879 ± 146	ABC
20	45	2	886 ± 199	ABC
20	60	2	893 ± 158	ABC
15	90	4	896 ± 67	ABC
15	60	4	896 ± 318	ABC
15	45	4	908 ± 109	ABC
15	60	2	933 ± 169	ABC
20	90	4	997 ± 135	ABC
15	90	3	998 ± 148	BC
15	45	3	1014 ± 168	C
20	60	3	1054 ± 86	C

DP: Desvio padrão.

Tabela 12 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Distância x Angulação x Pressão, para cerâmica Vita YZ

(continua)

Distância (mm)	Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
5	90	2	701 ± 125	A
10	45	2	746 ± 177	AB
10	90	2	765 ± 88	ABC
5	45	4	798 ± 92	ABC
10	60	4	819 ± 242	ABC

Tabela 12 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para interação Distância x Angulação x Pressão, para cerâmica Vita YZ

Distância (mm)	Angulação (graus)	Pressão (bar)	Média ± DP	(conclusão) Grupos Homogêneos
5	45	2	845 ± 176	ABC
5	60	3	851 ± 193	ABC
10	90	3	860 ± 85	ABC
10	60	2	904 ± 140	ABC
5	60	2	922 ± 186	ABC
5	45	3	944 ± 165	ABC
5	90	4	946 ± 134	ABC
10	90	4	947 ± 86	ABC
10	45	3	950 ± 178	ABC
10	60	3	988 ± 138	BC
10	45	4	1003 ± 170	BC
5	90	3	1017 ± 153	C
5	60	4	1039 ± 235	BC

DP: Desvio padrão.

Para comparação entre as médias dos grupos experimentais entre si da cerâmica Vita YZ, foi realizada análise de variância de um fator para efeito Tratamento (Tabela 13), em que se verificou significância estatística entre eles. No teste de Duncan (5%) (Tabela 14) constatou-se que o grupo de menor valor de resistência foi o 2 bar/90°/5 mm/20s (670 ± 129 MPa) e o de maior valor 4 bar/60°/5 mm/15 s (1130 ± 265 MPa). Entre os grupos experimentais, observou-se também uma homogeneidade na distribuição dos menores valores de resistência à flexão entre os grupos de pressão 2 bar, e os maiores valores de resistência entre os grupos 4 bar.

Tabela 13 – Resultado da análise de variância de um fator dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa), com relação a efeito Tratamento, para comparação dos grupos experimentais entre si, para cerâmica Vita YZ

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Tratamento	2621667	36	72824	5553,001	0,000015*
Erro	4705288	171	27516	2,647	

*p<0,05; SQ: Soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; p: nível de significância

Tabela 14 – Resultado do teste de Duncan dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação dos grupos experimentais x grupo controle, para cerâmica Vita YZ

(continua)						
Grupo	P(bar)	A (graus)	D (mm)	T (s)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
48	2	90	5	20	670 ± 129	A
41	2	45	10	15	684 ± 132	AB
55	3	60	5	15	715 ± 109	ABC
49	2	90	10	15	724 ± 80	ABC
47	2	90	5	15	737 ± 111	ABCD
64	4	45	5	20	751 ± 93	ABCDE
39	2	45	5	15	781 ± 137	ABCDEF
69	4	60	10	15	802 ± 287	ABCDEFG
50	2	90	10	20	813 ± 72	ABCDEFGH
42	2	45	10	20	820 ± 195	ABCDEFGHI
70	4	60	10	20	835 ± 185	ABCDEFGHI
62	3	90	10	20	840 ± 58	ABCDEFGHI
63	4	45	5	15	846 ± 62	ABCDEFGHI
71	4	90	5	15	864 ± 53	ABCDEFGHI

Tabela 14 – Resultado do teste de Duncan dos dados de resistência à flexão biaxial (MPa) para comparação dos grupos experimentais x grupo controle, para cerâmica Vita YZ.

(conclusão)						
Grupo	P(bar)	A (graus)	D (mm)	T (s)	Média ± DP	Grupos Homogêneos
52	3	45	5	20	870 ± 112	ABCDEFGHJI
46	2	60	10	20	871 ± 156	ABCDEFGHJI
61	3	90	10	15	892 ± 107	ABCDEFGHJIJ
38		Controle			892 ± 98	ABCDEFGHJIJ
54	3	45	10	20	893 ± 185	ABCDEFGHJIJ
44	2	60	5	20	915 ± 156	ABCDEFGHJIJ
43	2	60	5	15	929 ± 211	BCDEFGHJIJ
45	2	60	10	15	937 ± 112	BCDEFGHJIJ
60	3	90	5	20	938 ± 154	BCDEFGHJIJ
40	2	45	5	20	941 ± 184	CDEFGHJIJ
74	4	90	10	20	946 ± 109	CDEFGHJIJ
68	4	60	5	20	947 ± 153	CDEFGHJIJ
73	4	90	10	15	948 ± 53	CDEFGHJIJ
57	3	60	10	15	951± 148	CDEFGHJIJ
65	4	45	10	15	986 ± 106	DEFGHJIJ
53	3	45	10	15	996 ± 158	EFGHJIJ
66	4	45	10	20	1020 ± 214	FGHJIJ
72	4	90	5	20	1028 ± 140	FGHJIJ
51	3	45	5	15	1032 ± 175	FGHJIJ
56	3	60	5	20	1041 ± 103	GHIJ
59	3	90	5	15	1069 ± 127	HIJ
58	3	60	10	20	1075 ± 37	IJ
67	4	60	5	15	1130± 265	J

P: Pressão; A: Angulação; D: Distância; T:Tempo; DP: Desvio padrão.

5.2 Difração de raios X

5.2.1 Cerâmica Cercon

Os valores de transformação de fase cristalina T-M (%) foram submetidos à análise de variância um fator e ao teste de Tukey HSD para comparação entre os grupos.

A análise de variância um fator demonstrou que houve diferença estatística na quantidade de fração monoclinica ($p=0,00$) entre os grupos experimentais (Tabela 15).

Tabela 15 – Resultado da análise de variância um fator dos dados de fase monoclinica (%), para cerâmica Cercon

Efeito	SQ	GL	QM	F	p
Transformação de fase	1637,93	36	45,498	1077,627	0,00*
Erro	34,214	35	0,978	46,543	0,00*

* $p<0,05$; SQ: Soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; p: nível de significância.

Assim, foi realizado o teste de Tukey HSD (Tabela 16) que demonstrou que os grupos de pressão 2 bar, em geral, apresentaram maior transformação de fase cristalina, ou seja, maior porcentagem de fase monoclinica (entre 5,8% e 11%), ao contrário dos grupos de pressão 4 bar e do grupo controle que apresentaram menos de 1% de fase monoclinica.

Os valores das fases cristalinas monoclinica, tetragonal e cúbica apresentados pela cerâmica Cercon estão na Tabela 18 (Apêndice A).

Tabela 16 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de fase monoclinica (%), para cerâmica Cercon

<i>(continua)</i>						
Grupo	Pressão (bar)	Angulação (graus)	Distância (mm)	Tempo (s)	Média (%)	Grupos Homogêneos
36	4	90	10	15	0,00	A
21	3	60	10	20	0,01	A
37	4	90	10	20	0,01	A
24	3	90	10	15	0,01	AB
25	3	90	10	20	0,01	AB
30	4	60	5	15	0,01	A
27	4	45	5	20	0,01	A
26	4	45	5	15	0,01	A
28	4	45	10	15	0,01	A
1		Controle			0,01	A
31	4	60	5	20	0,01	A
23	3	90	5	20	0,02	A
33	4	60	10	20	0,04	A
32	4	60	10	15	0,04	A
20	3	60	10	15	0,04	A
22	3	90	5	15	0,04	A
34	4	90	5	15	0,05	A
29	4	45	10	20	0,07	A
17	3	45	10	20	0,08	A
35	4	90	5	20	0,08	A

Tabela 16 – Resultados do teste de Tukey HSD para dados de fase monoclinica (%), para cerâmica Cercon

(conclusão)

Grupo	Pressão (bar)	Angulação (graus)	Distância (mm)	Tempo (s)	Média (%)	Grupos Homogêneos
18	3	60	5	15	0,08	A
19	3	60	5	20	0,09	A
2	2	45	5	15	5,85	BC
5	2	45	10	20	7,26	CD
4	2	45	10	15	7,60	CD
3	2	45	5	20	8,53	CD
12	2	90	10	15	8,92	CD
16	3	45	10	15	9,15	CD
14	3	45	5	15	9,72	CD
8	2	60	10	15	10,12	D
9	2	60	10	20	10,48	D
15	3	45	5	20	10,49	D
7	2	60	5	20	10,58	D
6	2	60	5	15	10,87	D
13	2	90	10	20	10,90	D
11	2	90	5	20	11,00	D
10	2	90	5	15	11,01	D

Os gráficos obtidos através da técnica de refinamento por Rietveld, para os grupos mais expressivo, à título de comparação (G27 – menor resistência à flexão e G5 – maior resistência à flexão controle) estão representados nas figura 6.

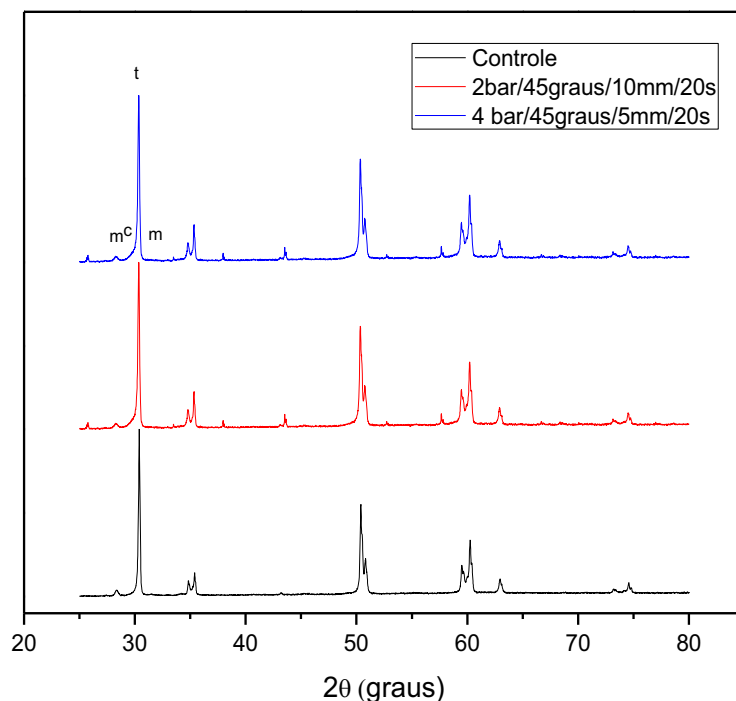


Figura 6 - Gráficos obtidos através da técnica de refinamento por Rietveld para grupo controle (ausência de jateamento), grupo 5 (2 bar/45°/10 mm/20 s) e grupo 27 (4 bar/45°/5 mm/20 s), da cerâmica Cercon.

5.2.2 Cerâmica Vita YZ

As análises de difração de raios X da cerâmica Vita YZ apresentaram valores muito baixos entre 0 e 1% de fase monoclinica. Desta forma, considera-se que não houve transformação de fase cristalina T-M, portanto os valores não foram submetidos à análise estatística. Os valores das fases monoclinica, tetragonal e cúbica apresentados pela cerâmica Vita YZ estão na Tabela 18 (Apêndice A).

Os gráficos obtidos através da técnica de refinamento por Rietveld, para os grupos mais expressivos, à título de comparação (G48 –

menor resistência, G67 – maior resistência à flexão e grupo controle,) estão representados na Figura 7.

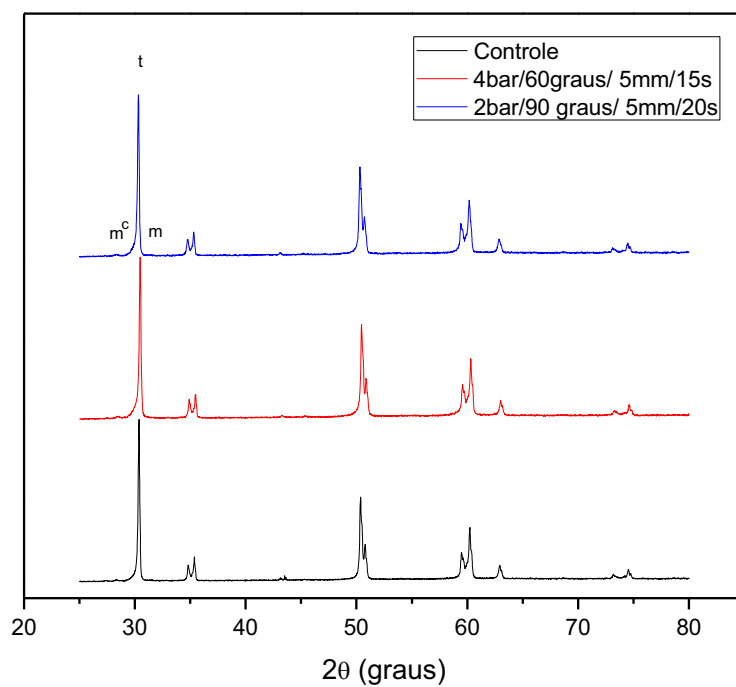


Figura 7 - Gráficos obtidos através da técnica de refinamento por Rietveld para grupos controle, grupo 67 (4 bar/60°/5 mm/15 s) e grupo 48 (2 bar/90°/5 mm/20 s), para cerâmica Vita YZ.

5.3 Análise de densidade

Para análise da densidade, foi utilizado o método de Archimedes, segundo a norma ASTM C-20.

A densidade calculada da cerâmica Cercon foi 98% em relação à densidade teórica da zircônia, enquanto para a cerâmica Vita YZ foi 99%.

5.4 Análise em Microscópio Eletrônico de Varredura

A análise em microscopia eletrônica de varredura (10.000x) teve por objetivo analisar a topografia da superfície e posteriormente quantificar o tamanho de grão das cerâmicas dos grupos controles de cada um dos tipos utilizados.

O grupo controle da cerâmica Cercon apresentou grãos com formato equiaxiais e delineamento do contorno de grãos superficiais visíveis (Figura 8).

O grupo controle da cerâmica Vita YZ apresentou grãos uniformes e bem compactados e de delineamento visível (Figura 9).

A microscopia apresentou algumas irregularidades da superfície da amostra provenientes do processo de corte.

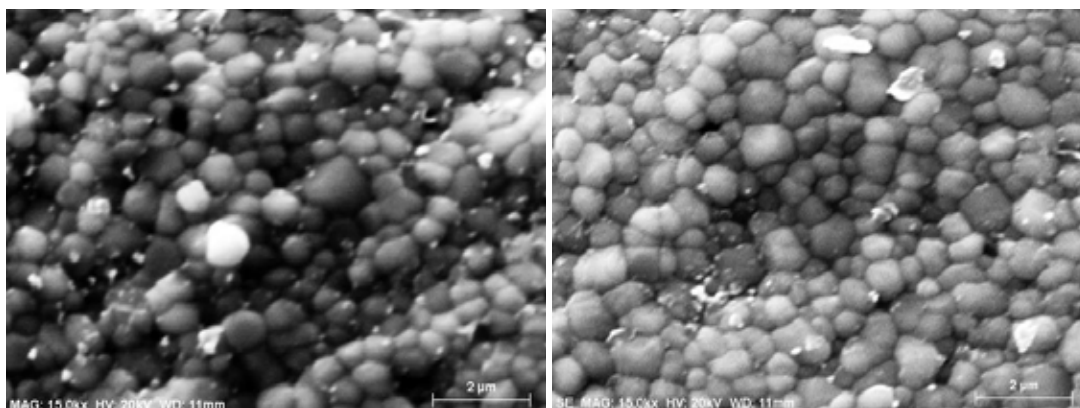


Figura 8 – Micrografias em MEV 10.000 x do grupo controle (ausência de jateamento): Cerâmica Cercon.

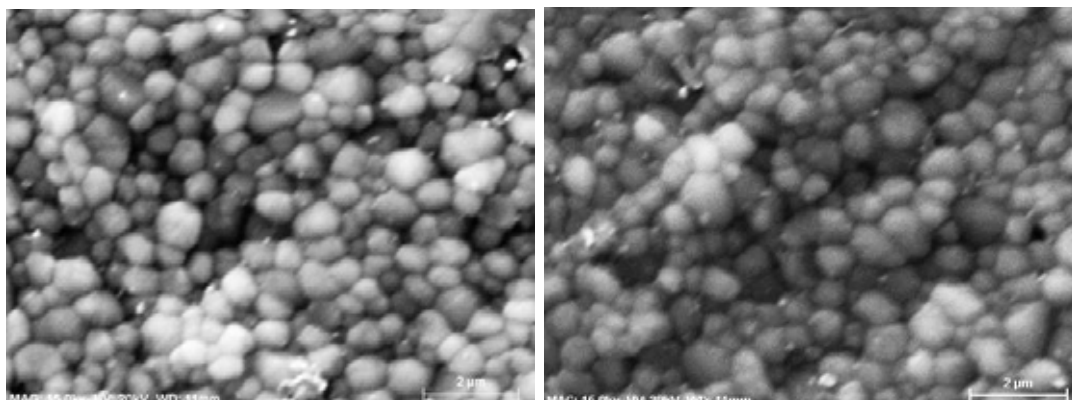


Figura 9 – Micrografias em MEV 10.000 x do grupo controle (ausência de jateamento): Cerâmica Vita YZ.

5.5 Contagem e tamanho médio de grãos

A contagem e tamanho médio dos grãos bem como seu desvio padrão estão representados na Tabela 17.

Tabela 17 – Número de grãos contados, médias e desvio padrão dos tamanhos de grão (μm)

Cerâmica	Número de grãos	Média de tamanho dos grãos ± Desvio padrão (μm)
Cercon	549	$0,705 \pm 0,00023$
Vita YZ	555	$0,712 \pm 0,00024$

μm : micrômetro

6 DISCUSSÃO

6.1 Importância da pesquisa

Muitos estudos tem sido desenvolvidos para melhorar a resistência à fratura das cerâmicas à base de zircônia, seja modificando sua microestrutura (Vanderlei et al., 2014; Moradabadi et al., 2014) ou desenvolvendo artifícios para melhorar o desempenho mecânico da zircônia, principalmente utilizando-se o jateamento da zircônia (Kosmac et al., 1999; Guazzato, et al., 2005; Aboushelib, Wang, 2010; Bhargava et al., 2012).

Por se tratar de um procedimento amplamente utilizado tanto na clínica quanto em laboratórios de prótese, para tratamento de cerâmicas à base de zircônia, idealiza-se que haja uma padronização do procedimento de jateamento, de modo que ele interfira positivamente na resistência à fratura do material e consequentemente na sua longevidade.

Devido à variedade de protocolos na literatura, este estudo foi desenvolvido no sentido de avaliar a influência de aspectos específicos do jateamento como pressão, angulação, distância e tempo, diretamente na resistência da zircônia, bem como sua relação com a transformação de fase cristalina do material.

6.2 Discussão do método

Durante os ensaios de resistência à flexão, observou-se que muitas amostras apresentavam fratura na borda, ou seja, longe do ponto de aplicação de carga. Como o tratamento testado neste estudo e a aplicação de carga do ensaio se encontravam no centro da amostra, o esperado era que o início da fratura também ocorresse no centro da mesma. Desta forma, as amostras de fratura na borda não condiziam com o método proposto, logo, foram excluídas do estudo.

Sabe-se que o tamanho do grão, a porcentagem de ítria e a densidade são fatores influenciadores para o comportamento da zircônia (Chevalier et al., 1999). Desta forma, optou-se por complementar os resultados deste trabalho com a inclusão de novas análises como MEV, para avaliação da topografia da superfície cerâmica, contagem do tamanho de grão e análise da densidade das cerâmicas pelo método de Archimedes.

No difratograma das análises de DRX foram observados picos semelhantes a fase cúbica, então o método de quantificação de Garvie e Nicholson não era indicado para estes dados. O método de refinamento de Rietveld é sugerido, pois permite o refinamento de estruturas cristalinas complexas, e vem sendo aplicado para determinação da proporção de fases a partir do difratograma com precisão reconhecida. O método de Rietveld, ao contrário dos outros métodos baseados na integração da intensidade de picos característicos de fases permite refinar não só os parâmetros geométricos das fases presentes (parâmetros de cela e de perfil), mas também considera as características cristalográficas do material. O método compara o espectro real de uma amostra com espectros teóricos simulados a partir de misturas hipotéticas das fases. O problema de sobreposição de picos é minimizado, permitindo o máximo de extração de informações do padrão

de difração (Gobbo, 2009). Por isso, neste trabalho, foi escolhido este método para ser a base de comparação e quantificação de fase tetragonal, monoclínica e cúbica. Logo, a precisão dos dados de quantificação de fase são maiores.

6.3 Discussão dos resultados

No presente estudo, os grupos da cerâmica Cercon de pressão de jateamento 3 bar (819 ± 165 MPa) apresentaram os maiores valores de resistência à flexão biaxial (Tabelas 2, 4, 5, 6) e maior transformação de fase T-M (Tabela 16). Esta transformação pode ter proporcionado aumento da camada de tensão compressiva superficial da cerâmica, o que aumentou os valores de resistência à flexão, portanto considera-se uma transformação de fase benéfica para o material. Já para os grupos Cercon 4 bar, foram observados menores valores de resistência à flexão (706 ± 131 MPa), o que sugere que esta maior pressão de jateamento pode ter induzido a formação de microtrincas, devido ao destacamento de grãos da superfície da cerâmica e, conseqüentemente, fragilização do material. Com relação à cerâmica Vita YZ, os grupos de menor média de resistência foram os de menor pressão - 2 bar (814 ± 173 MPa) e os de maior valor, pressão 3 bar (932 ± 169 MPa) (Tabela 10). Desta forma, a hipótese (b) de que maior pressão gera danos superficiais à cerâmica diminuindo sua resistência foi aceita para a cerâmica Cercon e rejeitada para a cerâmica Vita YZ. Kosmac et al. (2000) verificou que jateamento com Al_2O_3 110 μm é capaz de remover uma camada de aproximadamente 60 μm da superfície da cerâmica de Y-TZP, causando danos estruturais à cerâmica, formando crateras (depressões) causados pelo jateamento. Além disso, o jateamento promove acúmulo de sílica (aposição) na superfície da cerâmica (Della

Bona et al., 2007). Entre os grupos experimentais Vita YZ, observou-se também homogeneidade na distribuição dos valores – menor resistência entre os grupos de 2 bar, e os maiores entre os grupos 4 bar.

Para a cerâmica Cercon, o processo de jateamento aumentou os valores de resistência à flexão biaxial para maior parte dos grupos experimentais, cujas médias ficaram entre 757 e 1012 MPa, maiores do que o grupo controle (754 ± 59 MPa) e diminuiu para alguns grupos, de médias entre 556 e 750 MPa. Já para a cerâmica Vita YZ, as maiores médias dos grupos experimentais estiveram entre 893 e 1130 MPa e as menores variaram entre 670 e 892 MPa, com relação ao grupo controle (892 ± 98 MPa).

Souza et al. (2013) também relataram um aumento significativo da resistência mecânica de uma cerâmica de Y-TZP após jateamento com CojetSand 30 μm (1266,3 MPa) e Rocatec Plus 110 μm (1179 MPa) em relação ao grupo controle (942 MPa). A diminuição da resistência de cerâmicas de Y-TZP após jateamento foi relatada por alguns estudos e está relacionada com a alteração superficial da cerâmica causada pelo jateamento (Curtis et al., 2006; Pittayachawan et al., 2007). Estudos desenvolvidos por Guazzato et al. (2005) e Sato et al. (2008) revelaram que apesar do jateamento com Al_2O_3 aumentar a resistência mecânica da cerâmica pela formação da camada residual de tensão compressiva, ele promove a formação de microtrincas na superfície da cerâmica, que podem atuar como pontos de fragilidade no material. Desta forma, a hipótese (a) de que o jateamento aumentaria a resistência à flexão biaxial foi parcialmente aceita.

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

Apesar de a pressão 4 bar resultar em menor resistência à flexão para cerâmica Cercon (Tabela 2), observa-se também que quando se associa 4 bar a 90°/10 mm/15 s ou 90°/10 mm/20 s há aumento na resistência (834 ± 82 MPa e 807 ± 84 MPa, respectivamente) (Tabela 8).

Observa-se também que apesar do fator angulação ter sido significante somente nas suas interações A*D, A*P, T*A*P, existe uma tendência da angulação 45° estar associada a menores valores de resistência para a cerâmica Cercon (Tabelas 3, 4 e 6). Quando comparados os grupos experimentais ao grupo controle (Tabela 8), a menor resistência encontrada foi do grupo 45°/4 bar/5 mm/20 s (556 ± 117 MPa). Porém, ao combinar 45° a pressão 2 bar/10 mm/20 s, ocorre a maior resistência encontrada entre os grupos (1012 ± 108 MPa), o que sugere que a angulação 45° é bem associada a pressão de jateamento 2 bar. Logo, a hipótese (c) de que a angulação 90° produz menores valores de resistência do que 45° foi parcialmente aceita para Cercon. Para a cerâmica Vita YZ, apesar de o fator angulação ter sido significante somente nas interações T*A*P e D*A*P existe uma tendência de que a angulação 60° esteja associada a maiores valores de resistência (Tabelas 11 e 12). Quando comparados os grupos experimentais ao controle (Tabela 14), a maior resistência também foi encontrada em 60°/4 bar/5 mm/15 s (1130 ± 265 MPa).

Não houve transformação de fase cristalina para a cerâmica Vita YZ, logo não se pode associar com os valores de resistência à flexão biaxial, como na cerâmica Cercon.

Os fatores distância e tempo de jateamento não foram significantes para os valores de resistência à flexão e nem para a transformação de fase cristalina para ambas as cerâmicas, rejeitando a hipótese (d) do trabalho. Por outro lado, Ozcan et al. (2013) avaliou a porcentagem de sílica após jateamento da cerâmica LAVA, variando tempo (5, 13, e 20 s), distância (2, 5 e 10 mm) e angulação (45° e 90°),

sob pressão de 2,5 bar e observou que a porcentagem de sílica na zircônia foi maior com angulação 45° e no tempo 20 s. O conteúdo de sílica jateada na superfície da zircônia está relacionado ao aumento de interfaces de adesão mais duráveis, já que aumenta o número de grupamentos –OH. Deve-se considerar que o estudo utilizou somente um tipo de cerâmica à base de zircônia e não avaliou a resistência à flexão do material.

As cerâmicas Cercon e Vita YZ apresentaram diferentes comportamentos com relação à pressão de jateamento (Tabelas 2 e 10). Desta forma, a hipótese (f) foi aceita, já que o jateamento promoveu diferentes resistências.

As quantidades de transformação de fase cristalina também revelaram diferenças para cerâmica Cercon (Tabelas 15 e 16) e para cerâmica Vita YZ. A pouca quantidade de fase monoclinica encontrada neste estudo (0 a 11 %) para os grupos da primeira cerâmica, corrobora com grupos controle dos estudos de Xiao et al. (2012) (4,95% de fase monoclinica) e Ozcan 2013 (11,12% de fase monoclinica). Já a cerâmica Vita YZ, não apresentou transformação de fase, o que difere da literatura, (14,12% de fase monoclinica).

Essa variação de valores pode ser explicada pela diferença química e estrutural entre as cerâmicas à base de zircônia como: concentração, distribuição e tipo do óxido estabilizador (Piconi, Maccauro, 1999; Sundh, Sjogren, 2006; Sato et al., 2008) e tamanho do grão de zircônia (Kosmac et al., 1999, 2000).

Desta forma, foi proposta a contagem de grãos das cerâmicas, a partir das micrografias de MEV que verificou tamanho médio de grão de 0,705 µm para cerâmica Cercon e 0,712 µm para a cerâmica Vita YZ, o que corrobora com o trabalho de Corazza (2012), cujo tamanho médio encontrado para Vita YZ foi de 0,79 µm e Arata (2012) de tamanho 0,71 µm. Porém, também são encontrados tamanhos menores 0,5 µm (Deville et al., 2005) e 0,5 µm no sistema LAVA por Borchers et al. (2010).

A informação dos fabricantes diverge do tamanho médio encontrado no presente estudo (0,3 μm da Cercon e 0,5 μm da Vita YZ).

As propriedades mecânicas da Y-TZP são fortemente dependentes do tamanho do grão. Grãos acima de um tamanho crítico tornam o material menos estável e mais sensível à transformação de fase, enquanto que grãos menores ($< 1 \mu\text{m}$) são associados à menor taxa de transformação (Guazzato et al., 2005)

Outro fator que está diretamente relacionado às propriedades mecânicas da zircônia é a densidade. Como reportado no estudo de Muñoz-Saldaña et al. (2003) que avaliaram as propriedades mecânicas e degradação à baixa temperatura da zircônia sinterizada por diferentes processos e temperaturas, a alta densidade associada à uma estrutura de grãos menores garantiu maior resistência à flexão e resistência à degradação à baixa temperatura, mostrando que valores acima de 94,5% da densidade relativa já proporciona satisfatória resistência ao envelhecimento. O presente estudo obteve densidade teórica para Cercon de 98% em relação à densidade teórica da zircônia e 99% para Vita YZ, como estudo de Shah et al. (2008) que revelou 99,5% para Vita YZ. Confirmando os valores de densidade das cerâmicas, a microscopia eletrônica de varredura deste trabalho revelou presença de grãos uniformes e estrutura com poucos poros.

Clinicamente é muito difícil controlar com precisão os parâmetros de jateamento, já que o clínico não dispõe de um dispositivo de padronização. Mesmo sendo um estudo controlado, percebe-se uma variação nos valores de resistência à flexão, principalmente relacionados à angulação e pressão. Desta forma, sugere-se que haja escolha preferencial pela pressão de jateamento de 3 bar, tanto para cerâmicas Cercon como para cerâmicas Vita YZ.

Apesar de o presente estudo ter avaliado cerâmicas à base de zircônia, os materiais apresentam diferenças na sua composição, conteúdo de ítria, tamanho de grãos e densidades, portanto podem

apresentar comportamentos distintos. Estudos adicionais devem ser conduzidos para que seja estabelecida uma melhor relação entre protocolos de jateamento.

7 CONCLUSÃO

Baseado nos resultados obtidos pode-se concluir que maiores valores de resistência à flexão biaxial podem ser encontrados a uma pressão de 3 bar tanto para as cerâmica Cercon quanto para a cerâmica Vita YZ.

Observou-se que em protocolos de jateamento semelhantes houve diferença nos valores médios de resistência de flexão biaxial para as diferentes cerâmicas, porém os fatores Distância, Angulação e Tempo de jateamento não influenciaram as médias de resistência à flexão biaxial.

8 REFERÊNCIAS*

Aboushelib MN, Wang H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. *J Prosth Dent*. 2010;104(2):98-104.

Adata ND, Bayne SC, Cooper LF, Thompson JY. Fracture resistance of Yttria-Stabilized zirconia dental implant abutments. *J Prosthodont*. 2009;18(1):17-22.

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

Arata A. Avaliação de métodos de análise de transformação de fase cristalina de Y-TZP após envelhecimento in vitro [dissertação]. São José dos Campos(SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2012.

Bhargava S, Doi H, Kondo R, Aoki H, Hanawa T, Kasugai S. Effect of sandblasting on the mechanical properties of Y-TZP zirconia. *Biomed Mater Eng*. 2012;22(6):383-98.

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.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005;18(1):60-5.

Chevalier J, Calles B, Drouin JM. Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1999;82(8):2150-4.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Corazza PH. Influência da angulação do preparo coronário na resistência à fratura de restaurações cerâmicas à base de Y-TZP [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2012.

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.

Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*. 2007;21(1):10-5.

Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006;76(2):440–8.

Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72(2):239-45.

Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J*. 2008;27(3):448-54.

Garvie RC, Hannink RHJ, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975;258:703–4.

Gobbo L. Aplicação da difração de raios X e do método de Rietveld no estudo de cimento Portland [tese]. São Paulo (SP): Instituto de Geociências - USP, Universidade de São Paulo; 2009.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*. 2004;25(20):5045-52.

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.

International organization for standardization. Dental ceramic: amendment1, ISO 6872. Geneva: ISO 1998.

Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009;88(9):817-22.

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.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dent ceram. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4):304-13.

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.

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

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-26.

Moradabadi A, Roudsari SE, Yekta BE, Rahbar N. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2014;34:311-7.

Muñoz-Saldaña J, Balmori-Ramírez H, Jaramillo-Vigueras D, Iga T, Schneider GA. Mechanical properties and low-temperature aging of tetragonal zirconia polycrystals processed by hot isostatic pressing. *J Mater Res*. 2003;18:2415–26.

Ozcan M, Melo RM, Souza RO, Machado JP, Felipe Valandro L, 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*. 2013a;20:19-28.

Ozcan M, Raadschelders J, Vallittu P, Lassilla L. Effect of particle deposition parameters on silica coating of zirconia using a chairside air-abrasion device. *J Adhes Dent*. 2013b Jun;15(3):211-4.

Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2006;96(3):154-64.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999;20(1):1–25.

Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007;23(8):1018-29.

Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009;88(2):366-77.

Re D, Augusti D, Augusti G, Giovannetti A. Early bond strength to low-pressure sandblasted zirconia: evaluation of a self-adhesive cement. *Eur J Esthet Dent.* 2012;7(2):164–75.

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

Shah K, Holloway JA, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008;87(2):329-37.

Souza CF. Resistência à fratura de subestruturas para próteses parciais fixas posteriores de zircônia densa sob testes de fadiga cíclica [dissertação]. Rio de Janeiro (RJ): Faculdade de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFRJ - Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2007.

Souza ROA, Özcan M, Melo RM, Michida SMA, Zamboni SC, Valandro LF, et al. Efeito do jateamento na resistência à flexão de uma cerâmica de ítrio-zircônia. 25a Reunião anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica: 2008. - SBPqP. # Resumo PAc 314.

Souza RO, Valandro LF, Melo RM, Machado JP, 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.

Sundh A, Sjogren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater.* 2006;22(8):778-84.

Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Ozcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J.* 2013;58(2):183-91.

Valandro LF, Özcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of resin cement to high- alumina and zirconia-reinforced

ceramics: the effect of surface conditioning J Adhes Dent. 2006;8(3):175-81.

Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. Oper Dent. 2014;39(1):50-63.

Xiao R, Chu BF, Zhang L, Cao JK. Aging performances for resisting low-temperature of three dental yttria-stabilized zirconia ceramic core materials. Chin Med J (Engl). 2012;125(11):1999-2003.

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;71(2):381-6.

APÊNDICE A – Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(continua)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
01a	77,53	0,01	21,43
01b	71,69	0,017	26,54
02a	65,31	8,54	26,14
02b	67,21	3,16	29,62
03a	66,97	9,06	23,96
03b	61,77	8	30,22
04a	64,29	8,1	27,59
04b	61,64	7,11	31,34
05a	66,94	7,11	25,9
05b	70,14	7,41	22,44
06a	63,19	10,86	25,94
06b	59,06	10,89	30,03
07a	62,43	10,74	26,81
07b	60,99	10,43	28,56
08a	57,91	10,37	31,17
08b	57,96	9,87	32,15
09a	59,37	9,74	30,88
09b	57,03	11,23	31,73
10a	60,34	11,3	28,34
10b	60,39	10,73	28,87
11a	67,81	11,16	21,02
11b	60,51	10,85	28,63
12a	60,45	7,25	32,29
12b	59,13	10,59	30,26
13a	58,76	10,6	30,63

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(continuação)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
13b	58,74	11,2	30,05
14a	58,52	8,02	33,44
14b	58,5	11,43	30,06
15a	66,09	10,25	23,64
15c	66,07	10,74	23,18
16a	61,17	10,8	28,01
16b	66,22	7,5	26,22
17a	63,17	0,08	28,72
17b	58,58	0,08	32,56
18a	82,44	0,074	10,11
18b	81,12	0,087	10,13
19a	64,18	0,094	26,36
19b	67,25	0,091	23,57
20a	57,97	0,084	33,58
20b	64,1	0,012	23,71
21a	66,38	0,01	23,43
21c	74,15	0,01	15,53
22a	67,59	0,088	23,55
22c	64,15	0,011	20,08
23a	65,88	0,011	22,62
23b	81,12	0,037	15,11
24a	62,99	0,011	25,9
25b	75,21	0,011	23,65
26a	76,04	0,011	22,8
26b	74,44	0,015	24,03
27a	70,04	0,012	28,65

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(continuação)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
27b	70,09	0,012	28,65
28a	73,61	0,012	25,17
28b	71,54	0,015	26,9
29a	71,2	0,077	32,11
29b	60,18	0,077	32,11
30a	63,44	0,012	35,19
30b	70,74	0,011	28,35
31a	72,95	0,012	25,78
31b	75,09	0,026	22,27
32a	78,71	0,011	20,14
32b	75,64	0,08	23,53
33a	64,79	0,08	34,15
33b	74,05	0,008	25,06
34a	75,97	0,09	23,02
34b	82,09	0,01	16,87
35a	75,58	0,08	23,58
35b	76,63	0,08	22,48
36a	76,63	0,008	22,4
36b	71,45	0,01	27,51
37a	74,53	0,0096	24,49
37b	73,86	0,011	25,03
38a	75,98	0,019	22,92
38b	64,28	0,008	34,82
39b	67,65	0,011	31,19
39c	78,91	0,01	20,07
40a	70,41	0,08	27,5

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(continuação)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
40b	70,47	0,011	28,35
41b	73,96	0,011	24,86
41a	65,34	0,09	35,68
42a	82,97	0,012	15,75
42b	83,16	0,013	15,53
43b	77,75	0,011	21,09
43a	64,16	0,011	34,68
44b	66,34	0,09	32,7
44a	66,49	0,011	32,35
45a	83,39	0,014	15,15
45b	76,85	0,011	22,04
46a	65,98	0,013	32,66
46b	69,53	0,013	29,1
47 ^a	71,29	0,08	27,83
47b	64,61	0,011	34,25
48 ^a	70,57	0,013	28,08
48b	77,54	0,013	21,07
49 ^a	84,92	0,01	13,77
49b	79,14	0,009	19,87
50 ^a	67,84	0,017	30,39
50b	65,6	0,014	32,94
51 ^a	71,015	0,011	21,88
51b	63,05	0,013	35,54
52 ^a	62,38	0,085	36,3
52b	58,16	0,085	33,37
53 ^a	61,34	0,013	37,04

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(continuação)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
53b	61,33	0,016	33,04
54a	59,74	0,019	38,44
54b	63,1	0,013	35,49
55a	68,45	0,012	30,28
55b	66,9	0,011	31,98
56a	63,87	0,011	34,95
56b	64,99	0,017	33,27
57a	71,25	0,014	27,42
57b	70,08	0,014	20,43
58a	71,94	0,011	26,81
58b	76,77	0,013	21,68
59a	71,01	0,0293	25,96
59b	72,12	0,034	26,48
60a	70,14	0,012	28,62
60b	69,05	0,013	29,63
61b	61,47	0,0928	29,23
62a	64,08	0,014	34,5
62b	76,7	0,025	20,76
63a	69,96	0,011	28,91
63b	71,79	0,013	26,8
64a	75,19	0,011	20,95
64b	81,01	0,011	17,82
65a	69,14	0,02	27,94
65b	66,02	0,011	32,86
66a	68,23	0,011	30,24
66b	68,54	0,014	30,03

Tabela 18 - Valores de fases cristalinas das cerâmicas Cercon e Vita (%)

(conclusão)

Grupo	Tetragonal	Monoclínica	Cúbica
67 ^a	66,69	0,01	29,95
67b	68,11	0,012	30,68
68 ^a	73,53	0,015	25,74
68b	69,35	0,012	29,44
69 ^a	73,02	0,015	25,74
69b	76,89	0,013	21,53
70 ^a	73,08	0,014	25,42
70b	78,49	0,017	19,76
71b	70,7	0,014	27,87
71a	69,7	0,006	28,9
72a	80,25	0,015	18,22
72b	72,71	0,014	25,81
73a	68,45	0,027	28,81
73b	69,13	0,023	28,54
74a	71,91	0,03	25,06
74b	80,52	0,028	16,69