



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
"JULIO DE MESQUITA FILHO"  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS**

**SILVIA MASAE DE ARAUJO MICHIDA**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA  
RESISTÊNCIA À FLEXÃO E NA TRANSFORMAÇÃO DE  
FASE DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA  
ESTABILIZADA POR ÓXIDO DE ÍTRIO (Y-TZP)**



2010

**SILVIA MASAE DE ARAUJO MICHIDA**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA À  
FLEXÃO E NA TRANSFORMAÇÃO DE FASE DE ZIRCÔNIA  
TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÓXIDO DE  
ÍTRIO (Y-TZP)**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese dentária.

Orientador: Prof. Adj. Estevão Tomomitsu Kimpara

Co-orientadora: Profa. Dra. Mutlu Özcan

São José dos Campos

2010

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

M582i	<p>Michida, Silvia Masae de Araujo Influência do tratamento de superfície na resistência à flexão e na transformação de fase de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (y-tzp) / Silvia Masae de Araujo Michida. _ São José dos Campos: [s.n]; 2010. 115.f. : Il.</p> <p>Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2010. Orientador: Prof. Adj. Estevão Tomomitsu Kimpara Co-orientador: Prof. Dra. Mutlu Özcan</p> <p>1. Resistência à flexão – 2. Cerâmica – 3. Materiais Dentários.</p> <p style="text-align: right;">tD15</p>
-------	---

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

## AUTORIZAÇÃO

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

São José dos Campos, 23 de julho de 2010.

Assinatura:

E-mail: [silviamasae@yahoo.com](mailto:silviamasae@yahoo.com)

## **Banca Examinadora**

**Professor Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpapa** (Orientador)

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

Universidade Estadual Paulista - UNESP

**Professor Adjunto Paulo Francisco César**

Faculdade de Odontologia de São Paulo

Universidade de São Paulo – USP

**Professor Assistente Doutor Alfredo Mikail Melo Mesquita**

Faculdade de Odontologia

Universidade Paulista - UNIP

**Professor Assistente Doutor Rubens Nisie Tango**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

Universidade Estadual Paulista – UNESP

**Professor Assistente. Doutor Fernando Eidi Takahashi**

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

Universidade Estadual Paulista – UNESP

São José dos Campos, 23 de Julho de 2010

## DEDICATÓRIA

*A Deus, pelo Seu poder de abençoar meu caminho, me guiando pela fé durante todo o meu percurso. Obrigada pela oportunidade de ter colocado em minha vida pessoas especiais que me ajudam a crescer. Pessoas que deixaram um pouco de si comigo. Obrigada por me dar força quando achava que não a tinha mais para prosseguir. Obrigada por cada amanhecer e nos fazer perceber, por meios de pequenos sinais, o quanto somos responsáveis pela nossa própria escolha e que nada acontece por acaso.*

*Aos meus pais, Amélia e Silvio, pela paciência, compreensão e gestos sutis de carinho ao longo de toda a minha jornada, fornecendo condições básicas para o meu enriquecimento como ser humano e como profissional. Obrigada por tudo que vocês fizeram e ainda fazem por mim. Mesmo com minhas ausências, em dedicação ao curso, pude sentir a presença de vocês me dando suporte para eu prosseguir. Obrigada pelas palavras de carinho e conforto que me seguraram nos momentos mais difíceis da minha vida. O exemplo de garra, perseverança, dedicação, companheirismo e fé, que tenho como modelo, vem de vocês. Amo muito vocês!!!*

*Aos meus irmãos, Giuliano e Cristina, pelo carinho, pela força e palavras de incentivo. Obrigada, Giu, pelo apoio e admiração que me serviram de motivação para ser sempre alguém melhor! Obrigada, Tina, por me ouvir e pelas palavras certas e até mesmo broncas, pois me foram úteis para refletir e amadurecer. Apesar da distância física, você sempre foi muito presente em minha vida. Obrigada, a vocês dois, por existirem na minha vida! Amo muito vocês dois!*

*Aos meus avós maternos (in memoriam),  
pelos ensinamentos transmitidos ao longo de toda a minha  
vida. Hoje tenho consciência do quanto suas palavras  
fizeram, e ainda fazem sentido. Obrigada pelo amor, afeto e  
cuidados não só comigo, mas com meus irmãos e primos.  
Saudades da época em que toda a família se reunia em torno  
da matriarca em datas comemorativas. Essas lembranças doces  
estão eternamente guardadas em minha memória.*

*Aos meus, tios e tias, em especial a tia Maria  
Helena (tia Lena) e tio Yosito, considerados por mim meus pais  
postiços. Sempre presentes na minha vida em todos os momentos.  
Obrigada pelo amor, carinho e pela convivência. Obrigada por  
torcerem por mim. E também, a tia Maria Aparecida (tia Cida)  
e tio Feliciano, por sempre me motivarem a seguir em frente na  
carreira, pelo carinho e pelo amor com os quais sempre me  
trataram.*

Ao meu melhor amigo e irmão de coração,  
Anderson Almeida Castilho, pelas alegrias e tristezas, risos e  
lágrimas e todos os momentos que compartilhamos juntos. Muito  
deles, fizeram de mim um ser humano mais completo e mais  
maduro. Obrigada por dividir comigo os momentos mais felizes da  
minha vida, assim como os mais difíceis, também. Nessas horas  
percebi o quanto nossa amizade é sólida e verdadeira! Obrigada  
por sempre estar ao meu lado, independente de tudo. Obrigada por  
me apoiar, torcer, dar broncas, quanto necessário, e  
principalmente, por querer sempre o melhor de mim! Obrigada por  
um dos melhores presentes que me deu, o Bobby (um micro-  
Yorkshire), trazendo alegria na hora mais dolorosa da minha  
família. Amo você, como irmão!

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu Orientador, Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpura, pelas palavras sábias, conselhos e até mesmo broncas que foram consideradas construtivas durante o período de sua orientação. Professor, te admiro não só pelo teu profissionalismo, comprometimento e, principalmente, espírito de grupo, mas também pelo gesto bondoso de tratar seus alunos. Apesar de nos conhecermos desde a graduação te agradeço por esses três anos de boa convivência!

À minha co-orientadora, Prof. Dra. Mutlu Özcan, pela convivência à distância e jantares regados à “brainstormings” sobre cerâmica. Uma mulher excepcional, extremamente inteligente e engraçada com suas histórias de vida. Aprendi muito com você, Professora! Obrigada a você e ao Prof. Jean-Françoise Roulet por tudo!

*Ao Prof. Dr. Marco Antonio Bottino, pelo exemplo de dedicação à pesquisa e à Odontologia, em especial ao progresso da FOSJC não medindo esforços para isso. Uma pessoa que muito admiro pela dedicação, comprometimento e capacidade de gerenciar uma turma grande de pós-graduação. Aprendi muito com o senhor!. Obrigada pelos conselhos em tomadas de decisões importantes na minha vida. Meus eternos agradecimentos!!!*

*Ao Prof. Dr. Fernando Eidi Takahashi, meu orientador de Mestrado, considerado o meu "padrinho" pela amizade, carinho e maneira amável que você e sua família (Betinha, Dani e Sabrina) sempre me trataram. Obrigada pela convivência na clínica de PPF desde o estágio (2003) até o meu concurso como docente substituto (2009). Obrigada pela dedicação ao ensino de PPF. O meu alicerce de Prótese Parcial Fixa foi construído tomando o teu profissionalismo como espelho. Meus eternos agradecimentos.*

Ao meu amigo, Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza, colega de mestrado e doutorado, pela convivência prazerosa e bons momentos que dividimos desde a época de PROAC. Obrigada pelo carinho que você e sua família sempre me trataram. Obrigada por torcer por mim e pelos trabalhos de pesquisas que desenvolvemos juntos. Fizemos uma boa parceria! Com você, Rodrigo, aprendi a ser um ser humano melhor! Meus eternos agradecimentos.

Ao Prof. Dr. Alfredo Mikail Melo Mesquita, meu amigo, me acompanhou desde a graduação. Obrigada pelas diversas oportunidades profissionais. Com você, Alfredo, meu leque de conhecimentos em PPF ampliou demasiadamente. Hoje, posso dizer que o refinamento que faltava na prática da PPF foi aprendido com você e sou eternamente grata por isso. Obrigada, principalmente pela amizade, convivência e conselhos de irmão mais velho que me nortearam durante a época do mestrado e doutorado. Levarei sempre comigo os seus ensinamentos. Meus eternos agradecimentos.

Ao Prof. Dr. Claudinei dos Santos, pelo carinho e atenção com os quais me recebeu na EEL, em Lorena. Obrigada pelas perguntas instigantes que me fizeram passar noites em claro pensando nas respostas. Professor, te admiro muito pela tua incansável dedicação e seriedade à pesquisa. Nunca conheci alguém tão inteligente e esforçado e além de tudo humilde. Por meio de ti conheci pessoas maravilhosas (Prof. Bicalho e Bento Ferreira). Meus eternos agradecimentos.

Ao Prof. Ivan Balducci, pela convivência desde a época da graduação e paciência pelas inúmeras vezes que me socorreu realizando a estatística das minhas pesquisas. Além disso, pelos momentos de reflexões sobre a vida, conselhos, palavras sábias e partidas de xadrez! Sou muito grata.

À minha amiga, Fernanda Resende que me acompanha desde a época do cursinho. Obrigada pelo carinho, conselhos e por torcer por mim. Tuas palavras, Fê, me fizeram entender que, apesar do caminho ser difícil, mesmo assim, vale a pena!

Aos meus amigos, *Geraldo Henrique Leão Lombardo*, grande amigo e meu colega de mestrado, pelo companheirismo e bons momentos vivenciados dentro e fora da pós-graduação. *Alberto Noriyuki Kojima*, *Fábio Eduardo Módolo*, *Alysson Kono* e *Anne Karoline*, colegas de trabalho, pela excelente convivência e parceria na APCD Central. *Frederico Goyatá*, pela troca de experiência profissional e oportunidades na ABO de Barra Mansa. Meus sinceros agradecimentos. À *Vanessa Cacchuana Vásquez*, pelo incentivo e motivação. Você, Van, é um exemplo feminino de determinação e garra. Admiro muito! À *Priscilla Cristoforides Pereira*, pelas confidências e amizade no começo do doutorado. Obrigada pelo carinho!

Ao Prof. Dr. *João Paulo Machado*, pela realização da Difração de Raios-X e Perfilometria óptica. Obrigada pelas orientações e boa convivência. Tenho muito carinho por você e sua família!

*Ao Prof. Dr. Paulo Francisco César, pela sinterização das cerâmicas e modo atencioso como me tratou. Obrigada pela presteza. Tua ajuda foi essencial na elaboração desta pesquisa. Meus eternos agradecimentos!*

*Ao técnico Bento Ferreira, da Escola de Engenharia de Lorena, pelas incansáveis horas de MEV. Obrigada, Bento, pela dedicação, grande competência e empenho em trabalhar as imagens. Sou muito grata pelo teu trabalho!*

*À minha cunhada, Fabiana Supino, pela convivência, paciência, apoio e compreensão.*

*Ao meu cunhado, Cauê De Paschoal, pela amizade, carinho e momentos engraçados compartilhados em Limeira.*

## **AGRADECIMENTOS**

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

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

Aos **Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica, bem como pela convivência durante os anos de minha Pós-Graduação.

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

Aos **Professores das Disciplinas de Materiais Odontológicos e da Disciplina Prótese Parcial Fixa** ao qual tive a imensa satisfação de fazer parte do corpo docente por um período de tempo determinado, pelo profissionalismo, carinho, momentos de convivência e aprendizagem na docência.

Às secretárias da secção de Pós-Graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie Hasegawa e Maria Aparecida Consiglio de Souza**, pelas orientações e presteza.

Às secretárias **Suzana Cristina de Oliveira e Eliane Wenzel**, pelo carinho, e dedicação dispensada em todos os momentos. Meus sinceros agradecimentos!

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

À **Clélia** (Clélia Maria), assim como a **Gabriela** e **Júlio** pela paciência no Laboratório de Pesquisa.

Aos meus amigos de turma de Doutorado, **Sheila Pestana Passos (Sheu), Sandra da Costa Zamboni (Sandrinha), Liliansa May (Lili) e Jarbas Fancisco (Biba)** pelo forte laço de amizade que nos une, pelo convívio harmonioso e por todos os momentos inesquecíveis que passamos juntos.

À **Vera Lúcia Ribeiro Affonso (tia Vera), Silvio Affonso (Silvão), dona Beatriz Affonso (vó), Keila, Pablo, Alexandre, Larissa, Julia (Maria Julia), Juarez e tia Fátima** pela convivência, amizade, palavras de carinho e bons momentos compartilhados.

Aos demais amigos do Programa de Pós-Graduação, **Lucas Zogheib, Humberto Lago de Castro, Diana Capelli Barca, Luis Guilherme Macedo, Aleska Vanderlei, Paula Benetti, Renata Melo, Regina Amaral, Susana Salazar Marocho, Marina Amaral, Pedro Corazza, Vanessa Macedo, Sabrina Feitosa, Lucas Hian, Gabriel Portela Paulo, José Renato, Luís Gustavo Vasconcellos, Lilian Anami e Alexandro,** pelos momentos compartilhados dentro e fora da pós-graduação. Aprendi muito convivendo com todos vocês. Obrigada pelos bons momentos e episódios engraçados que ficarão para sempre armazenados em minha memória!

Aos **meus ex-alunos da FOSJC/UNESP**, turmas noturno e diurno, me sinto honrada em ter contribuído, em parte, pela formação de vocês. Sinto-me orgulhosa de ter ministrado aulas para uma turma muito dedicada, comprometida e responsável. Jamais esquecerei a minha primeira turma como docente em uma Universidade Estadual.

Aos **meus (ex)alunos da APCD Central** pelo desafio de ensinar. Com vocês, também aprendo muito. Obrigada pelo convívio.

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

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

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

À empresa alemã **Vita Zahnfabrik**, pela concessão das cerâmicas utilizadas nesta pesquisa.

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

Hã pessoas que nos falam e nem as escutam, hã  
pessoas que nos ferem e nem cicatrizes deixam, mas  
hã pessoas que simplesmente aparecem em nossas  
vidas e nos marcam para sempre.

**Cecília Meireles**

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>20</b>
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS .....</b>	<b>24</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS .....</b>	<b>25</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>28</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>29</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>34</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>50</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODO .....</b>	<b>52</b>
<b>4.1 Material .....</b>	<b>52</b>
<b>4.2 Método .....</b>	<b>53</b>
4.2.1 Preparação dos corpos-de-prova (CP) .....	54
4.2.1.1 Obtenção das amostras .....	54
4.2.2 Tratamento de superfície .....	62
4.2.3 Ensaio mecânico.....	65
4.2.4 Análise de Difração de Raios-X .....	68
4.2.5 Perfilometria óptica .....	70
4.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).....	71
4.2.7 Estatística .....	72
<b>5 RESULTADOS .....</b>	<b>74</b>
<b>5.1 Ensaio de resistência à flexão de 4-pontos.....</b>	<b>74</b>
<b>5.2 Análise de Weibull .....</b>	<b>76</b>
<b>5.3 Análise de Difração de Raios-X .....</b>	<b>78</b>
<b>5.4 Análise do padrão superficial .....</b>	<b>83</b>
5.4.1 Perfilometria óptica .....	83
5.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDS) .....	87
<b>6 DISCUSSÃO.....</b>	<b>93</b>
<b>6.1 Importância da pesquisa .....</b>	<b>93</b>
<b>6.2 Tratamento de superfície e resistência à flexão .....</b>	<b>94</b>
<b>6.3 Análise de Weibull.....</b>	<b>99</b>
<b>6.4 Difração de Raios-X .....</b>	<b>101</b>
<b>6.5 Padrão superficial (Perfilometria e MEV) .....</b>	<b>103</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>106</b>
<b>8 REFERÊNCIAS .....</b>	<b>107</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>115</b>

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Fluxograma da pesquisa de acordo com os grupos e respectivas análises de Difração de Raios-X, Perfilometria e MEV com EDS.....	53
FIGURA 2-	Apresentação comercial dos blocos de Y-TZP pré-sinterizados (InCeram 2000 YZ Cubes YZ-40/19).....	54
FIGURA 3-	Molde de silicone para embutir os blocos de Y-TZP.....	55
FIGURA 4-	Alinhamento dos blocos de Y-TZP em placa de vidro sobre fita adesiva dupla-face.....	56
FIGURA 5-	Resina acrílica ativada quimicamente (RAAQ) sendo vertida no molde.....	56
FIGURA 6-	Inclusão parcial dos blocos de Y-TZP ao molde de silicone .....	57
FIGURA 7-	Bloco de Y-TZP parcialmente embutido na RAAQ .....	57
FIGURA 8-	a) Máquina de corte (LabCut); b) Dispositivo por onde se acopla a base do bloco de RAAQ; c) Posição do bloco de zircônia sobre o disco diamantado.....	58

FIGURA 9-	Corte dos blocos de Y-TZP: obtenção de 3 fatias de 5 mm de largura (face de 19 mm).....	59
FIGURA 10-	Corte dos blocos de Y-TZP: obtenção de 7 fatias de 1,6 mm de espessura.....	59
FIGURA 11-	Representação ilustrativa da barra de Y-TZP pré-sinterizada obtida após corte. Dimensões: 25mm comprimento; 5mm largura; 1,6mm espessura.....	60
FIGURA12-	Barra de Y-TZP com biselamento das bordas antes da sinterização.....	60
FIGURA 13-	Dimensões da barra de Y-TZP após sinterização.....	61
FIGURA 14-	Marcação da face oposta ao tratamento de superfície com esmalte de unha.....	62
FIGURA 15-	Base para suporte do microjateador com microjateador acoplado.....	63
FIGURA 16-	Jateamento da amostra com distância de 10 mm, 2,8 bars de pressão por 10 s e ângulo de incidência de 90 <sup>0</sup> .....	63
FIGURA 17-	Desgaste com ponta diamantada de granulação fina na direção do longo eixo do cp.....	64
FIGURA 18-	Dispositivo para manutenção da temperatura da água a 37 <sup>0</sup> C durante todo o ensaio.....	66
FIGURA 19-	Dispositivo para ensaio de flexão de 4-pontos.....	67
FIGURA 20-	Difratômetro de Raios-X de alta resolução Philips X'Pert MRD.....	70
FIGURA 21-	Perfilômetro óptico.....	71

FIGURA 22-	Distribuição dos valores em torno das respectivas médias (gráfico de pontos, <i>dotplot</i> ) e correspondente gráfico de colunas (média) dos valores de resistência à flexão referentes às condições experimentais.....	75
FIGURA 23-	Distribuição dos valores de resistência à flexão (MPa) e suas probabilidades de falhas (%).....	77
FIGURA 24-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras silicatizadas, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (t) e monoclinica (m).....	79
FIGURA 25-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras jateadas com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (t) e monoclinica (m).....	79
FIGURA 26-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras submetidas ao tratamento com ponta diamantada FF, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (t) e monoclinica (m).....	80
FIGURA 27-	Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras do grupo controle, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (t) apenas.....	80
FIGURA 28-	Padrão de rugosidade superficial do .G1, observado por meio de perfilometria.....	85

FIGURA 29-	Padrão de rugosidade superficial do G2, observado por meio de perfilometria.....	85
FIGURA 30-	Padrão de rugosidade superficial do G3, observado por meio de perfilometria.....	86
FIGURA 31-	Padrão de rugosidade superficial do G4, observado por meio de perfilometria.....	86
FIGURA 32-	a) Eletromicrografia topográfica do G1 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Al (1,56%); Si (3,31%); Zr (66,61%) e O (28,52%).....	88
FIGURA 33-	a) Eletromicrografia topográfica do G2 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Al (1,15%); Zr (72,42%) e O (26,43%).....	89
FIGURA 34-	a) Eletromicrografia topográfica do G3 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Zr (74,03%) e O (25,97%).....	90
FIGURA 35-	a) Eletromicrografia topográfica do G4 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Zr (74,03%) e O (25,97%).....	91

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

QUADRO 1-	Material, composição e fabricante utilizados nesta pesquisa.....	52
QUADRO 2-	Distribuição das amostras por grupo.....	62
TABELA 1-	Média ( $\pm$ DP) dos dados de resistência à flexão (MPa) segundo o tratamento de superfície.....	74
TABELA 2-	Resultados do ANOVA 1-fator para tratamento de superfície.....	75
TABELA 3	Teste de Tukey (5%) no fator tratamento de superfície.....	76
TABELA 4-	Resultado da análise de Weibull para os dados de tensão, segundo o tratamento superficial.....	77
TABELA 5-	Fração volumétrica de fase monoclinica FM (%) da zircônia nas amostras dos grupos controle e experimental.....	81
TABELA 6-	Profundidade da zona de transformação da zircônia ( $\mu$ m) nas amostras dos grupos experimentais e controle.....	82
TABELA 7-	Valores de rugosidade média ( $\mu$ m).....	83
TABELA 8-	Resumo dos valores mais representativos obtidos neste estudo.....	92

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å	= Ångstrom
ANOVA	= Análise de Variância
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	= Óxido de alumínio (alumina)
bar	= Unidade de pressão
CAD/CAM	= <i>Computer-aided design / Computer-aided manufacturing</i>
CeO <sub>2</sub>	= Óxido de cério ou céria
cp	= Corpo-de-prova
Cu	= Cobre
EDS	=Energia dispersiva de raios-x
eV	=Elétron volt
FM	=Fase monoclinica
GPa	= GigaPascal
K $\alpha$	= K-alfa
Kg	= Kilograma
Kv	= Kilovolts
M	= Fase monoclinica da zircônia
(m)	=Módulo de Weibull

MEV	= Microscopia eletrônica de varredura
min	= Minuto
Mol/%	= Porcentagem molar
mm	= Milímetros
mm <sup>2</sup>	= Milímetro quadrado
mm/min	= Milímetros/minuto
MPa	= Mega Pascal
m/t	= Monoclínica para tetragonal
n	= Número de amostras
N	= Newton
N/s	= Newton/segundo
PD	=Ponta diamantada
PPF	= Prótese parcial fixa
PZT	=Profundidade da zona de transformação
s	= Segundo
SEM	= <i>Scanning electron microscopy</i>
$\sigma_0$	=Resistência característica do material
SiO <sub>2</sub>	=Óxido de silício (sílica)
T	= Fase tetragonal da zircônia
XRD	=Difração de raios-X
$\theta$	= Teta

$\lambda$	= Lâmbida
t/m	= Tetragonal para monoclínica
$Y_2O_3$	= Óxido de ítrio (íttria)
Y-TZP	= Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio
$ZrO_2$	= Óxido de zircônio (zircônia)
%	= Unidade de porcentagem
<	= Menor
>	= Maior
$\emptyset$	= Diâmetro
$^{\circ}C$	= Graus Celsius
$\mu m$	= Micrometro

Michida SMA. Influência do tratamento de superfície na resistência à flexão e na transformação de fase de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2010.

## RESUMO

Neste estudo avaliou-se a influência do tratamento de superfície para cimentação na resistência à flexão de 4 pontos de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP). Por meio de blocos pré-sinterizados de Y-TZP (InCeram 2000 YZ Cubes, Vita Zahnfabrik) foram confeccionadas 120 barras (20mm x 4mm x 1,2mm) de acordo com a norma ISO 6872:2008 e aleatoriamente divididas em 4 grupos: Grupo 1: silicatização (Cojet 30  $\mu\text{m}$ ) (n=29); Grupo 2: jateamento com óxido de alumínio (44  $\mu\text{m}$ ) (n=29); Grupo 3: ponta diamantada de granulação extra-fina (30  $\mu\text{m}$ ) (n=27); Grupo 4: (controle) sem tratamento de superfície (n=29). Em seguida, todas as amostras foram submetidas ao ensaio de flexão de 4 pontos (imersos em água destilada à 37<sup>0</sup>C) em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min até o rompimento das mesmas. A análise de difração de raios-X foi utilizada para determinar a transformação de fase. A microestrutura da Y-TZP e o padrão de tratamento de superfície foram analisados por meio de perfilometria óptica e microscopia eletrônica de varredura. Os dados de resistência à flexão foram estatisticamente analisados por meio de ANOVA 1-fator, teste de Tukey HSD ( $\alpha=0,05$ ) e *Weibull* ( $m$ =módulo;  $\sigma_0$ =resistência característica). As médias $\pm$ desvio-padrão (MPa) foram os seguintes: G1:1207,1 $\pm$ 229,7a; G2: 1369,7 $\pm$ 272,3a; G3: 874,4 $\pm$ 365,4b e G4: 1196,2 $\pm$ 284,2a. Os valores de ( $m$ ) e ( $\sigma_0$ ) foram: G1: 6,0 e 1300,28; G2: 5,9 e 1477,88; G3: 2,6 e 985,901 e G4: 4,5 e 1308,12. Concluiu-se que a utilização de pontas diamantadas de granulação extra-fina deve ser evitada nos procedimentos prévios à cimentação resinosa de Y-TZP.

Palavras-chave: Cerâmicas. Resistência de Materiais. Propriedades de Superfície. Difração de Raios X. Jateamento com Óxido de Alumínio. Microscopia Eletrônica de Varredura.

## 1 INTRODUÇÃO

A introdução da zircônia na Odontologia ampliou os limites da aplicabilidade em restaurações totalmente cerâmicas. A superior propriedade mecânica da zircônia combinada ao estado-da-arte do processo de fabricação CAD/CAM permitiu uma produção de grandes e complexas restaurações com altas taxas de precisão e sucesso (Aboushelib et al., 2005).

Cerâmicas à base de zircônia ganharam popularidade não somente devido à maior resistência à fratura ( $> 1000$  MPa) e tenacidade ( $6-10$  MPa<sup>1/2</sup>), quando comparadas aos sistemas cerâmicos com grande percentual de fase vítrea, como também devido à biocompatibilidade e desenvolvimento de novas tecnologias que permitem a fabricação de infra-estruturas para coroas e próteses parciais fixas totalmente livres de metal.

A zircônia (ZrO<sub>2</sub>) é um material polimórfico que possui três alótropos (um mesmo elemento químico pode originar substâncias simples diferentes): monoclinica, tetragonal e cúbica. A fase monoclinica é estável a partir da temperatura ambiente até 1170<sup>0</sup>C na qual se transforma em fase tetragonal (1170<sup>0</sup>C à 2370<sup>0</sup>C) e a fase cúbica estável acima de 2370<sup>0</sup>C (Piconi; Maccauro, 1999). A zircônia pode permanecer na fase tetragonal, na temperatura ambiente, por meio da adição de óxidos metálicos como ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), magnésia (MgO), cálcia (CaO) e céria (CeO<sub>2</sub>) (Piconi; Maccauro, 1999). A adição de ítria permitiu o surgimento das cerâmicas de zircônia tetragonais policristalinas estabilizadas por ítria (Y-TZP) (Swain et al., 1983; Masaki, 1986). A transformação da fase tetragonal para monoclinica (t/m) exibe uma expansão de 4 % em volume a qual cria uma área de compressão na

região da ponta da trinca, absorvendo a energia de propagação da mesma. Essa expansão em volume da partícula de zircônia dificulta a propagação da trinca, aumentando significativamente a resistência deste material. Devido a esta propriedade são conhecidas como *smart ceramics*. Esse fato explica a grande tenacidade à fratura da zircônia comparada às cerâmicas odontológicas convencionais (Evans, 1990; Swain, 1989).

As cerâmicas de Y-TZP têm sido utilizadas como retentores intra-radiculares, braquetes ortodônticos e em próteses parciais fixas posteriores e anteriores por meio do advento da tecnologia CAD/CAM (Paul; Werder, 2004; Keith et al., 1994; Luthardt et al., 1999). As restaurações de Y-TZP podem ser obtidas de duas maneiras: por usinagem de um bloco pré-sinterizado de zircônia que após sinterização contrai-se atingindo as dimensões da restauração final (Filser et al., 2001) e por usinagem direta do bloco sinterizado de fábrica com as dimensões finais da restauração (Sjölin et al., 1999). O *InCeram Cubes 2000 for InLab* é uma cerâmica de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (5-mol%) produzida pela técnica CAD/CAM pré-sinterizada.

Atualmente, muitos fabricantes têm recomendado, com finalidade de cimentação de restaurações de zircônia, o uso de cimentos convencionais como fosfato de zinco e ionômero de vidro modificado por resina, contudo, a cimentação adesiva tem mostrado aumento da resistência à fratura e aumento da longevidade das restaurações cerâmicas (Scherrer et al., 1996; Albert; El-Mowafy, 2004). Além disso, os cimentos resinosos oferecem a vantagem de selar o menor defeito de superfície criado por tratamento de superfície, com significativo aumento da resistência do material (Blatz, 2002).

As restaurações de zircônia são confeccionadas com espaçador arbitrário resultando em maior linha de cimentação. Além do mais, não há a necessidade de se criar retenções adicionais que são normalmente incorporadas em restaurações metalocerâmicas quando da

utilização de cimentos resinosos. A mínima retenção mecânica das restaurações de zircônia usinadas pelo sistema CAD/CAM exige um cimento mais resistente e com alta taxa de retenção (Qeblawi et al., 2010).

Várias técnicas têm sido estudadas para ativar a superfície da zircônia e torná-la rugosa para melhorar a adesão. Muitos estudos sugerem que os procedimentos de rugosidade aumentam a resistência das restaurações à base de zircônia (Kosmac et al., 2000; Xible et al., 2006; Kosmac et al., 1999). Alguns estudos comentam o uso do jateamento com alumina, em zircônia, no aumento de sua resistência (Kosmac et al., 1999; Kosmac et al., 2000). Outros relatam que, dependendo do grau de dano causado à superfície, os valores de resistência após jateamento podem diminuir (Guazzato et al. 2004a; Guazzato et al., 2004b; Guazzato et al., 2005). Contudo, existe cautela com relação aos efeitos adversos desse tratamento superficial em longo prazo (Zhang et al., 2006; Zhang et al., 2004). O desgaste manual com pontas diamantadas de granulação fina é outro fator de modificação de superfície descrito na literatura com efeito favorável na resistência à flexão da zircônia (Kosmac, 1999; Guazzato, 2005). Estudos prévios têm recomendado o uso de pontas diamantadas de granulação fina na ausência da possibilidade de uso do jateamento com alumina. O método da silicatização foi introduzido como método alternativo do jateamento com alumina para melhorar a união entre cerâmicas alumina/zircônia e cimentos resinosos (Kern; Thompson, 1994). Nesta técnica a superfície é jateada com partículas de trióxido de alumínio modificadas por sílica. A pressão do jateamento resulta em impregnação das partículas na superfície cerâmica, tornando essa superfície modificada por sílica, quimicamente reativa aos agentes resinosos por meio de agente de ligação silano (Özcan; Vallittu, 2003).

Esses tratamentos de superfície descritos acima induzem à transformação de fase da zircônia (t/m). Sabe-se que as propriedades

mecânicas da zircônia são fortemente influenciadas pelo conteúdo de fase monoclinica. Quanto maior o conteúdo dessa fase, maior será a resistência à flexão do material (Sato, 2008). Para verificar a porcentagem de fase monoclinica e fase tetragonal a técnica da Difração de Raios-X tem sido muito utilizada. A mesma permite determinar as fases cristalinas em materiais cerâmicos (Albers et al., 2002), ou seja, estima a relativa quantidade de transformação de fase (t/m) gerados por tensões na superfície do material de Y-TZP.

O teste de resistência à flexão é considerado o teste mais apropriado para se avaliar a resistência de materiais friáveis, pois são mais fracos em tensão do que em compressão. A resistência à flexão de 4-pontos permite essa avaliação. Este método tem sido usado para se avaliar a resistência de materiais monolíticos e multicamadas (Ban; Anusavice, 1990; Giordano et al., 1995). Os valores médios de flexão variam de acordo com o método e ambiente do teste. O mesmo material cerâmico pode mostrar valores até 30% maiores quando testados em flexão de 3-pontos na temperatura ambiente, do que em flexão de 4-pontos imerso em água. Na verdade, somente a mudança do método de teste já pode resultar em valores médios significativamente diferentes de resistência à flexão (Della Bona, et al., 2003).

A probabilidade de falha de um material friável está estatisticamente distribuída em função do tamanho e distribuição espacial dos defeitos no material. A propagação de uma trinca pode ser induzida por meios mecânicos (polimento ou desgaste), pelo processamento, ou por defeitos intrínsecos (imperfeições dentro da estrutura) e pode enfraquecer as cerâmicas consideradas de alta resistência. A distribuição do número e tamanho dos defeitos justifica a necessidade de um enfoque estatístico para análise de fraturas (Della Bona et al., 2003). Um padrão comumente utilizado para descrever o aspecto de confiabilidade estrutural é o módulo de Weibull ( $m$ ) e a resistência característica ( $\sigma_0$ ). Altos valores do módulo de Weibull correspondem aos materiais com maior

confiabilidade estrutural, ou seja, maior integridade estrutural. A maioria das cerâmicas tem valores de  $m$  entre 5 e 15 (Johnson, 1983). Este método analítico baseado em conceitos estatísticos é facilmente aplicado quando um número razoável de amostras é examinado, e isso permite a probabilidade da fratura ser calculada em função da tensão aplicada (McCabe; Carrick, 1986). A resistência característica é um parâmetro de escala que representa o nível de tensão a 63,21% de probabilidade de falha.

O padrão de rugosidade adquirido por meio de tratamento de superfície pode ser quantitativa e qualitativamente analisado por meio de perfilometria óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A perfilometria óptica permite a observação da topografia do material por meio da reflexão de luz, fornecendo os valores da média aritmética da rugosidade (quantitativo) e uma imagem em 3D do padrão superficial (qualitativo) enquanto o MEV fornece dados qualitativos da superfície da amostra e, quando seguido por Análise Dispersiva de Raios-X (EDS) nos indica as substâncias presentes na superfície.

Verificando a presença de estudos controversos a respeito de tratamento de superfície de Y-TZP, prévios à cimentação, com relação aos valores de resistência à flexão, a proposta nesta pesquisa foi avaliar a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão de quatro pontos da cerâmica de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (In-Ceram 2000 YZ CUBES -YZ Zirconia, Vita Zahnfabrik).

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

Kosmac et al. (1999) avaliaram os efeitos do desgaste com ponta diamantada e jateamento na microestrutura, resistência à flexão biaxial e confiabilidade de duas cerâmicas de zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP). Duas cerâmicas foram utilizadas para produzir microestruturas fina e grossa. Sessenta discos de cada material foram divididos aleatoriamente em seis grupos de dez. Para cada grupo, um tratamento diferente de superfície foi aplicado: desgaste a seco, desgaste com refrigeração com 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  $\mu\text{m}$ ) e o jateamento com partículas de óxido de alumínio com 110  $\mu\text{m}$ . A resistência à flexão biaxial foi determinada e os dados foram analisados usando-se ANOVA (1-fator), seguida de teste de Tukey HSD. 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, na qual 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 zirconia, portanto, o jateamento de superfícies desgastadas foi sugerido.

Um ano mais tarde, Kosmac et al. (2000) avaliaram os efeitos do desgaste e jateamento na resistência à flexão biaxial e módulo de Weibull de 3Y-TZP. Adicionalmente, investigaram a solubilidade química da cerâmica. Os resultados revelaram que essa superfície desgastada e jateada exibe um efeito contraditório na resistência da cerâmica de Y-TZP. O desgaste diminuiu a média da resistência e o módulo de Weibull, ao passo que o jateamento forneceu um método poderoso para aumentar a resistência, mas às expensas de uma confiabilidade mais baixa. A cerâmica com material de granulação fina exibiu uma resistência mais alta depois da sinterização, mas era menos resistente a danos do que os materiais de granulação grossa, mais tenazes. Com relação à solução ácida acética e a solução de amônia, uma quantia significativa de zircônia tetragonal tinha se transformado em monoclinica, mas microfraturas extensas e degradação de resistência não tinha acontecido ainda. Verificaram que Y-TZP padronizadas são mais resistentes em meio alcalino do que em ambiente ácido, e houve uma grande dependência do tamanho da granulação na transformação controlada de difusão. Desde que uma cerâmica de Y-TZP contendo uma quantidade pequena de alumina exibiu a maior tolerância a danos e estabilidade superior num ambiente ácido, este material se mostra promissor para fins odontológicos.

Tinschert et al. (2000) testaram a hipótese de que materiais cerâmicos fabricados industrialmente, tal como Cerec Mark II e Zirconia-TZP, tem menor variação de resistência à fratura e, portanto,

maior confiabilidade estrutural do que materiais dentais cerâmicos processados em laboratório. Trinta corpos-de-prova por grupo em forma de barra foram preparados e testados. O teste de flexão de 4-pontos foi usado para determinar a resistência à flexão de materiais totalmente cerâmicos. Os valores de tensão de fratura foram analisados por análise de Weibull. Esta análise permite-se determinar os valores do módulo de Weibull ( $m$ ) e a probabilidade de 5% de fracasso. Os resultados mostraram que a resistência média e os valores de desvio-padrão para estas cerâmicas foram os seguintes (MPa $\pm$ SD): Cerec Mark II, 86,3  $\pm$  4,3; Dicor, 70,3  $\pm$  12,2; In-Ceram Alumina, 429,3  $\pm$  87,2; IPS Empress, 83,9  $\pm$  11,3; Vitadur Alfa Core, 131,0  $\pm$  9,5; Vitadur Alfa Dentina, 60,7  $\pm$  6,8; Vita VMK 68, 82,7  $\pm$  10,0; e Zirconia-TZP, 913,0  $\pm$  50,2. A diferença não foi estatisticamente significativa entre a resistência à flexão de Cerec Mark II, Dicor, IPS Empress, Vitadur Alfa Dentina e cerâmicas Vita VMK 68 ( $p > 0,05$ ). Os maiores módulos de Weibull foram associados ao Cerec Mark II e cerâmica de Zirconia-TZP (23,6 e 18,4). O Dicor *glass-ceramics* e In-Ceram Alumina tiveram os valores mais baixos de  $m$  (5,5 e 5,7), ao passo que valores intermediários foram observados para IPS-EMPRESS, Vita VMK 68, Vitadur Alfa Dentina e cerâmicas Vitadur Alfa Core (8,6; 8,9; 10,0 e 13,0, respectivamente). Os autores concluíram que, com exceção do In-Ceram Alumina, Vitadur Alfa e cerâmica de Zirconia-TZP, a maioria dos materiais cerâmicos investigados fabricados sob a condição de um laboratório odontológico não era mais forte nem mais confiável estruturalmente à cerâmica de cobertura Vita VMK 68. Apenas o Cerec Mark II e amostras de Zirconia-TZP, preparados de um material cerâmico industrialmente otimizado exibiram valores de  $m$  maior que 18. A cerâmica industrialmente preparada é material de maior confiança estrutural para fins odontológicos embora os procedimentos de CAD–CAM possam induzir defeitos de superfície e de subsuperfície que adversamente podem afetar esta propriedade.

Chong et al. (2002) estudaram a resistência à flexão, em três pontos, das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e In-Ceram Zirconia (Vita). Esta última surgiu pela incorporação de 35% de zircônia parcialmente estabilizada na cerâmica infiltrada. Dez corpos-de-prova, na forma de barra, e dimensões finais de 20x6x1 mm foram confeccionados para cada material, em duas situações distintas: 1. Espécimes confeccionados totalmente com os materiais de infra-estrutura, e 2. Espécimes com metade da espessura (0,5mm) em material de infra-estrutura e 0,5mm de cobertura com a porcelana feldspática Vitadur Alpha (Vita). As barras foram submetidas ao teste mecânico com carga de 0,5N/s e *span* de 18mm. Os espécimes com cobertura de porcelana feldspática foram orientados com a superfície do material de infra-estrutura sob carga de tensão, simulando uma situação clínica. Os resultados mostraram maior módulo de Weibull ( $m$ ) e resistência para o In-Ceram Zirconia (421,0 MPa;  $m=8,827$ ) em relação ao In-Ceram Alumina (243,0 MPa;  $m=4,585$ ). Quanto aos materiais com cobertura de porcelana convencional, também foi observada superioridade do In-Ceram Zirconia (51,0MPa;  $m=8,016$ ) em relação ao In-Ceram Alumina (25,0MPa;  $m=3,648$ ). A zircônia melhorou esta propriedade mecânica, pois sofre uma transformação de fase durante o processamento (tetragonal para monoclinica), resultando numa expansão volumétrica de 3% a 5%. Este fenômeno promove a criação de tensões compressivas que defletem as fendas internas, melhorando a resistência mecânica desta. A análise por microscopia eletrônica revelou um padrão de fratura transgranular para ambos os materiais, principalmente dos cristais de alumina. As porosidades observadas ocorreram devido à inadequada infusão do vidro. Os autores relataram que a variabilidade nos valores de resistência, comparados aos estudos anteriores, se deve a formação de defeitos internos durante o processamento destes materiais. Os pesquisadores concluíram que a influência positiva da zircônia no In-Ceram permite indicar o sistema para próteses parciais fixas.

Verificando a hipótese de que a resistência e a confiabilidade da Y-TZP são afetadas pelo desgaste da superfície interna de coroas e variam de acordo com o parâmetro de desgaste, Luthardt et al. (2002) avaliaram a resistência à flexão, rugosidade, e tenacidade à fratura em amostras preparadas por desgaste variando a velocidade e profundidade de corte. A análise de variância e parâmetro de Weibull foram usados para análise estatística. Foi verificado que a superfície interna desgastada significativamente apresentou redução da resistência e confiabilidade da Y-TZP comparada com o grupo controle. A co-análise de resistência à flexão, parâmetro de Weibull, e tenacidade à fratura mostraram efeitos contraditórios de tensão compressiva de superfície e defeitos de superfície introduzidos por desgaste. Concluíram que o desgaste de Y-TZP precisa ser otimizado para alcançar a fabricação de restaurações totalmente cerâmicas em CAD/CAM com resistência melhorada e confiabilidade.

Guazzato et al. (2004a) avaliaram a resistência, tenacidade à fratura e microestrutura de nove materiais totalmente cerâmicos. No presente estudo, DC Zirkon, uma cerâmica experimental de zircônia parcialmente estabilizada por ítria, In-Ceram Zirconia *slip* e In-Ceram Zirconia prensada a seco foram comparados. A resistência foi avaliada em dez amostras em forma de barra para cada material (20 x 4 x 1,2 mm) com o método de flexão de três pontos. A tenacidade à fratura (resistência à indentação) foi medida em vinte corpo-de-prova (20 x 4 x 2 mm) para cada cerâmica. A fração de volume de cada fase, as dimensões e formas dos grãos e o padrão de fratura foram investigados em MEV. A transformação de fase foi investigada com difração de raios-X. Os dados foram comparados com ANOVA e teste post hoc de Sheffe' ( $p=0,05$ ). Os valores das médias de resistência e tenacidade à fratura ( $\text{MPa m}^{1/2}$ ) e seus desvios-padrões foram: In-Ceram Zirconia prensada à seco 476 (50)<sup>1</sup>, 4,9 (0.36)<sup>1</sup>; In-Ceram Zirconia *slip* 630 (58)<sup>2</sup>, 4,8 (0.50)<sup>1</sup>; cerâmica experimental de zircônia parcialmente estabilizada por ítria 680 (130)<sup>2</sup>, 5,5

(0.34)<sup>2</sup>; DC-Zirkon 840 (140)<sup>3</sup>, 7,4 (0.62)<sup>3</sup>. Os valores com o mesmo número sobrescrito não mostraram diferença estatisticamente significativa. A avaliação em microscópio e difração de Raios-X revelaram o importante papel da transformação de fase tetragonal para monoclinica e pelo relacionamento entre a matriz vítrea e a fase cristalina nos mecanismos de aumento da resistência e tenacidade destas cerâmicas. As cerâmicas à base de zircônia são materiais com maior resistência e tenacidade que as cerâmicas vítreas convencionais. Melhores propriedades podem ter influência positiva no desempenho clínico de restaurações totalmente cerâmicas.

Alguns meses mais tarde, Guazzato et al. (2004b), estudaram a resistência à flexão biaxial, confiabilidade e o modo de fratura de discos cerâmicos de zircônia (Y-TZP) recobertos com cerâmica de cobertura. Oitenta amostras de cerâmica convencional e de infra-estrutura foram confeccionadas, e igualmente divididas em quatro grupos como segue: amostras monolíticas de cerâmica; amostras monolíticas de material de infra-estrutura; amostras bi-camada com a porcelana no topo (recebendo o êmbolo de carga durante ensaio); amostras bi-camada com material de infra-estrutura no topo. A carga máxima de fratura foi calculada por meio de teste de resistência à flexão biaxial e a análise de elementos finitos foi usada para estimar a tensão elástica máxima na fratura. Os resultados foram analisados com ANOVA 1-fator e teste Tukey HSD. A confiabilidade da resistência foi analisada com a distribuição de Weibull. MEV foi usada para identificar a fratura inicial e caracterizar o modo de falha. Amostras monolíticas de infra-estrutura e bi-camada com o material de infra-estrutura embaixo obtiveram valores estatisticamente mais altos, com diferença estatística, do que as amostras monolíticas de cerâmica convencional e amostras bi-camada com a cerâmica convencional embaixo. O estudo, que foi conduzido com configurações de amostra que reproduz a situação clínica de coroas e próteses parciais fixas, indica que o material na região inferior dita a resistência,

confiabilidade e modo de fratura dos corpos-de-prova. A contribuição de materiais de infra-estrutura com alta resistência e tenacidade no desempenho de restaurações totalmente cerâmicas pode ser compensada por uma cerâmica de recobrimento mais frágil se a distribuição real das tensões na restauração não é levada em consideração.

Luthardt et al. (2004) estudaram as hipóteses: (1) os defeitos e microfraturas da superfície são induzidos pelo desgaste de coroas; (2) analisar a remoção de material e a camada da superfície desgastada assim como calcular o tamanho da fratura causada por processamento de Y-TZP sob condições simulando o desgaste de coroas. Métodos. Os discos de Y-TZP foram usados para a análise do procedimento de desgaste. Enquanto a simulação do desgaste da superfície interna de coroas era realizado, a velocidade e profundidade de corte foram variadas ( $v_w$  ¼ 100; 75, 50 mm/min;  $a_p$  ¼ 0:1; 0,06, 0,02 mm). MEV foi utilizada para a avaliação quantitativa da superfície processada. Os autores verificaram que, enquanto o comprimento da fratura não é influenciado significativamente pelos parâmetros de desgaste, o tipo de material removido variou com a profundidade de corte assim como com a velocidade. O desgaste induziu defeitos de superfície e microfraturas que foram detectados na superfície superior interna das coroas. Os processamentos, simulando a superfície interna de coroas desgastadas, mostraram fraturas de comprimentos entre 2 e 15 mm. A importância deste estudo se dá na medida em que as amostras com planos de secção polidas são adequadas para a análise do processo de desgaste usando a superfície e o plano periférico. O desgaste da superfície interna de restaurações fixas é o passo mais desafiante de coroas e Próteses Parciais Fixas em CAD-CAM. Mais importante parece ser a ponta montada diamantada, especialmente o número e forma dos grãos ativos de diamante.

Guazzato et al. (2005) estudaram a influência do jateamento, desgaste, desgaste com orientação e polimento antes e depois do tratamento com calor na resistência à flexão de uma cerâmica de alumina infiltrada por vidro reforçada (In-Ceram Zirconia). A resistência à flexão de três pontos foi calculada em 160 barras (20 x 4 x 1,2 mm) divididas igualmente em oito grupos como segue: jateamento; jateamento + calor; polimento; polimento + calor; desgaste paralelo ao longo eixo da amostra; desgaste paralelo ao longo eixo da amostra + calor; desgaste perpendicular ao longo eixo da amostra; e desgaste perpendicular ao longo eixo da amostra + calor. Os dados foram analisados com análise de regressão múltipla, ANOVA 1-fator e teste pareado de múltipla comparação de Tukey e análise Weibull. As superfícies tratadas e fraturadas foram observadas em MEV. O conteúdo relativo de fase monoclinica foi quantificado com análise de difração de raios-X. Pôde-se observar uma fina camada de vidro presente na superfície dos corpos-de-prova depois do tratamento com calor, contribuindo para uma melhora da resistência à flexão. O tratamento de superfície (não seguido por tratamento com calor) gerou transformação de fase que, no entanto, não foi suficiente para evitar a degradação da resistência causada pelos defeitos introduzidos com os tratamentos de superfície. Jateamento causou maior degradação da resistência. O polimento aumentou a confiabilidade, mas não melhorou a resistência. A orientação de desgaste em relação à direção das tensões não influenciou a resistência final. O presente estudo sugere que qualquer tratamento de superfície executado no In-Ceram Zirconia deve ser sempre seguido por tratamento com calor para evitar degradação de resistência.

Curtis et al. (2006) avaliaram a influência das técnicas de modificação de superfície pré-cimentação, jateamento com óxido de alumínio e desgaste, empregado como rotina antes da cimentação de coroas e próteses parciais fixas no desempenho de Y-TZP. 12 discos cerâmicos (Lava<sup>TM</sup> - 13 mm de diâmetro, 1,5 mm de espessura) fornecido

pelo fabricante foram selecionados aleatoriamente. Seis grupos foram jateados utilizando-se 25, 50 e 110  $\mu\text{m}$  de alumina e armazenados a seco ou em água em  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  por 24 h. Quatro grupos foram desgastados, utilizando ponta montada diamantada de granulação mais grossa e outra fina, em condição a seco e sob refrigeração com água. A média da resistência à flexão biaxial, desvios-padrões e módulo de Weibull ( $m$ ) associado foram determinados. A rugosidade da superfície, dureza e composição de fase foram avaliadas utilizando-se um perfilômetro, a indentação da dureza Vicker's e difração de raios-X, respectivamente. Nenhuma diferença estatisticamente significativa ( $P > 0.05$ ) foi identificada na resistência à flexão biaxial do jateamento com 25, 50 e 110  $\mu\text{m}$  e as amostras do grupo controle armazenadas a seco e em água por 24 h. No entanto, um aumento significativo no ( $m$ ) foi identificado para as amostras jateadas armazenadas a seco ( $10,7 \pm 1,9$ ,  $10,6 \pm 1,9$  e  $10,6 \pm 1,9$ ) comparadas com o grupo controle ( $7,5 \pm 1,3$ ) e os corpos-de-prova armazenados em água. Além disso, os regimes de jateamento com alumina reduziram a rugosidade superficial quando comparados com o grupo controle. O desgaste com granulação mais grosseira reduziu significativamente ambos a resistência à flexão biaxial e o ( $m$ ) associado comparados com o grupo controle enquanto nenhuma diferença significativa foi identificada para o desgaste com granulação mais fina. As técnicas de modificação de superfície iniciaram um mecanismo de transformação de fase e resultaram em formação de uma camada de tensão compressiva na superfície dos corpos-de-prova em forma de discos. A combinação da rugosidade reduzida da superfície e a formação de uma camada de tensão compressiva na superfície em consequência dos regimes de desgaste de aluminas investigados aumentou a confiabilidade da resistência à flexão biaxial. A presença de água não prejudicou o desempenho da cerâmica YTZP. O desgaste mais grosseiro significativamente reduziu a resistência à flexão biaxial e o ( $m$ ) devido à rugosidade aumentada da superfície. As amostras de Y-TZP sofreram um

mecanismo de aumento de tenacidade em consequência da transformação de fase que gerou uma tensão compressiva se opondo à tensão de propagação de fratura.

Denry e Holloway (2006) avaliaram as mudanças de fase microestrutural e cristalográfica depois do desgaste de cerâmica 3Y-TZP. As cerâmicas foram sinterizadas de acordo com as recomendações do fabricante e divididas em quatro grupos: (A) controle (sinterizada), (B) desgaste manual com ponta montada diamantada sob refrigeração com água, (C) desgaste manual com ponta montada diamantada e polido, (D) desgaste manual com ponta montada diamantada e temperado em 1000°C por 1 h. Os corpos-de-prova foram analisados em difração de raios-X (XRD) para caracterizar as fases cristalinas. A microestrutura foi investigada em MEV. A análise em XRD mostrou que o grupo controle e o grupo desgastado e temperado continham apenas fase tetragonal. No entanto, depois do desgaste ou depois do desgaste seguido por polimento, zircônia romboédrica e zircônia tetragonal sob esforço estavam presentes, sem qualquer quantidade detectável de zircônia na fase monoclinica. O temperamento levou ao desaparecimento de ambas, tensão residual e fase romboédrica. A microestrutura das amostras desgastadas e polidas foi caracterizada por significativos danos residuais na superfície associados com *pullout* de grãos a uma profundidade de aproximadamente 20 µm. Este tipo de dano poderia ter um impacto no comportamento à fadiga em longo prazo de cerâmica 3Y-TZP.

Papanagiotou et al. (2006) investigaram a influência do tratamento de envelhecimento em baixas temperaturas (TEBT), jateamento e polimento na resistência à flexão e estabilidade estrutural de uma Y-TZP. Material e métodos. Seccionando blocos de zircônia (*Vita In-Ceram YZ blocks*) em barras de 24 x 4 x 2 mm, 310 amostras foram fabricadas e divididas em 9 grupos: grupo C, sinterizado (controle); grupo B24h, água fervente por 24 horas; grupo B7d, água fervente por 7 dias; grupo H6h, armazenagem cuba umidificadora a 250°C por 6 horas; grupo

H24h, armazenagem cuba umidificadora a 250<sup>o</sup>C por 24 horas; grupo H7d, armazenagem cuba umidificadora a 250<sup>o</sup>C por 7 dias; grupo P, polimento; grupo A, jateamento e grupo AB, jateamento + água fervente por 7 dias. A resistência à flexão (MPa) de todas as amostras foi determinada usando o teste de flexão de 3 pontos. A variabilidade foi analisada por meio de estatística de Weibull. As diferenças pareadas entre os 9 grupos foram avaliadas com intervalos de confiança de 95% para escala e parâmetros de forma. De cada bloco utilizado, 8 corpos-de-prova foram obtidos. As superfícies dos espécimes foram avaliadas em MEV em vários aumentos. A análise de difração de raios-X foi realizada para identificar possível transformação de fase tetragonal para monoclinica. A espectroscopia dispersiva de raios-X (EDS) foi usada para obter informação da composição química. Os tratamentos de envelhecimento ou polimento não tiveram efeitos negativos significativos na resistência à flexão. As médias da resistência à flexão variaram de 796,7 a 950,2 MPa. Grupo A exibiu a média de resistência à flexão mais alta (950,2 MPa). Os valores do módulo de Weibull variaram entre 5,6 e 9,3. A transformação de fase tetragonal para monoclinica foi detectada para uma amostra em ebulição por 24 horas. Mais transformação de fase tetragonal para monoclinica foi detectada para corpos-de-prova em ebulição por 7 dias e armazenados em cuba umidificadora a 250<sup>o</sup>C por 7 dias. A análise em MEV das superfícies fraturadas revelaram defeitos de sinterização, e a análise de EDS mostrou menor concentração de itria em amostras de Y-TZP que foram fervidos por 7 dias. Os resultados sugeriram que os procedimentos de TEBT e de polimento não reduziram a resistência à flexão de barras de zirconia. O jateamento aumentou resistência à flexão dos corpos-de-prova.

De Kler et al. (2007) testaram a hipótese de que um desarranjo no coeficiente de expansão térmica da cerâmica de cobertura e a cerâmica de zircônia Y-TZP utilizada como infra-estrutura pode causar a transformação tetragonal para monoclinica na estrutura em zircônia na

interface quando exposta à fadiga resultando em fratura da interface. Discos de Y-TZP foram recobertos com três cerâmicas com diferentes coeficientes de expansão térmica. A análise de elementos finitos foi utilizada para investigar a distribuição de tensão nos discos de bi-camada devido ao desarranjo da expansão térmica. Dois destes três grupos foram submetidos à fadiga com a cerâmica de recobrimento em tensão. A difração de raios-X foi realizada para medir a intensidade de fase monoclinica e tetragonal presente na superfície da infra-estrutura de zircônia depois da sinterização, jateamento, recobrimento, e carga de fadiga. Foi verificado que a estrutura tetragonal foi convertida em fase monoclinica até uma profundidade de 27  $\mu\text{m}$  após jateamento, e revertida à fase tetragonal depois do recobrimento com cerâmica de cobertura. A carga de fadiga dos discos recobertos, mesmo com a possível tensão térmica mais alta, não causaram qualquer conversão de fase tetragonal para fase monoclinica.

Sato et al. (2008) estudaram dois tipos de cerâmica tetragonal policristalina de zircônia (TZP), um nanocompósito TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  estabilizado por céria (CZA) e uma cerâmica convencional estabilizada por ítria (Y-TZP) que foram jateadas com óxido de alumínio e carvão de silício e parcialmente temperado 500-1200 $^{\circ}\text{C}$  por 5 minutos. O conteúdo monoclinico de  $\text{ZrO}_2$  foi determinado por difratometria de raios-X e espectroscopia Raman. O teste de resistência à flexão biaxial foi conduzido nas amostras antes e depois dos tratamentos. O conteúdo monoclinico de  $\text{ZrO}_2$  e resistência à flexão biaxial aumentaram depois do jateamento, mas diminuíram depois do tratamento com calor. No entanto, em ambos os casos, a resistência da CZA foi mais alta que a de Y-TZP. A espectroscopia Raman mostrou que um campo de tensão compressivo foi introduzido na superfície da amostra depois do jateamento. Foi concluído que o jateamento induz a transformação da fase tetragonal para monoclinica e que a expansão volumétrica associada com transformação de tal fase deu origem a um aumento de tensão compressiva na

superfície de CZA. Com a ocorrência de mecanismo fortalecendo a microestrutura, foi concluído que a CZA foi mais susceptível à transformação de fase que a Y-TZP.

Taskonak et al. (2008) testaram a hipótese de que a resistência à flexão e o tamanho de defeitos críticos das amostras cerâmicas são afetados pelo ambiente de ensaio e taxa de tensão apesar dos seus valores de tenacidade à fratura permanecer a mesma. Corpos-de-prova cerâmicos foram preparados a partir de uma cerâmica de alumina (Vitadur Alfa; VITA Zahnfabrik, Mau Sackingen, Alemanha) e uma alumina infiltrada por vidro reforçada por zircônia (In-Ceram® Zirconia; VITA Zahnfabrik). 300 amostras de flexão de 3-pontos (150 de cada material) foram fabricadas nas dimensões de 25 x 4 x 1,2 mm de acordo com a norma ISO 6872. Cada grupo de 30 amostras foi fraturado em água usando uma das quatro taxas de tensão variando numa escala logarítmica de 0,1 a 100 MPa/s para Vitadur Alfa e de 0,01 a 10 MPa/s para In-Ceram® Zirconia. O quinto grupo foi testado em ambiente inerte (óleo) com um índice de 100 MPa/s para Vitadur Alfa e 1000MPa/s para In-Ceram® Zirconia. Os efeitos do índice de tensão e ambiente na resistência à flexão, tamanho de defeito crítico, e tenacidade à fratura foram analisados estatisticamente por Kruskal–Wallis ANOVA 1-fator seguidos de comparações post hoc usando teste de Dunn ( $\alpha= 0,05$ ). Além do mais, 20 espécimes de Vitadur Alfa foram fabricados com defeitos controlados para simplificar fractografia. Metade destas amostras foi testada em água e metade em óleo com índice de 100MPa/s, e os resultados foram comparados usando teste de Mann–Whitney ( $\alpha= 0,05$ ). Um modelo logarítmico de regressão foi usado para determinar os parâmetros de fadiga para cada material. Para cada composição cerâmica, as amostras ensaiadas em óleo tiveram maior resistência ( $p\leq 0,05$ ) e menor defeito crítico (significante para Vitadur Alfa,  $p\leq 0,05$ ) do que aqueles ensaiados em água, mas não houve diferença estatisticamente significativa na tenacidade à fratura ( $P> 0,05$ ). Os corpos-

de-prova ensaiados com maior taxa de velocidade de teste tiveram maior resistência ( $p \leq 0,05$ ), mas não tiveram tenacidade à fratura significativamente diferente ( $P > 0,05$ ). Com relação ao tamanho do defeito crítico, o índice de tensão teve um efeito significativo para amostras de In-Ceram® Zirconia ( $p \leq 0,05$ ), mas não para amostras Vitadur Alfa ( $P > 0,05$ ). Parâmetros de fadiga,  $n$  e  $\ln B$ , foram 38,4 e -12,7 para Vitadur Alfa e 13,1 e 10,4 para In-Ceram® Zirconia. O crescimento subcrítico de falhas em ambiente úmido teve um efeito deletério em infra-estruturas de In-Ceram® Zirconia do que na cerâmica Vitadur Alfa. A análise da superfície fraturada identificou características de fratura que potencialmente podem confundir investigadores em descaracterizar o defeito crítico.

Karakoca e Yilmaz (2009) avaliaram a influência do desgaste com ponta diamantada e jateamento na rugosidade superficial, transformação de fase e resistência biaxial de Y-TZP (Cercon, DentaCad e Zirkozahn). As amostras foram divididas em três grupos: controle, desgaste e jateamento. A rugosidade superficial foi medida e a difração de raios-X desempenhada. A resistência biaxial foi realizada e os dados analisados por ANOVA 2-fatores. A análise de Weibull foi usada para analisar a variabilidade da resistência. OS efeitos do tratamento de superfície nos valores de rugosidade foram diferentes para cada material. Em todos os materiais ocorreu transformação de fase após o tratamento de superfície. O desgaste diminuiu e o jateamento aumentou a resistência em todos os materiais. O Cercon e o DentaCad apresentaram maior módulo de Weibull do que o grupo controle e o menor módulo de Weibull foi encontrado no Zirkozahn. O jateamento resultou em menor módulo de Weibull quando comparado ao desgaste com ponta diamantada para todos os materiais embora aumentou a resistência. A rugosidade e a fase cristalina dos materiais foram influenciados pelo tratamento de superfície. A resistência biaxial do material diminuiu após desgaste e aumentou após jateamento. O baixo módulo de Weibull para os grupos jateados podem

indicar futuro enfraquecimento dos materiais, resultando em falhas inesperadas.

Qeblawi et al. (2010) avaliaram o efeito do tratamento mecânico de superfície de Y-TZP na resistência à flexão e o efeito dos tratamentos mecânico e químico na resistência de união ao cimento resinoso. Para a resistência à flexão, barras de zircônia (4x5x40mm) foram obtidas a partir de blocos (IPS e.max ZirCAD B40 Blocks, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). O acabamento foi realizado com disco diamantado. As barras foram sinterizadas e divididas em 4 grupos: (1) controle (sem tratamento); (2) jateamento com óxido de alumínio (50  $\mu\text{m}$ ); (3) silicatização (Cojet) e (4) desgaste manual com ponta diamantada sob refrigeração (30  $\mu\text{m}$ ). As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 h a 37<sup>0</sup>C, a resistência à flexão de 3-pontos foi determinada e os resultados analisados estatisticamente por ANOVA 1-fator ( $\alpha=0,05$ ). Para o teste de cisalhamento foram confeccionadas pastilhas a partir dos blocos de zircônia (2,5 x 3mm), sinterizadas e divididas em 16 grupos. Cada grupo com combinação de tratamento mecânico e químico. Tratamento mecânico incluiu: (1) controle (sem tratamento), (2) jateamento com alumina, (3) silicatização e (4) ponta diamantada. Tratamento químico incluiu: (1) controle (sem tratamento), (2) condicionamento ácido seguido silanização, (3) silanização e (4) aplicação de *primer* de zircônia. Amostras de dentina foram preparadas a partir de molares extraídos armazenadas em T-cloramina a 0,5%. As pastilhas de zircônia foram unidas à dentina com cimento resinoso (Multilink Automix) e fotoativadas. Após armazenagem, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Para a análise de envelhecimento, os grupos que alcançaram os maiores valores de resistência de união foram duplicados armazenados em água a 37<sup>0</sup>C e 100% umidade por 90 dias e termociclados antes de serem submetidos ao ensaio. Os resultados foram analisados por ANOVA 2-fatores ( $\alpha=0,05$ ). O jateamento com alumina e desgaste manual com ponta diamantada

aumentaram significativamente a resistência à flexão. Os maiores valores de cisalhamento foram obtidos com os seguintes grupos: silicatização + silanização > ponta diamantada + *primer* de zircônia > jateamento com alumina + silanização > *primer* de zircônia > jateamento com alumina + *primer* e zircônia. O envelhecimento levou a diminuição significativa da resistência ao cisalhamento para os grupos silicatizados/silanizados e *primer* de zircônia. Concluíram que a modificação mecânica da superfície aumentou a resistência à flexão de Y-TZP. A união do cimento resinoso foi melhorada com o tratamento de superfície. A combinação de tratamento mecânico e químico da superfície de zircônia foi essencial para desenvolver uma durável união à zircônia.

Por meio da literatura estudada até o momento, nota-se a presença de algumas controvérsias entre os autores, principalmente com relação às propriedades das cerâmicas de zircônia estabilizadas por ítria frente aos procedimentos de tratamento de superfície. Além disso, os procedimentos pré-cimentação dessas peças protéticas não estão bem elucidados. Por esta razão, surgiu a curiosidade de se obter esclarecimentos a respeito do tratamento de superfície de Y-TZP antes da cimentação.

### 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos no presente trabalho foram:

- a) Avaliar a influência dos diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão de 4 pontos de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio;
- b) Analisar o tratamento de superfície mais confiável, por meio da análise de Weibull;
- c) Verificar o efeito da proporção entre fase tetragonal e monoclínica na resistência à flexão de Y-TZP por meio de análise de difração de raios-X;
- d) Avaliar a influência do tratamento de superfície na profundidade de zona de transformação de fase da Y-TZP;
- e) Analisar, utilizando microscopia eletrônica de varredura e perfilometria óptica, o efeito dos diferentes tratamentos de superfície da Y-TZP.

De acordo com os objetivos desta pesquisa, as hipóteses a serem testadas são as seguintes:

- a) Os tratamentos de superfície com ponta diamantada de granulação fina, jateamento com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e silicatização afetam positivamente a resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP;
- b) A maior confiabilidade (maior módulo de Weibull) ocorre nas amostras jateadas;
- c) Os tratamentos de superfície permitem a transformação de fase da zircônia ( $t/m$ );
- d) Quanto maior a transformação de fase ( $t/m$ ) maiores os valores de resistência à flexão;
- e) A profundidade de transformação da zircônia ( $t \rightarrow m$ ) é maior no tratamento superficial com ponta diamantada;
- f) O maior valor de rugosidade superficial é encontrada nas amostras tratadas com ponta diamantada.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Material

Os materiais utilizados na pesquisa estão listados no Quadro 1 abaixo:

Quadro 1 – Material, composição e fabricante utilizados nesta pesquisa

Material	Composição	Fabricante	N <sup>o</sup> do lote
InCeram 2000 YZ Cubes YZ-40/19	Óxido de zircônia/ Óxido de ítrio (ítria)	Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha	Z251099
Disco diamantado	Diamantes	Buehler series 15Lc, Lake, Bluff, EUA.	104172889F9
Ponta diamantada 1093FF (30 µm)	Diamantes e aço inoxidável	KG Sorensen, São Paulo, Brasil	20760605
Óxido de alumínio (44 µm)	Óxido de alumínio	Polidental, Cotia, São Paulo, Brasil.	8010
Cojet Sand (30 µm)	Óxido de silício.	3M ESPE, Seefeld, Bayern, Alemanha	370113

## 4.2 Método

A pesquisa apresentou o seguinte delineamento experimental (Figura 1):

- Fator 1 : tratamento de superfície; 4 níveis: silicatização; jateamento  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; ponta diamantada de granulação extra-fina e sem tratamento.

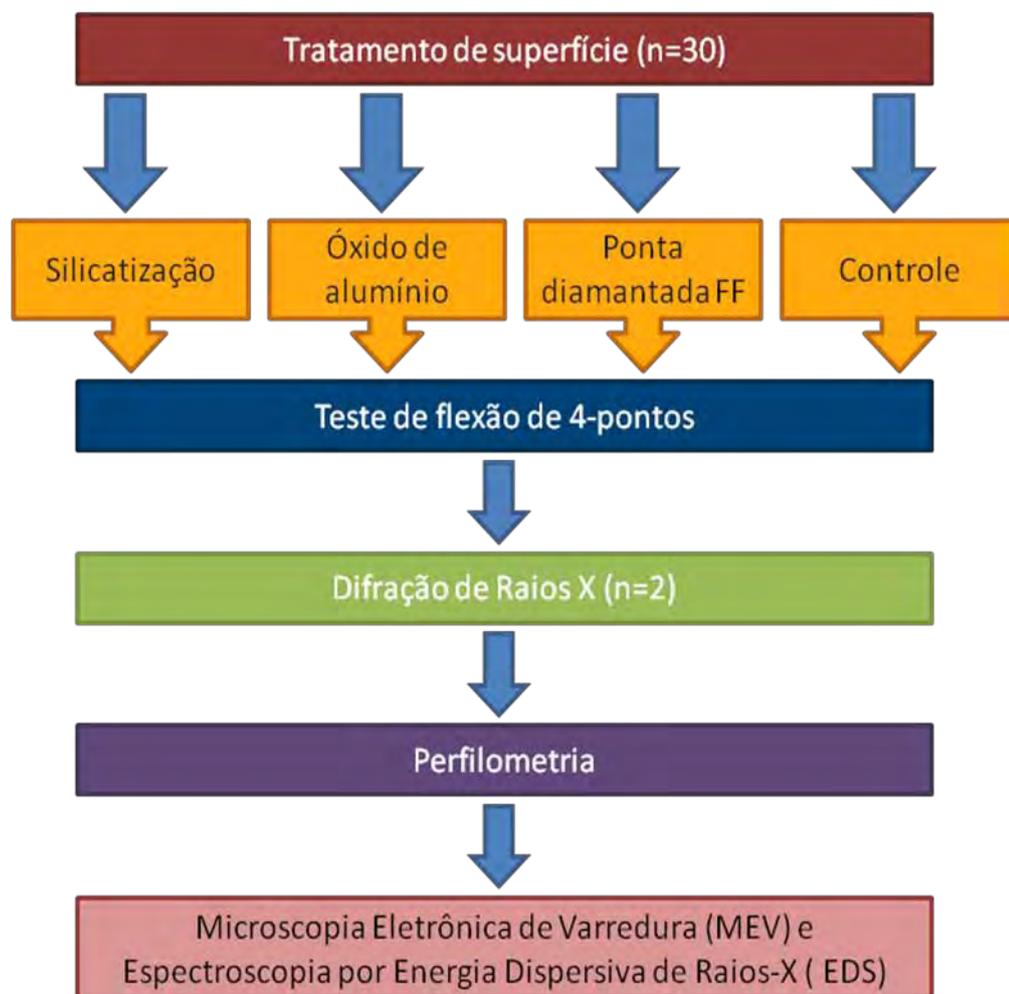


Figura 1 – Fluxograma da pesquisa de acordo com os grupos e respectivas análises de Difração de Raios-X, Perfilometria e MEV com EDS.

O total de amostras utilizadas foi de 120 barras de Y-TZP (20mmx4mmx1,2mm). Após ensaio mecânico, os segmentos das amostras fraturadas foram utilizadas para a quantificação de fase monoclinica por Difração de Raios-X (DRx) (n=2). Essas mesmas amostras foram submetidas à Perfilometria Óptica, para análise do padrão superficial e, em seguida, utilizadas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com respectiva Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) na superfície tratada.

#### 4.2.1 Preparação dos corpos-de-prova (CP):

##### 4.2.1.1 Obtenção das amostras

A partir de 7 blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio ( $Y_2O_3$  a 5%) (InCeram YZ 2000 cubes for InLab – 15,5 mm X 19 mm X 40 mm, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foram confeccionadas 120 barras para o ensaio de flexão (n=30) (Figura 2) de acordo com a norma ISO 6872:2008



Figura 2 – Apresentação comercial dos blocos de Y-TZP pré-sinterizados (InCeram 2000 YZ Cubes YZ-40/19).

Essas barras foram obtidas por meio de cortes com disco diamantado montado em máquina de corte (Labcut 1010, Erios, São Paulo, SP, Brasil) com dimensões 22% maiores em volume devido à contração de sinterização. Para a realização deste corte, os blocos de Y-TZP foram parcialmente embutidos em resina acrílica ativada quimicamente (RAAQ) (Jet – Clássico) com auxílio de um molde de silicone (Figura 3).

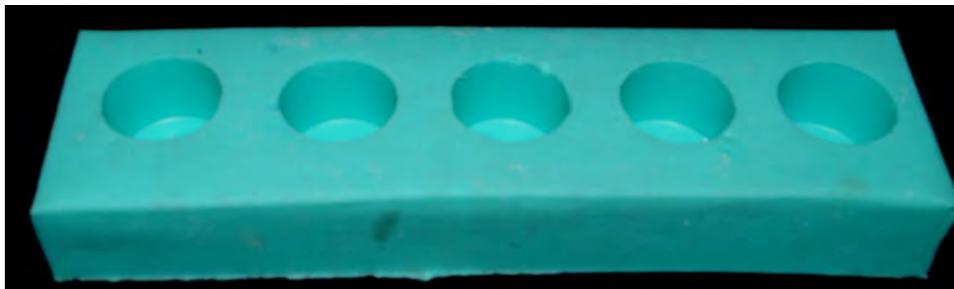


Figura 3 – Molde de silicone para embutir os blocos de Y-TZP.

Com o objetivo de permitir o longo eixo dos blocos perpendiculares ao plano horizontal, utilizou-se uma placa de vidro por onde os mesmos permaneceram aderidos com fita adesiva dupla face de papel (18 mm de largura) (Figura 4).

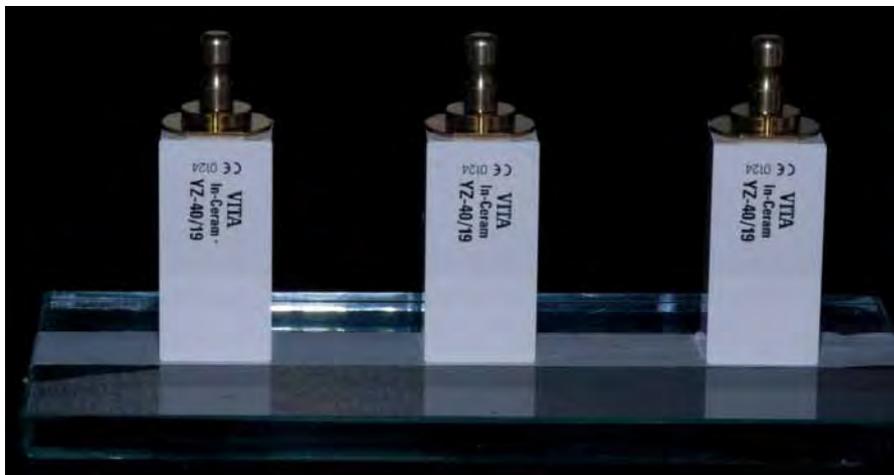


Figura 4 – Alinhamento dos blocos de Y-TZP em placa de vidro sobre fita adesiva dupla-face.

Após correto posicionamento dos mesmos na placa a RAAQ foi vertida, os blocos incluídos no molde e aguardou-se a polimerização (Figura 5, 6 e 7).

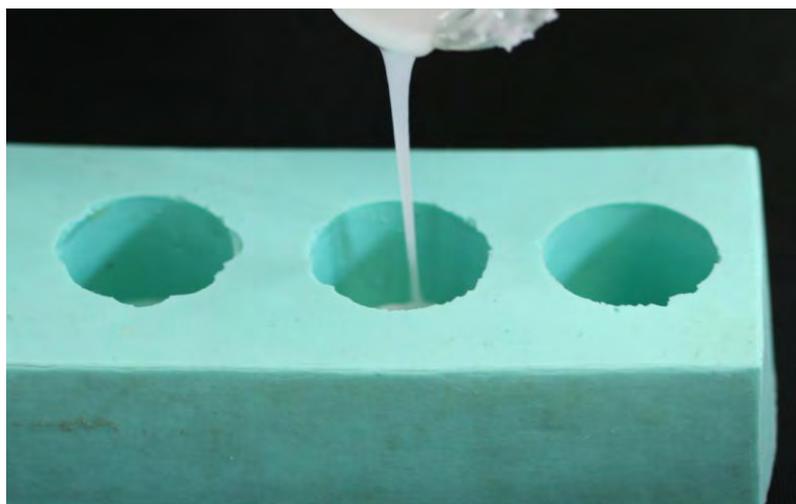


Figura 5 – Resina acrílica ativada quimicamente (RAAQ) sendo vertida no molde.

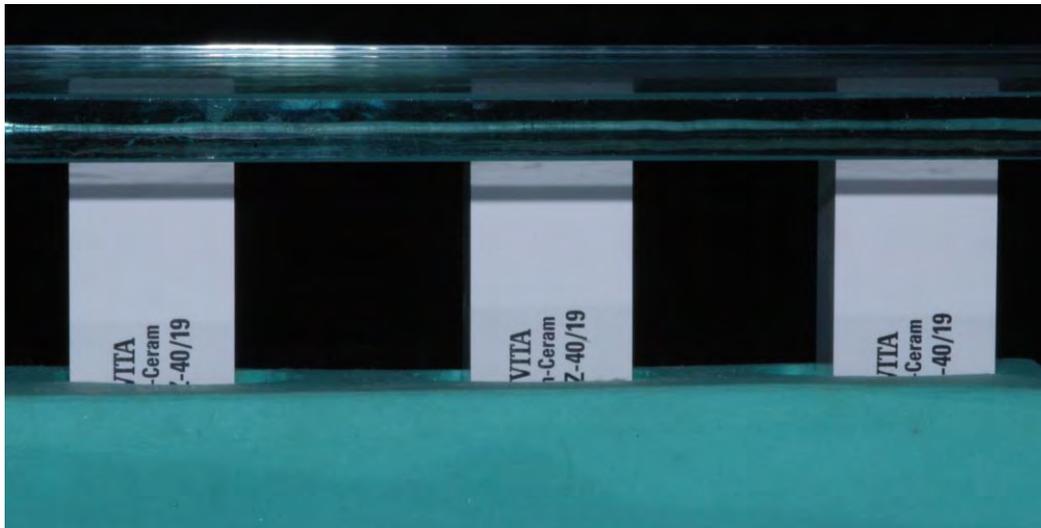


Figura 6 – Inclusão parcial dos blocos de Y-TZP ao molde de silicone.



Figura 7 – Bloco de Y-TZP parcialmente embutido na RAAQ.

Após, os blocos foram adaptados em uma base da máquina de corte (Figura 8).

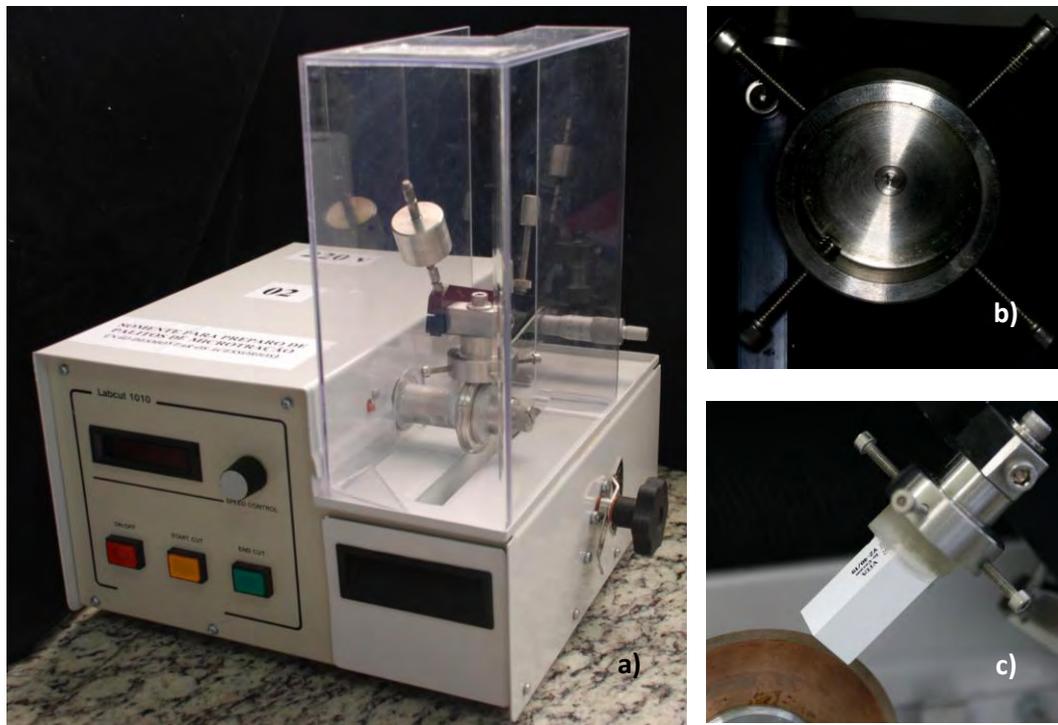


Figura 8 – a) Máquina de corte (LabCut); b) Dispositivo por onde se acopla a base do bloco de RAAQ; c) Posição do bloco de zircônia sobre o disco diamantado.

Iniciou-se o corte pela face de 19 mm obtendo-se 3 fatias com 5 mm de largura (Figura 9).

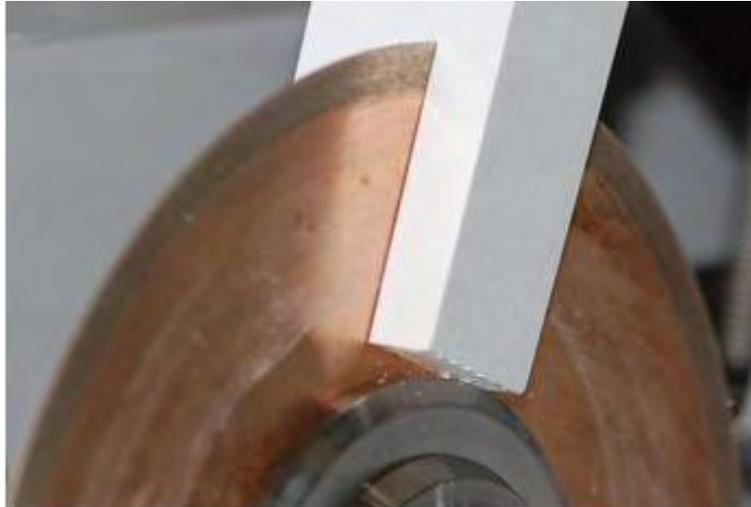


Figura 9 – Corte dos blocos de Y-TZP: obtenção de 3 fatias de 5 mm de largura (face de 19 mm).

Em seguida, o dispositivo é girado em  $90^{\circ}$  no eixo X e a face de 15,5 mm é cortada em 7 fatias de 1,6 mm cada (Figura 10).

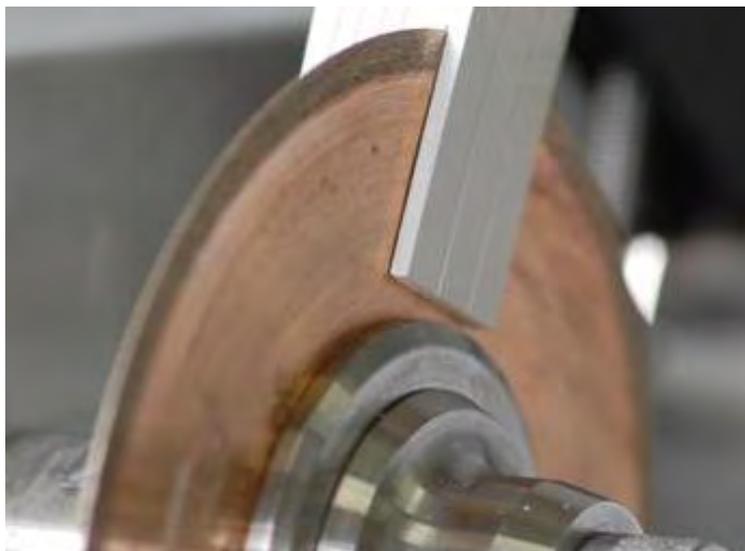


Figura 10 – Corte dos blocos de Y-TZP: obtenção de 7 fatias de 1,6 mm de espessura.



Figura 11 – Representação ilustrativa da barra de Y-TZP pré-sinterizada obtida após corte. Dimensões: 25 mm comprimento; 5 mm largura; 1,6 mm espessura.

Algumas barras foram perdidas durante o processamento. Após o corte das faces, as barras foram separadas entre si, por meio de disco diamantado dupla face montado em peça reta com refrigeração com 25 mm de comprimento. Em seguida, as mesmas foram inspecionadas por meio de paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão) para verificação das dimensões dos corpos-de-prova (cp). Aqueles cujas dimensões foram maiores do que a preconizada pelo presente estudo tiveram suas dimensões diminuídas por meio de lixas d'água de granulação 600 com refrigeração com água em politriz (Modelo DP-10, Struers-Panambrá). Em média, foram obtidas 21 barras por bloco (Figura 11). Após verificação das dimensões, todos os cp tiveram as bordas biseladas, como mostra a seta na Figura 12.



Figura 12 – Barra de Y-TZP com biselamento das bordas antes da sinterização.

De acordo com a norma ISO 6872:2008, as bordas de maior comprimento dos cp devem ser biseladas em cerca de 0,09 mm a 0,15 mm. Para isso utilizou-se das mesmas lixas usadas anteriormente inclinando as barras em 45° com auxílio de um cartão dobrado e vazado no centro, onde a amostra foi posicionada para lixamento.

Desse modo, foram obtidas as dimensões adequadas para a sinterização dos cp. O ciclo de sinterização da cerâmica Vita *InCeram YZ 2000 Cubes for Inlab* foi realizado em forno próprio (Vita Zyrcomat T, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). O ciclo de sinterização inicia-se automaticamente após a colocação da cerâmica no interior do mesmo (7,5 h, incluindo o processo de esfriamento da peça até 200°C, de acordo com o fabricante). O ciclo de sinterização foi realizado segundo com as recomendações do fabricante e os cp tiveram as seguintes dimensões (Figura 13):



Figura 13 – Dimensões da barra de Y-TZP após sinterização: 20 mm de comprimento; 4 mm de largura; 1,2 mm de espessura.

Após o ciclo de sinterização as amostras foram aleatoriamente divididas em quatro grupos, de acordo com o tratamento de superfície: Grupo 1 silicatização (30 µm); Grupo 2: jateamento com óxido de alumínio (44 µm); Grupo 3: ponta diamantada de granulação extra-fina (30 µm) e Grupo 4 (controle): sem tratamento de superfície (Quadro 2).

Quadro 2 – Distribuição das amostras por grupo (n=30).

<b>Grupo (n=30)</b>	<b>Ponta diamantada</b>	<b>Jateamento Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (44 µm)</b>	<b>Silicatização (30 µm)</b>
1	-	-	+
2	-	+	-
3	+	-	-
4	-	-	-

#### 4.2.2 Tratamento de superfície

Todas as amostras tiveram uma de suas faces marcadas por esmalte de unhas antes do tratamento de superfície. A superfície oposta foi submetida aos tratamentos (Figura 14).

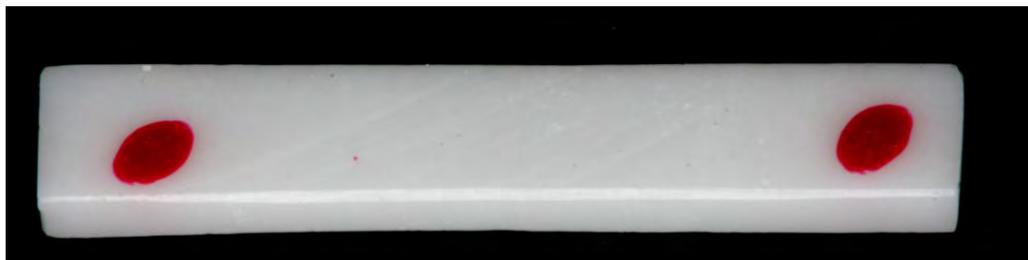


Figura 14 – Marcação da face oposta ao tratamento de superfície com esmalte de unha.

A silicatização e jateamento com óxido de alumínio foram realizados por toda extensão do longo eixo da amostra por 10 s a uma distância de 10 mm com pressão de 2,8 bars e angulação de incidência de jateamento de  $90^{\circ}$  com auxílio de um microjateador (Micro-Etcher, Danville) adaptado em uma base (Figuras 15 e 16).



Figura 15 - Base para suporte do microjateador com microjateador acoplado.



Figura 16 – Jateamento da amostra com distância de 10 mm, 2,8 bars de pressão por 10 s e ângulo de incidência de  $90^{\circ}$ .

O processo de desgaste da cerâmica com ponta montada diamantada 1093 FF (extra-fina: 30  $\mu\text{m}$ ) deu-se manualmente em apenas uma direção: paralela ao longo eixo da amostra (Figura 17). De acordo com estudos de Guazzato et al., 2005, não há diferença estatística se uma amostra é desgastada paralelamente ao seu longo eixo ou perpendicularmente à mesma. Devido à praticidade em realizar o desgaste no sentido do longo eixo da amostra, esse método foi escolhido neste estudo. Utilizou-se de caneta de alta rotação com abundante refrigeração com água por 10 s em toda extensão do longo eixo da amostra. A ponta diamantada foi substituída a cada 10 cp.

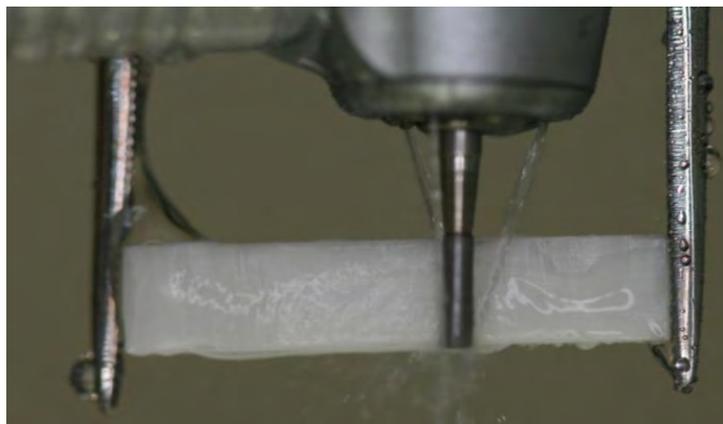


Figura 17 – Desgaste com ponta diamantada de granulação extra-fina na direção do longo eixo do cp.

Após o tratamento de superfície, todas as amostras foram armazenadas a seco antes de serem submetidas ao ensaio de flexão de 4 pontos. Somente durante o ensaio as mesmas permaneceram imersas em água destilada a 37<sup>o</sup>C.

#### 4.2.3 Ensaio mecânico

Os cp foram submetidos ao ensaio de flexão de 4 pontos. A superfície tratada ficou posicionada para baixo, ou seja, em tração e, contrariamente, a superfície oposta permaneceu sob compressão. O dispositivo para o teste foi adaptado em máquina de ensaio universal EMIC DL 1000 (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) segundo as recomendações da norma ISO 6872:2008, com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 100 Kgf até a fratura das amostras.

Um aparato semelhante a um aquário (Saavedra, 2008) foi confeccionado para que as amostras ficassem submersas em água destilada durante todo o ensaio. Um termostato foi acoplado para manter a temperatura da água constante ( $37^{\circ}\text{C}$ ) sendo essa temperatura verificada por meio de um termômetro durante todo o experimento (Figura 18). O ambiente de trabalho em água durante o ensaio simule as condições do ambiente oral. Durante a transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica (t/m) a água quebra a molécula de zircônia, formando hidróxido de zircônio ou quebra a molécula de ítria, formando hidróxido de ítrio (Piconi e Maccauro, 1999). levando à degradação do material.

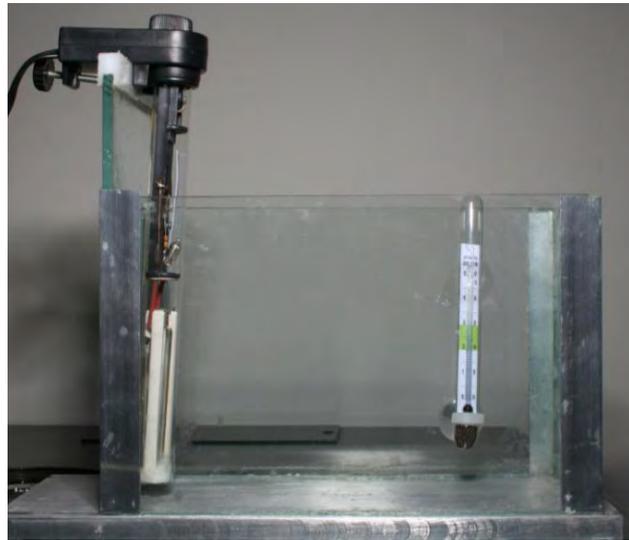


Figura 18 – Dispositivo para manutenção da temperatura da água a 37°C durante todo o ensaio.

Sobre a superfície da amostra marcada com esmalte para unhas foi colocada uma fita adesiva (Durex) para que não houvesse a perda da amostra fraturada durante o ensaio.

Os cp foram posicionados sobre os apoios do dispositivo para o ensaio de flexão de 4-pontos. Este dispositivo foi confeccionado de acordo com a norma ISO 6872:2008. Os *rollers* da base tiveram uma distância de 16 mm de centro a centro, sendo  $L/2$  a distância entre os *rollers* superiores, ou seja, 8 mm. O diâmetro dos mesmos deve ter 5 mm, possuir rugosidade de até 0,5 micrometros (Ra) e dureza maior do que 40 HRC (Rockwell C-scale) (Figura 19).

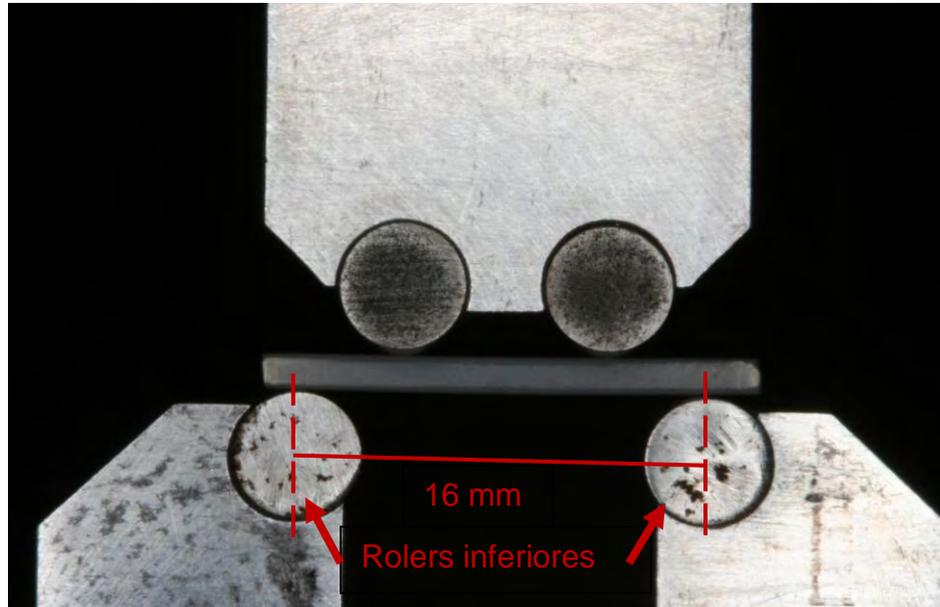


Figura 19 – Dispositivo para ensaio de flexão de 4-pontos. Distância dos *rollers* inferiores de 16 mm de centro a centro. *Rollers* superiores  $L/2$ . Diâmetro dos *rollers* de 5 mm (norma ISO 6872:2008).

A tensão de ruptura ( $\sigma$ ) foi calculada por meio da equação:

$$\sigma = \frac{3PL}{bh^2}$$

onde: P = força exercida; L = distância entre apoios; b = largura do cp e h = espessura do cp.

Após o ensaio de flexão, as amostras (n=2) foram analisadas em Difratorômetro de Raios-X para cálculo da quantidade de transformação de fase.

#### 4.2.4 Análise de Difração de Raios-X

A limpeza dos cp foi efetuada em ultra-som com álcool isopropílico por 15 minutos e secos com jatos de ar por 10 segundos.

A análise de Difração de Raios-X consistiu na irradiação da superfície da cerâmica (7,3  $\mu\text{m}$  em profundidade) com um feixe monocromático de  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ) filtrado com níquel, a uma tensão de 40 kV e 45 mA. Os raios são refletidos pela superfície da amostra tratada e captados por um sensor localizado no lado oposto ao do feixe de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclinica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura, como se fosse uma impressão digital. Estes picos, representados no gráfico pelo eixo y (“intensidade”), correspondem à distância entre a face superior e a face inferior de cada plano de átomos da estrutura cristalina da zircônia. A leitura desta distância pode ser influenciada pela posição do átomo na estrutura (vertical, horizontal ou inclinado) ou pelo ângulo de incidência dos raios-X (eixo x =  $2\theta$ ).

Esta análise foi feita em equipamento da marca Philips e modelo X'Pert MRD (radiação  $\text{Cu K}\alpha$ , passo de  $0,02^\circ$  e tempo de integração de 1 segundo) com o objetivo de identificar e quantificar as fases, tetragonal e monoclinica, da zircônia, antes e após o tratamento de superfície (Figura 20).

Após obtenção dos dados, estes foram enviados para uma unidade computadorizada (Pentium 4, AMD Athlon XP 2000) e

analisados por meio de gráficos, utilizando um programa computacional (Oring 5.0, California, EUA).

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

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

Equação A

em que:

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

Equação B

onde:

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

Foram realizadas três mensurações em cada amostra para obtenção dos valores médios de fase monoclinica (FM). Como esta análise não é destrutiva, os mesmos cp podem ser utilizados para a subsequente análise do padrão superficial por meio de perfilometria e microscopia eletrônica de varredura (MEV).



Figura 20- Difratorômetro de Raios-X de alta resolução Philips X'Pert MRD (Laboratório Associado de Sensores e Materiais- LAS/INPE<sup>1</sup>).

#### 4.2.5 Perfilometria óptica

Para avaliar a influência dos tratamentos de superfície propostos neste estudo na topografia, foram utilizados os mesmos cp analisados em difração de raios-X.

Para análise qualitativa e quantitativa da geometria tridimensional (3D) da superfície das amostras, as mesmas foram analisadas em perfilômetro óptico digital<sup>1</sup> (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, EUA) o qual é conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa computacional Wyko Vision 32 (Veeco, EUA) para análise dos dados. As medições dos parâmetros em 3D foram realizadas com um aumento de 20X e em uma área de aproximadamente 0,06 mm<sup>2</sup> (Figura 21).

---

<sup>1</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologias Especiais, no Instituto Nacional de Pesquisas Especiais - LAS/CTE/INPE

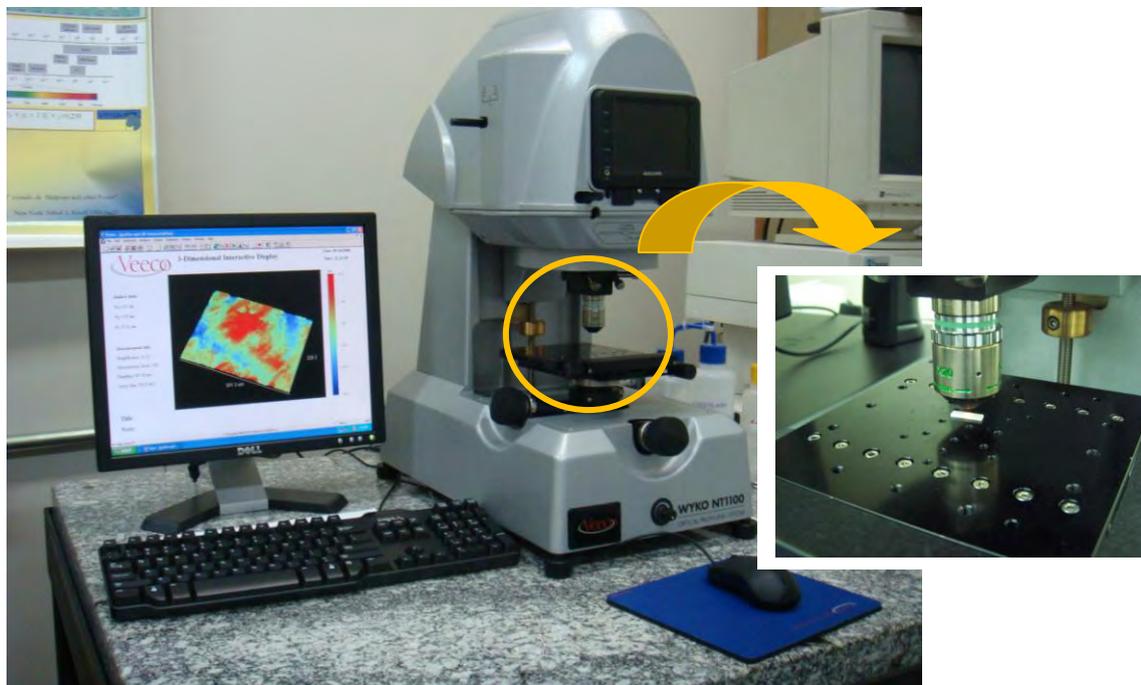


Figura 21- Perfilômetro óptico (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, EUA\*)

#### 4.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS)

O padrão de tratamento de superfície foi analisado em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (LEO-32, modelo 1450 VP, Reino Unido\*\*), com aumentos de 3000 vezes. A obtenção das imagens foi efetuada pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que foi projetado sobre a superfície da amostra. Foi utilizada uma distância de trabalho de 27 mm, com voltagem de aceleração de 20 kV. Os cp foram posicionados em uma plataforma de alumínio (*stub*), e

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

\*\*Laboratório de Microscopia Eletrônica – Departamento de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena – USP (LME/DEMAR/EEL/USP)

recobertos com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100 Ångstron), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora (BAL-TEC MED 020 – *Coating System*).

A análise dos elementos químicos presentes nas amostras cerâmicas foi feita pela técnica do EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X ou *Energy Dispersive Spectrometry* – EDS). Esta é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para análises. O EDS foi utilizado com 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas com distância de trabalho de 15 mm e 20kV de voltagem de aceleração. A intensidade lida de radiação X para cada área foi em média de 4000 pulsos/s, durante tempo de leitura de 40s. A concentração dos elementos foi determinada após o cálculo das médias das porcentagens em peso dos elementos químicos em cada ponto.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção dos espectros de concentração de cada elemento químico presentes nas amostras.

#### 4.2.7 Estatística

Os dados obtidos no ensaio de resistência à flexão foram submetidos à análise estatística, sendo utilizado para o cálculo o programa Statistix para Windows (*Analytical Software, Inc., version 8.0, 2003* – Tallahase, FL, USA). Neste experimento, a variável independente (fator) considerada foi: tratamento de superfície (TS). A variável dependente (resposta) foi o valor da resistência obtido (em MPa) no

ensaio de flexão. A análise estatística dos dados foi submetida à análise de variância de 1-fator e teste de Tukey HSD. O nível de significância adotado para ambos foi o valor convencional de 5%.

Comumente utilizados como parâmetro estatístico para descrever um aspecto da confiabilidade estrutural são o módulo de Weibull ( $m$ ) e resistência característica ( $\sigma_0$ ). Um módulo de Weibull relativamente alto indica alto nível de integridade estrutural e potencialmente, grande confiabilidade clínica do material. A resistência característica, também conhecida como parâmetro de escala, representa o valor de resistência em que há a probabilidade de 63,21 % dos cp falharem quando submetidos a uma tensão (Della Bona et al., 2003).

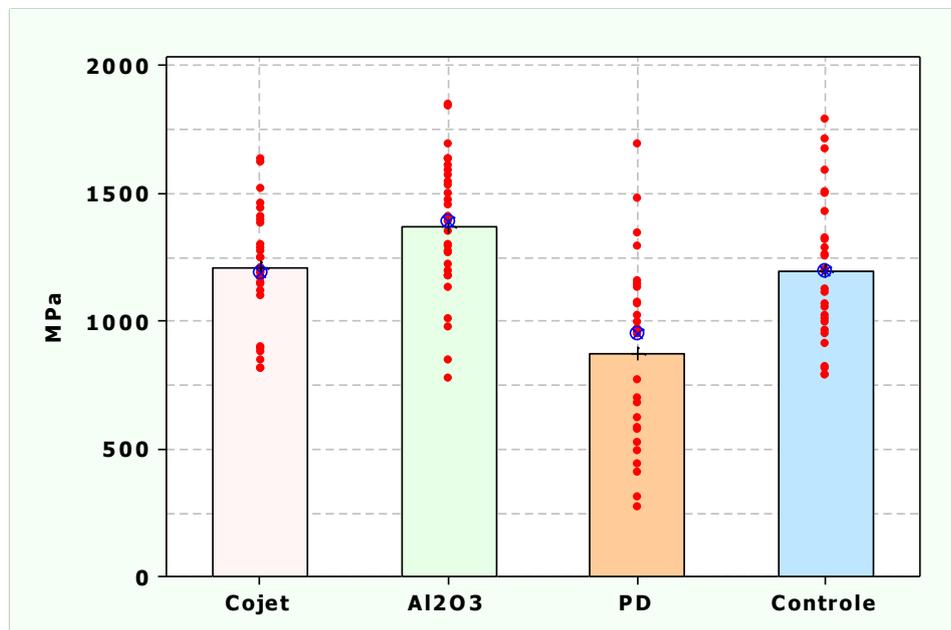
## 5 RESULTADOS

### 5.1 Ensaio de resistência à flexão de 4-pontos

As médias, desvio-padrão e coeficiente de variação, para cada grupo avaliado estão apresentados na Tabela 1 e ilustrados na Figura 22.

Tabela 1 – Média ( $\pm$ DP) dos dados de resistência à flexão (MPa) segundo o tratamento de superfície.

Tratamento de superfície	n	Média	Desvio-padrão	Coeficiente de variação	Mínimo	Máximo
Cojet	29	1207,1	229,7	19	811,8	1636,0
Óxido de alumínio	29	1369,7	272,3	20	774,1	1846,4
Ponta Diamantada	27	874,4	365,4	42	272,5	1695,4
Controle	29	1196,2	284,2	24	789,5	1791,7



\*Círculo em azul representa o valor de resistência mediana.

Figura 22 – Distribuição dos valores em torno das respectivas médias (gráfico de pontos, *dotplot*) e correspondente gráfico de colunas (média) dos valores de resistência à flexão referentes às condições experimentais.

Quando a análise de variância identificou diferenças entre os valores médios dos grupos ( $p < 0,05$ ) (Tabela 2), utilizou-se o teste de Tukey HSD (5%) para detectar diferenças entre os grupos (Tabela 3).

Tabela 2 – Resultados do ANOVA 1-fator para tratamento de superfície.

Fonte de variância	Soma de Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F	p
Entre	3574807	3	1191602	14.1	0.00001*
Dentro	9286368	110	84422		
Total	1.286E+07	113			

\* $p < 0,05$

Tabela 3 – Teste de Tukey (5%).no fator tratamento de superfície (MPa).

Variável	Média	Grupos homogêneos
G1: Cojet	1207,1	A
G2: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1369,7	A
G3: PD	874,4	B
G4: Controle	1196,2	A

\*Letras diferentes significam diferença estatística.

Por meio deste teste foi possível observar que o grupo 3 (ponta diamantada; PD) apresentou diferença estatisticamente significativa em relação ao grupo controle e demais grupos experimentais. Os menores valores de média de resistência à flexão foram obtidos com este grupo. Todos os demais apresentaram valores médios superiores, em relação ao grupo controle, embora não estatisticamente significantes.

A hipótese de que os tratamentos de superfície com ponta diamantada de granulação extra-fina, jateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e silicatização afetam positivamente a resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP, foi parcialmente aceita, pois houve diminuição da resistência no grupo 3 enquanto houve um aumento não estatisticamente significativo nos demais grupos quando comparados ao grupo controle.

## 5.2 Análise de Weibull

Os resultados de Weibull são mostrados na Tabela 4 e Figura 23.

Tabela 4 – Resultado da análise de Weibull para os dados de tensão, segundo o Tratamento Superficial.

Cojet		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		PD		Controle	
m	$\sigma_0$	m	$\sigma_0$	m	$\sigma_0$	m	$\sigma_0$
6,193	1295,62	5,595	1480,43	2,539	985,322	5,247	1293,72
$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$
616,473	802,060	650,637	870,664	161,022	305,936	538,395	734,527

m = módulo;  $\sigma_0$  = resistência característica

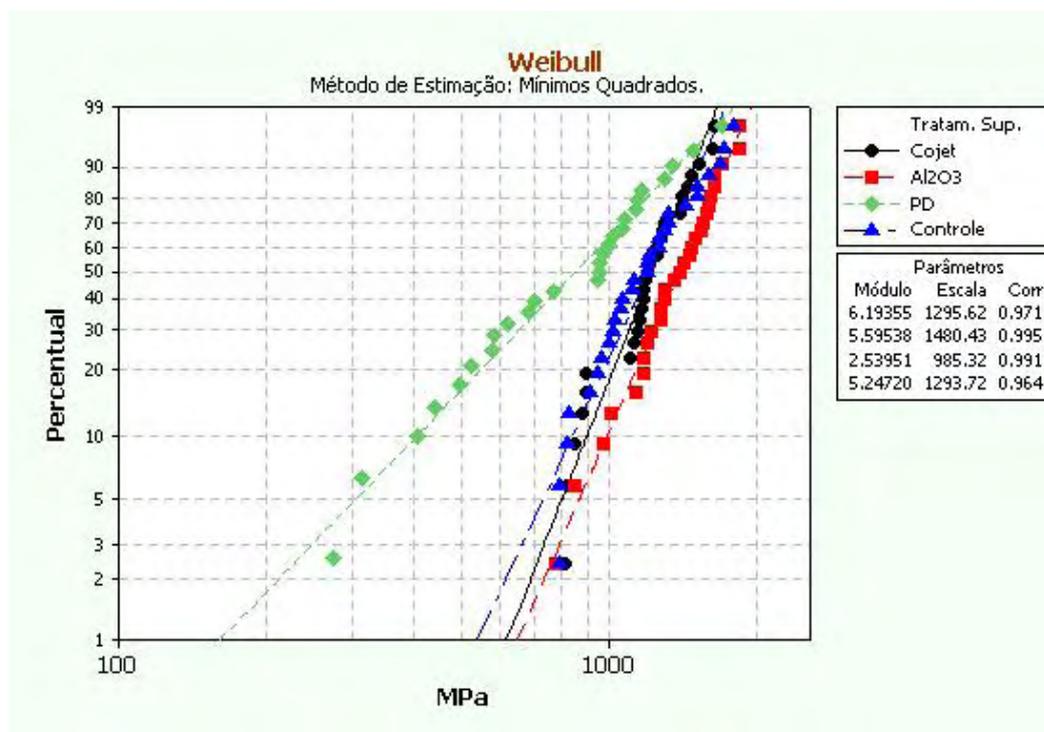


Figura 23 – Distribuição dos valores de resistência à flexão (MPa) e suas probabilidades de falhas (%).

O módulo de Weibull (m) encontrado para os grupos foi de 6,19 para G1; 5,59 para o G2; 2,53 para G3 e 5,24 para G4. Nota-se, portanto, que os grupos pelos quais as amostras foram jateadas, tanto por alumina quanto por sílica, obtiveram praticamente o mesmo módulo de

Weibull. Em outras palavras, estes grupos apresentaram melhor confiabilidade estrutural, ou seja, melhor integridade estrutural que os demais grupos.

Pode-se observar, por meio da Tabela 6, que a resistência característica ( $\sigma_0$ ) variou de 985,32 a 1480,43. Sendo o maior e menor valor encontrado nos grupos 2 e 3, respectivamente.

Adicionalmente, a resistência do material com probabilidade de falha a 1% e 5% também foram calculados, a título de curiosidade e por sua importância clínica, pois não é desejável que uma restauração tenha mais do que 5% de falhas.

A hipótese de que o maior módulo de Weibull ocorre nas amostras jateadas foi aceita.

### **5.3 Análise de Difração de Raios-X**

Os gráficos obtidos após difração de Raios-X da superfície tratadas para as amostras dos grupos controle e experimentais (jateadas e ponta diamantada) estão representadas pelas Figuras 24, 25, 26 e 27.

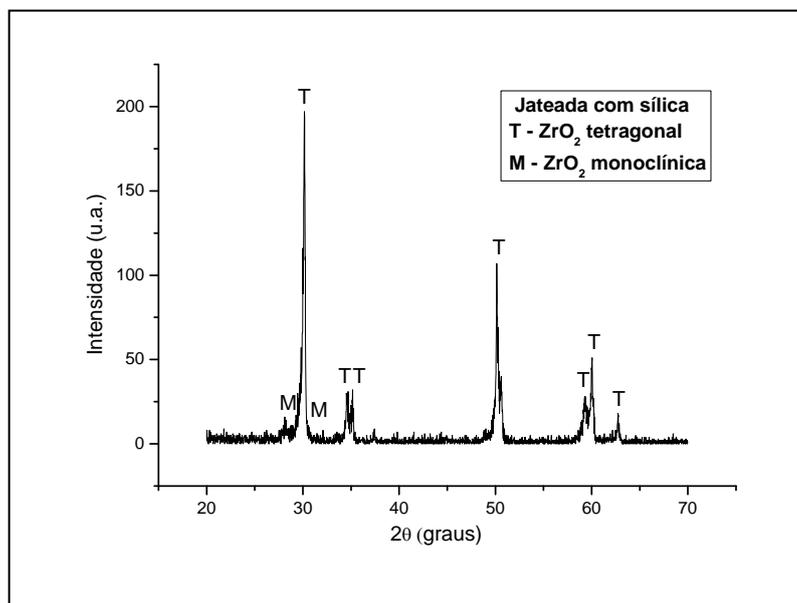


Figura 24- Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras silicizadas, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

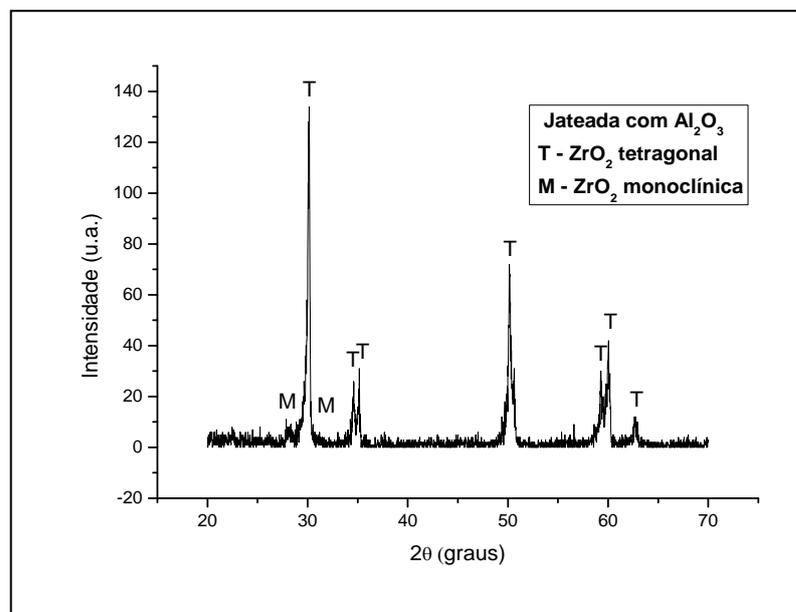


Figura 25- Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras jateadas com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

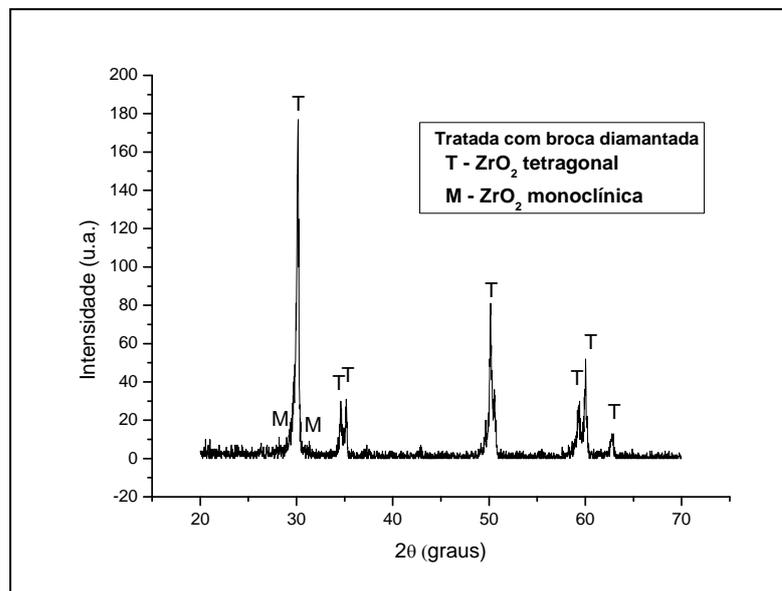


Figura 26- Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras submetidas ao tratamento com ponta diamantada FF, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

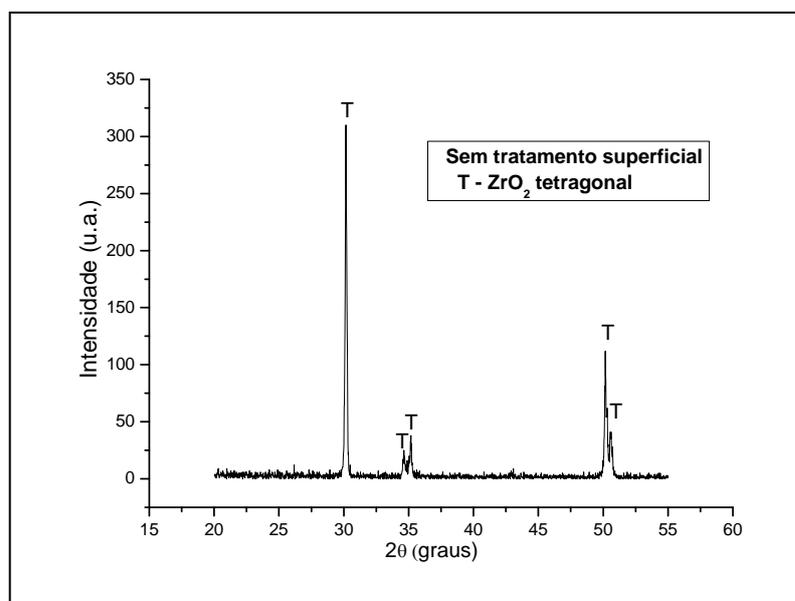


Figura 27- Gráfico obtido após difração de Raios-X realizada na amostras do grupo controle, evidenciando picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) apenas.

Para todas as amostras experimentais, podem-se observar picos característicos das fases tetragonal e monoclinica da zircônia (Figuras 24 a 26). Para a amostra sem tratamento superficial não se observaram picos da fase monoclinica, apenas se verificou os picos da fase tetragonal (Figura 27).

A Tabela 5 apresenta a fração volumétrica da fase monoclinica (FM) para as amostras de zircônia jateadas com sílica, alumina, tratadas superficialmente com broca diamantada e do grupo controle. A amostra de zircônia tratada com alumina foi a que apresentou a maior fração volumétrica de fase monoclinica em relação às demais amostras (14,46%).

Tabela 5 - Fração volumétrica de fase monoclinica (FM) (%) da zircônia nas amostras dos grupos controle e experimental.

Grupo	FM (%)
G1: Silicatização	12,32%
G2: Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14,46%
G3: Ponta diamantada FF	12,96%
G4: Controle	0%

As amostras de cerâmica sem tratamento de superfície (controle) não apresentaram fase monoclinica em sua superfície, sendo constituindo assim em 100% de zircônia tetragonal.

Por meio desses dados, pode-se observar que o grupo que apresentou maior transformação de fase (t/m) foi o grupo jateado com alumina seguido do grupo tratado com ponta diamantada e por último, silicatização.

Portanto, a hipótese de que os tratamentos de superfície permitem a transformação de fase (t/m) da zircônia foi aceita.

Comparando-se os valores de FM com os valores de média de resistência à flexão, percebe-se que os grupos cujos valores de resistência foram mais altos, não necessariamente tiveram maior transformação de fase (t/m).

Por isso, a hipótese de que quanto maior a transformação de fase (t/m) maior o valor de resistência à flexão foi negada.

A profundidade da zona de transformação (PZT) calculada após obtenção dos valores de FM nas amostras dos grupos experimentais e controles, está apresentada na Tabela 6.

Observou-se, que a PZT variou de 0,66 a 0,79  $\mu\text{m}$  entre os grupos, sendo os maiores valores obtidos nas amostras jateadas com alumina.

Por meio dos resultados acima, a hipótese de que os maiores valores de PZT seriam encontrados nas amostras tratadas por ponta diamantada foi rejeitada.

Tabela 6 - Profundidade da zona de transformação da zircônia ( $\mu\text{m}$ ) nas amostras dos grupos experimentais e controle

Grupo	Profundidade da zona de transformação (PZT)
G1: Silicatização	0,66
G2: Jateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,79
G3: Ponta diamantada FF	0,70
G4: Controle	0

## 5.4 Análise do padrão superficial

### 5.4.1 Perfilometria óptica

As médias dos valores de rugosidade média (Ra) em micrometro ( $\mu\text{m}$ ) estão apresentadas na Tabela 7 e a geometria tridimensional da superfície das amostras está representada pelas Figuras 28, 29, 30 e 31.

Tabela 7 – Valores de rugosidade média ( $\mu\text{m}$ )

Grupo	Rugosidade média ( $\mu\text{m}$ )
G1: Silicatização	0,651
G2: Jateamento com $\text{Al}_2\text{O}_3$	0,829
G3: Ponta diamantada FF	0,934
G4: Controle	0,897

Analisando-se os valores das médias, observa-se que a rugosidade dos grupos jateados com sílica e com alumina foi menor do que o grupo controle e que o grupo tratado com ponta diamantada de granulação extra-fina obteve valores de rugosidade maiores que o grupo controle.

A análise qualitativa da perfilometria, por meio da geometria tridimensional da superfície das amostras revelou um aumento do padrão de rugosidade na superfície das amostras submetidas ao tratamento com ponta diamantada de granulação extra-fina. A escala de cor ao lado da figura permite uma adequada visualização da rugosidade da superfície na medida em que a cor verde representa o zero da escala,

cor azul representa valores abaixo da escala zero, ou seja, vales ou depressões enquanto a cor vermelha indica valores acima da escala zero, ou seja, picos.

Tendo a figura 31, referente ao grupo controle, como padrão de comparação dos demais grupos, observa-se, nesta figura, a presença de picos e vales denunciando irregularidades na superfície. Comparando-se essa figura com a figura 28, parece que os vales assim como os picos, respectivamente, tiveram sua profundidade e altura diminuídas. O mesmo padrão parece ocorrer na figura 29, porém há a presença de vales mais profundos quando comparados com a figura 28. A figura 30 apresenta picos bem elevados e a presença de um vale profundo, denunciando maiores variações de rugosidade que os demais grupos.

Por meio dos resultados obtidos, a hipótese de que os maiores valores de rugosidade seriam encontradas em amostras tratadas com ponta diamantada foi aceita.

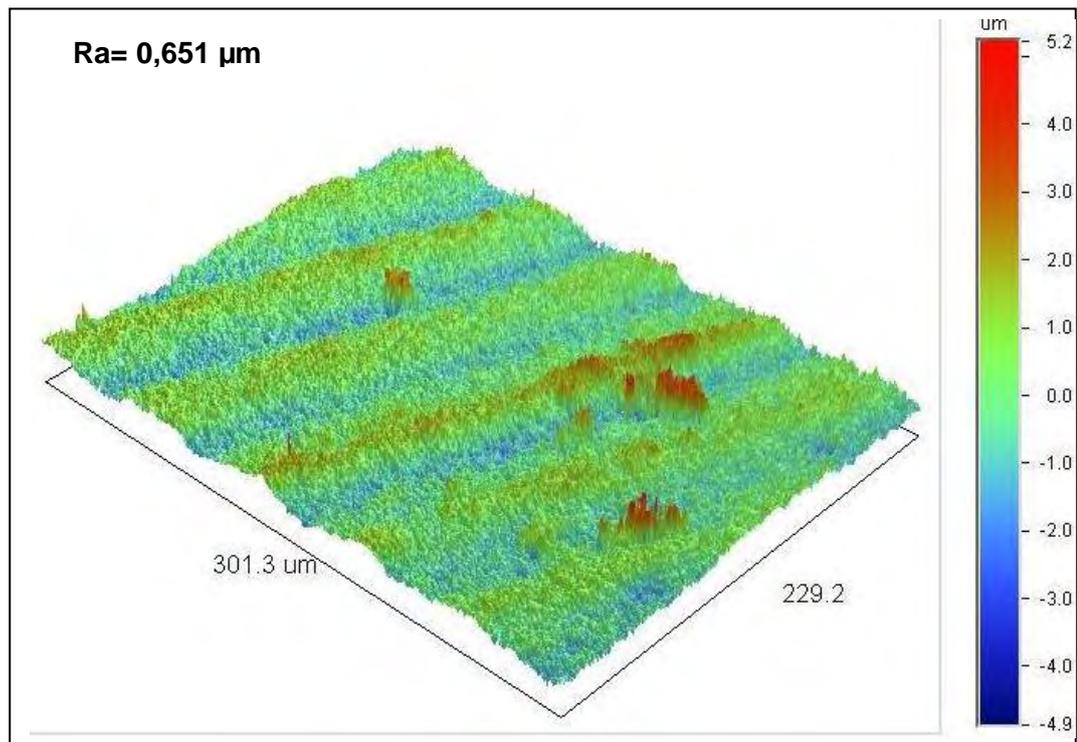


Figura 28 - Padrão de rugosidade superficial do G1, observado por meio de perfilometria.

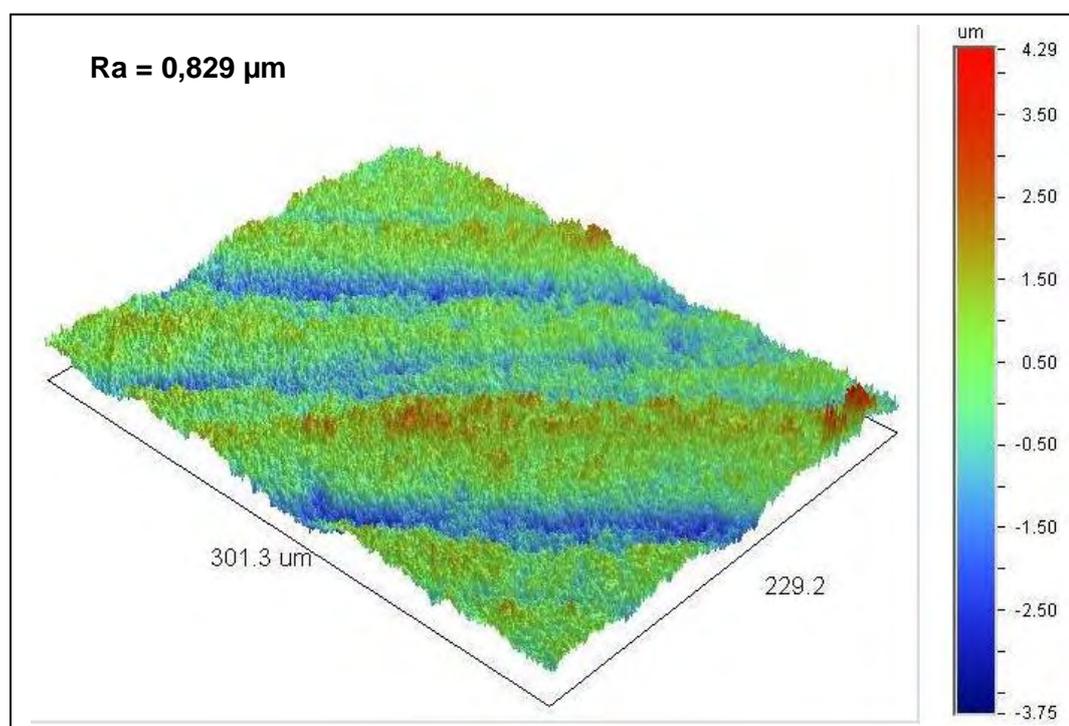


Figura 29 - Padrão de rugosidade superficial do G2, observado por meio de perfilometria.

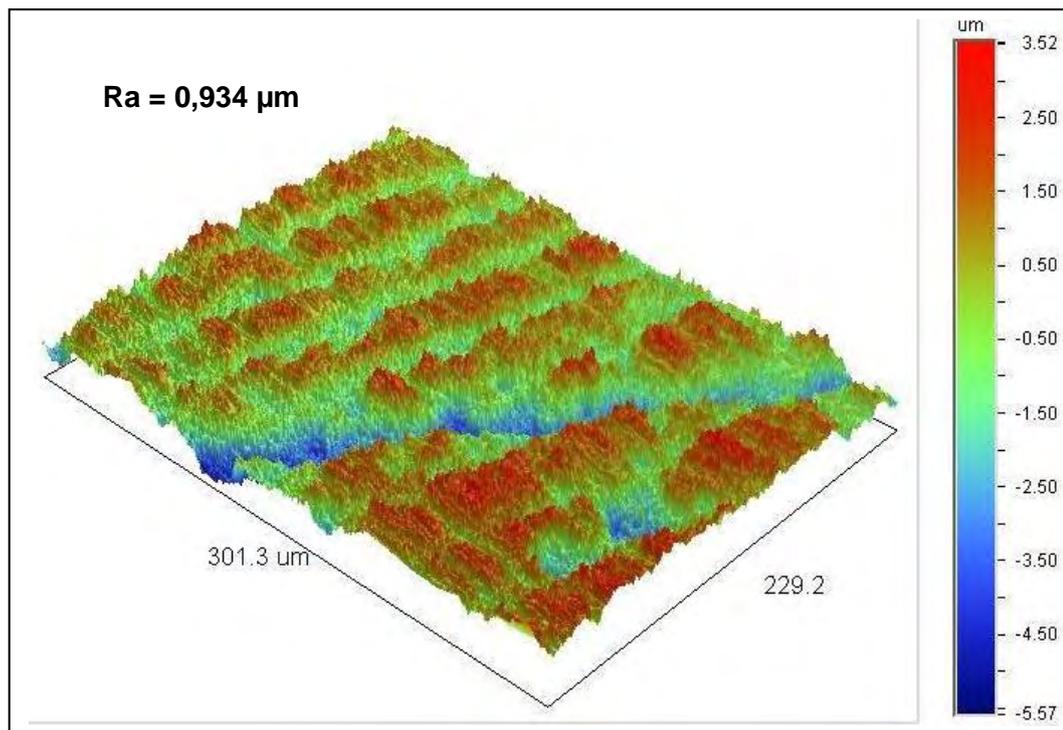


Figura 30- Padrão de rugosidade superficial do G3, observado por meio de perfilometria.

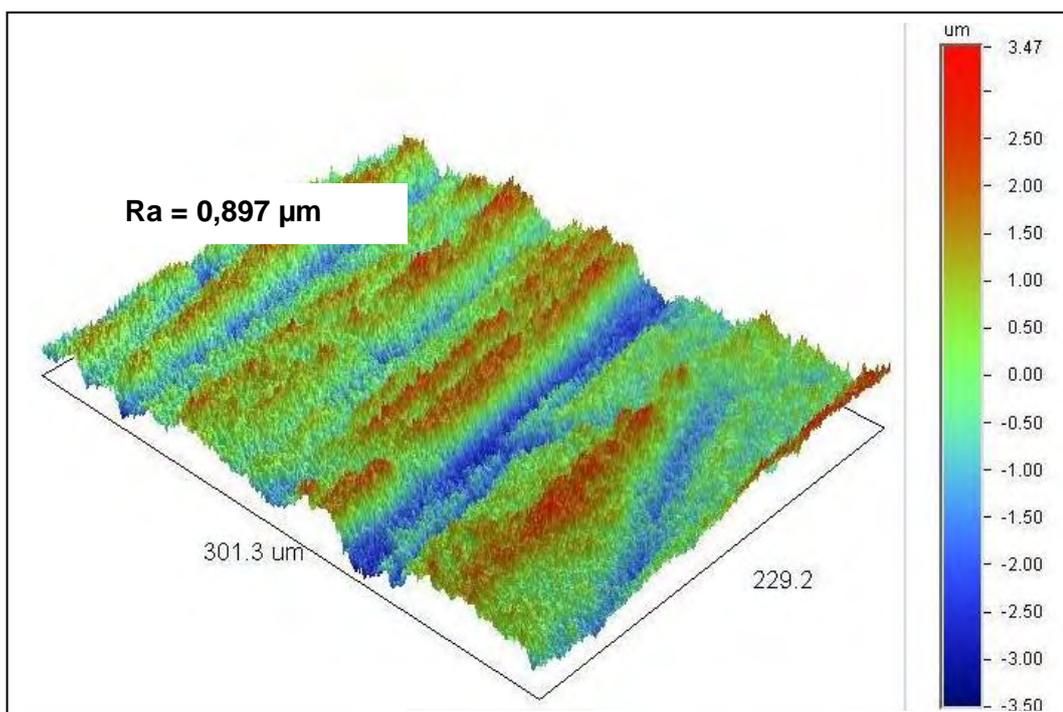


Figura 31- Padrão de rugosidade superficial do G4, observado por meio de perfilometria.

#### 5.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

As eletromicrografias e respectivas análises EDS estão representados nas figuras 32, 33, 34 e 35. Pode-se observar que a topografia de todos os grupos foi bem diferente entre si. Nas amostras submetidas ao jateamento e principalmente, naquelas submetidas ao uso de pontas diamantadas, houve uma evidente visualização de alterações superficiais na cerâmica de Y-TZP quando comparadas à superfície do grupo controle.

Observa-se no grupo 1 que a silicatização promoveu deposição de sílica formando um padrão de rugosidade “homogênea” sobre a superfície da Y-TZP quando comparado ao grupo 2. Neste grupo é observada a presença de algumas fendas na superfície, sugerindo o jateamento com alumina ser um procedimento agressivo à superfície da zircônia. No grupo tratado com ponta diamantada (grupo 3), o padrão superficial é bem diferente em relação aos demais haja visto que esse procedimento, ao invés de promover deposição sobre superfície, permite a subtração por meio de desgaste. São observadas ranhuras no sentido do longo eixo da amostra. Levando-se o grupo controle em consideração, observa-se uma superfície granular e homogênea.

Os componentes químicos encontrados no EDS confirmaram a presença dos seguintes elementos químicos (% em peso): G1: Al (1,56%), Si (3,31%), Zr (66,61%) e O (28,52%); G2: Al (1,15%), Zr (72,42%) e O (26,43%); G3 e G4: Zr (74,03%) e O (25,97%).

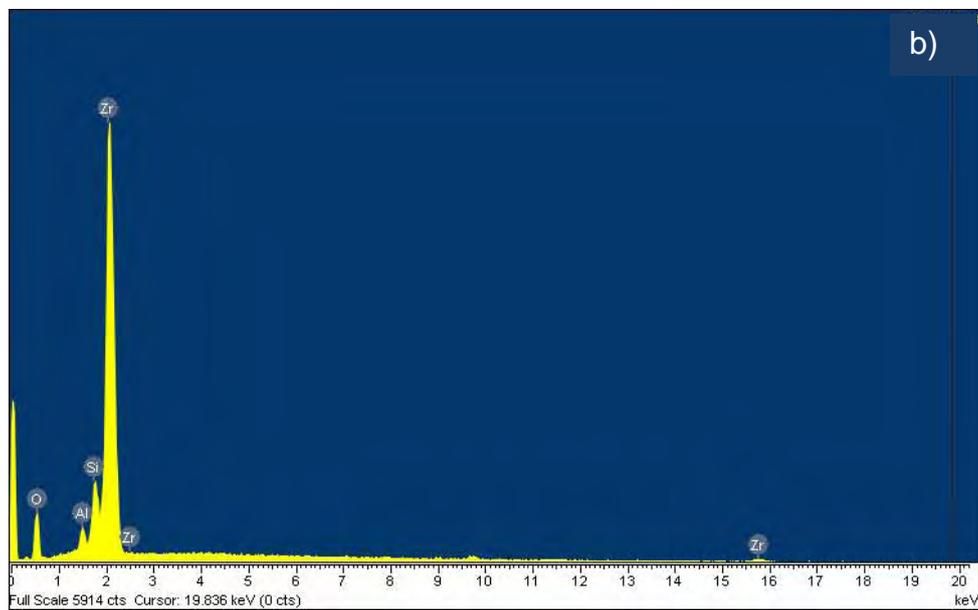
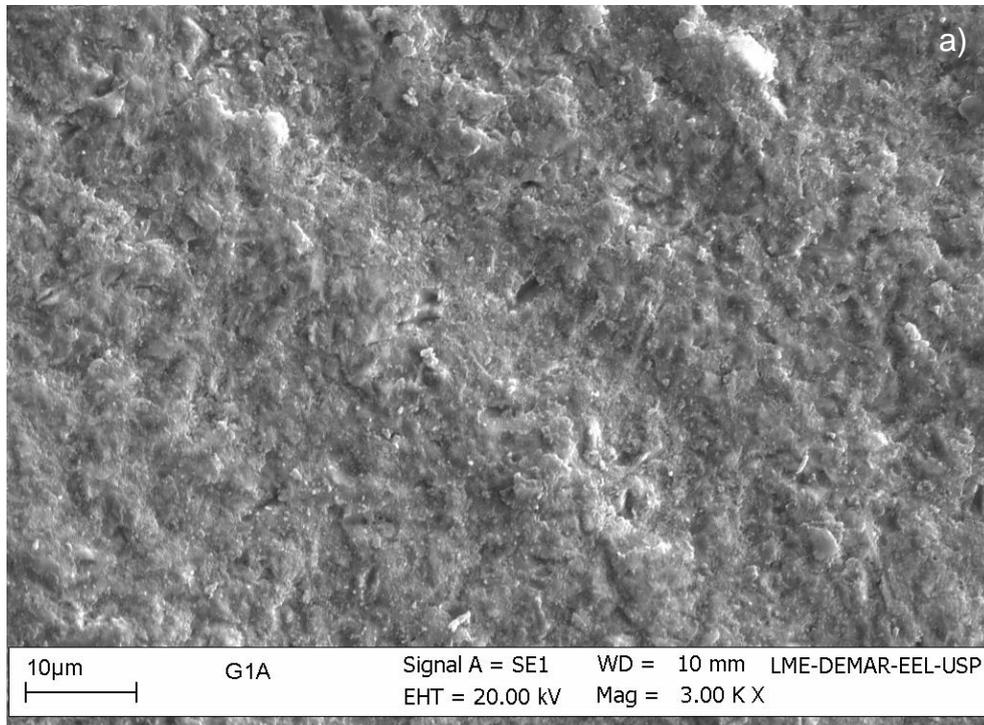


Figura 32 - a) Eletromicrografia topográfica do G1 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Al (1,56%); Si (3,31%); Zr (66,61%) e O (28,52%).

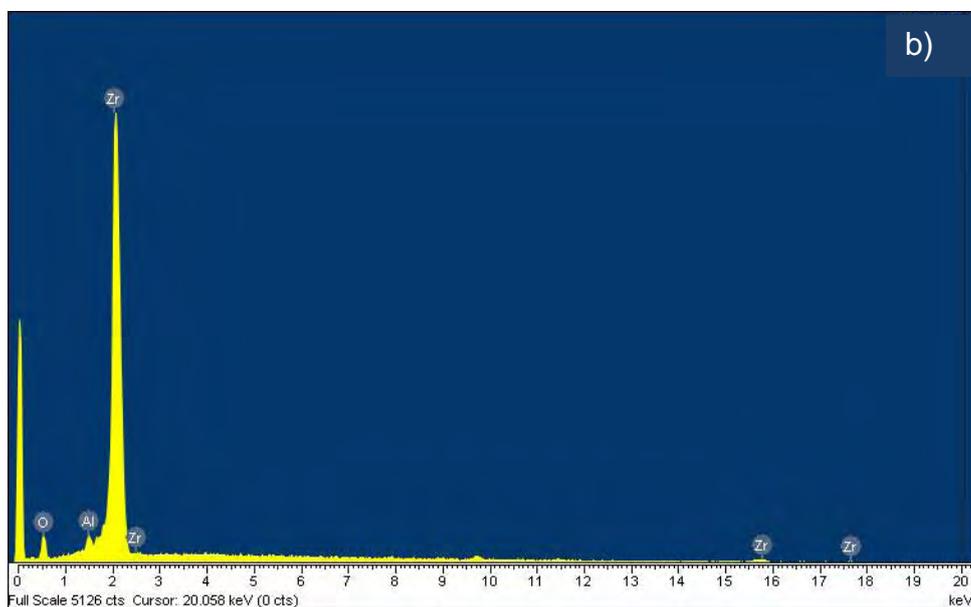
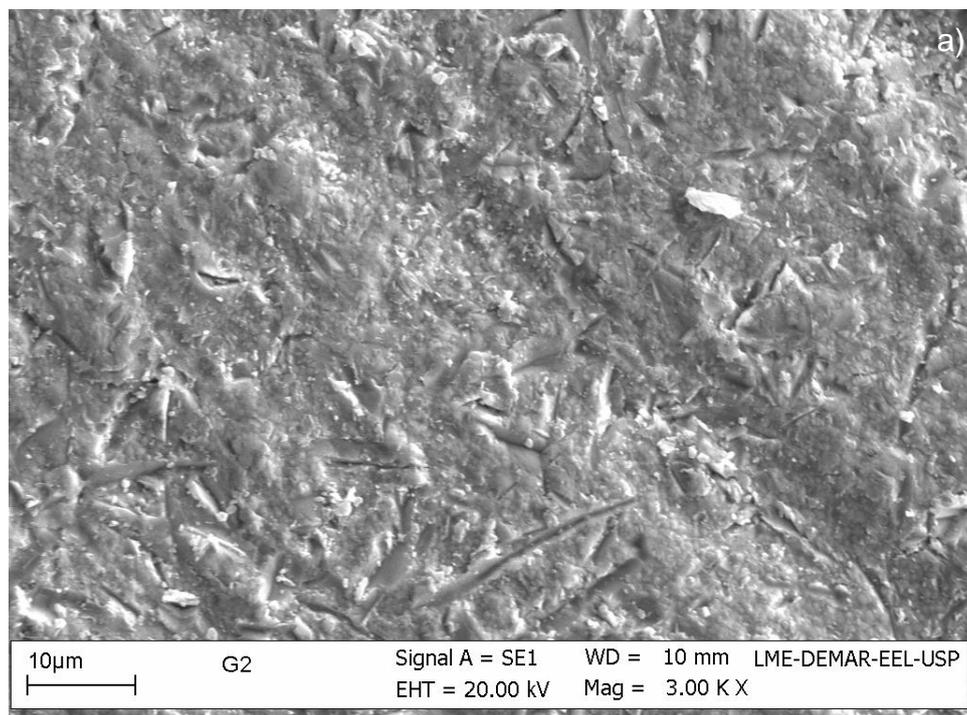


Figura 33 – a) Eletromicrografia topográfica do G2 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Al (1,15%); Zr (72,42%) e O (26,43%).

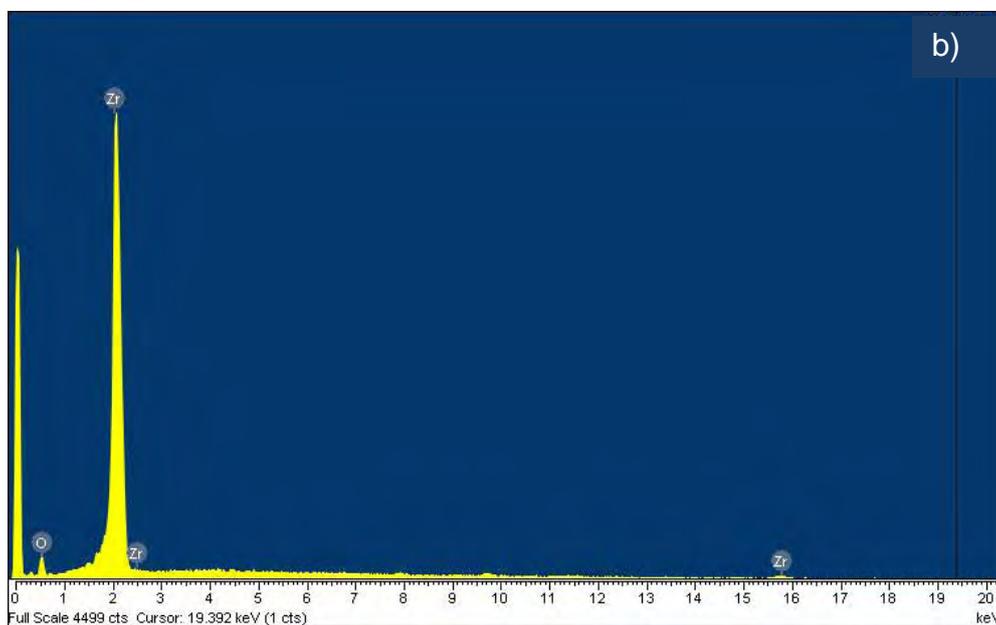
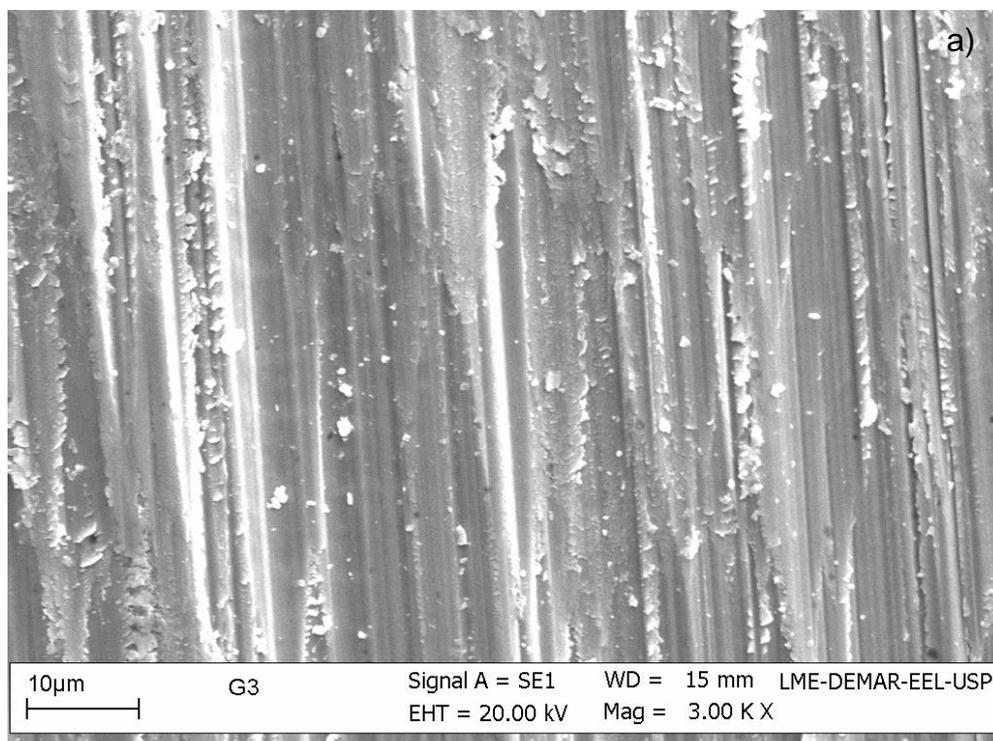


Figura 34 - a) Eletromicrografia topográfica do G3 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Zr (74,03%) e O (25,97%).

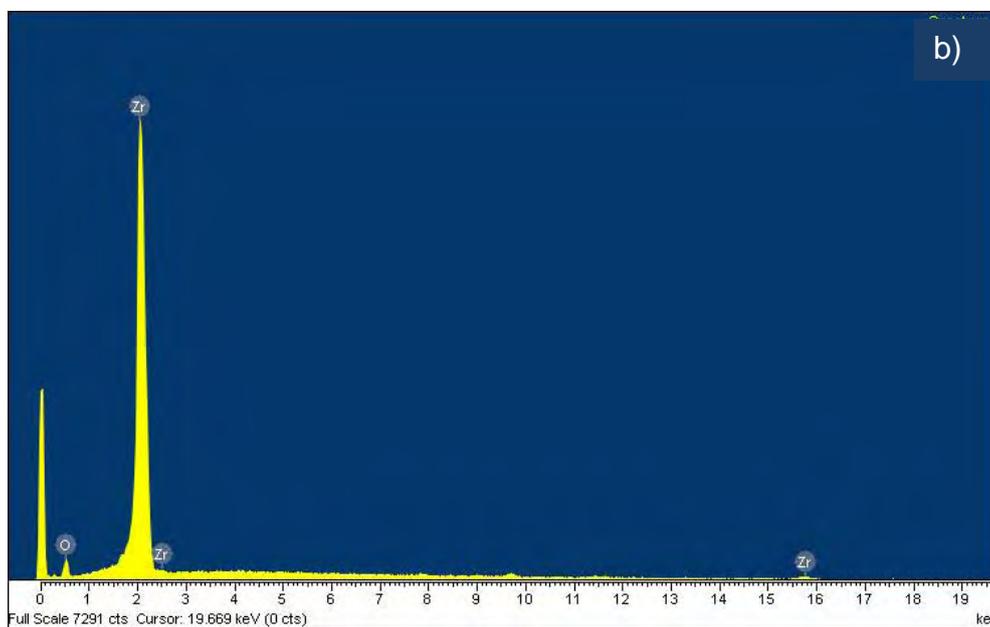
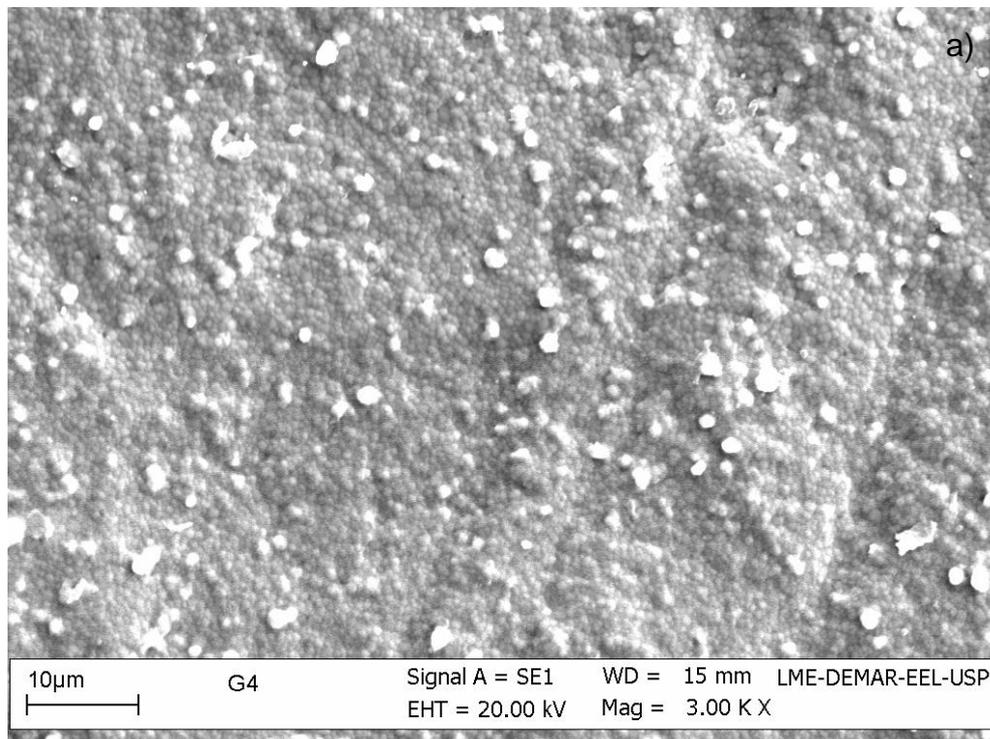


Figura 35 - a) Eletromicrografia topográfica do G4 com 3000x de aumento; b) EDS confirmando a presença e a porcentagem em peso dos seguintes elementos químicos: Zr (74,03%) e O (25,97%).

Com o intuito de melhor visualizar os resultados obtidos, os valores mais relevantes obtidos neste estudo estão resumidos na tabela 8.

Tabela 8 – Resumo dos valores mais representativos obtidos neste estudo.

Grupo	$\sigma_F$ (MPa)	(m)	FM %	PZT	Ra ( $\mu\text{m}$ )
G1	1207,1	6,19	12,32	0,66	0,651
G2	1369,7	5,59	14,46	0,79	0,829
G3	874,4	2,53	12,96	0,70	0,934
G4	1196,2	5,24	0	0	0,897

De uma forma geral, percebe-se que o grupo 2 (jateamento com alumina) obteve os maiores valores de resistência à flexão, maior transformação de fase (t/m) e maior PZT. Os maiores valores de rugosidade foram encontrados no grupo 3, porém apresentou o menor módulo de Weibull.

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 Importância da pesquisa

O aumento da demanda por restaurações estéticas pelos pacientes tem contribuído para o aumento da utilização de materiais restauradores estéticos. Novas tecnologias e materiais continuam sendo desenvolvidos na busca de restaurações imperceptíveis, como as *metal free*, as quais facilitam ao ceramista devolver as propriedades ópticas semelhantes ao dente natural, principalmente com relação a sua cor (valor e saturação) e translucidez (translucência) (Miyashita et al., 2004).

Essas restaurações confeccionadas em dentes posteriores devem suportar cargas oclusais que variam de 150 a 665 N (Jemt et al., 1979; Ferrario et al., 2004). As cerâmicas de infra-estrutura devem ser capazes de suportar as tensões mastigatórias, pois são elas que ditam a resistência da restauração em detrimento das cerâmicas de cobertura (Guazzato et al., 2004b). Portanto, as cerâmicas à base de zircônia são utilizadas na região de maior carga mastigatória, pois ao receberem tensões, permitem a transformação de fase (t/m) tornando o material mais resistente a fraturas.

Os procedimentos pré-cimentação, quando da utilização de cerâmicas ácido-resistentes, como jateamento com alumina, silicatização e asperização com pontas diamantadas são necessários para otimizar a união entre a superfície da restauração cerâmica e agentes de cimentação resinosos.

Na literatura existem controvérsias em relação a esses procedimentos. Portanto, o presente estudo foi desenvolvido baseando-se

na necessidade de melhor compreender a influência dos tratamentos de superfície na resistência mecânica de Y-TZP no momento da cimentação.

## **6.2 Tratamento de superfície e resistência à flexão**

Durante o ensaio mecânico algumas amostras foram perdidas, pois o software acoplado à máquina de ensaio universal apresentou falhas. Por isso, apesar de inicialmente existirem 30 cp por grupo, no final da pesquisa houve 29 cp por grupo, exceto no grupo 3 que restaram 27 amostras.

Apesar da relação entre as propriedades mecânicas da cerâmica e seu desempenho clínico serem influenciados por muitas variáveis, algumas propriedades como a resistência à flexão, tem sido os primeiros parâmetros para se determinar o potencial clínico e as limitações dessas cerâmicas. Os dados obtidos por esse ensaio geralmente apresentam uma distribuição assimétrica, devido aos defeitos incorporados durante o processamento deste material.

O jateamento é um procedimento bastante utilizado para melhorar a união entre a superfície cerâmica e o cimento resinoso (Michida et al., 2003). Utilizou-se de jateamento com alumina com 44  $\mu\text{m}$ , pois além de ser a menor granulação existente no mercado, estudo de Wang et al., em 2008 demonstrou que o jateamento com partículas menores resultam em aumento da resistência da Y-TZP enquanto o uso de alumina com 120  $\mu\text{m}$  enfraquece o material. Os resultados encontrados no presente estudo revelaram que o jateamento com alumina aumentou a resistência à flexão da Y-TZP. Corroborando com os resultados de Kosmac et al. (1999), Kosmac et al. (2000), Sato et al. (2008), Souza et al. (2009), Papanagiotou et al. (2006) e Karakoca et al. (2009). Em contrapartida, Souza et al., (2008) relataram aumento

significativo da resistência mecânica de uma cerâmica de Y-TZP após jateamento com  $\text{SiO}_2$  30  $\mu\text{m}$  (1.266,3 MPa) e 110  $\mu\text{m}$  (1.170 MPa) em relação ao grupo jateado com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (915,2 MPa).

De acordo com Kosmac et al. (2000) o jateamento com alumina é um processo mais sutil de introdução de defeitos na superfície que não prejudica a resistência da Y-TZP. Contrariamente, Zhang et al. (2004), Curtis et al. (2006) e Zhang et al. (2006) verificaram que o jateamento diminui a resistência à flexão dessas cerâmicas. Possivelmente o fator que explica esse antagonismo de resultados, baseia-se no modo como é realizado o jateamento. Os protocolos de jateamento não são padronizados entre as pesquisas. Portanto, muitas variáveis podem ser introduzidas tornando complexas as comparações entre elas. A pressão, distância, tempo, angulação de jateamento e granulação da partícula podem interferir nos resultados embora Souza et al. (2009) tenham avaliado que o efeito do tipo de partícula e diferentes pressões de jateamento não interferem na resistência à flexão biaxial de Y-TZP. Porém, mais estudos são necessários para confirmar esses resultados.

É provável que um ou mais desses fatores tenham contribuído para a variação de resultados entre essas pesquisas. Neste estudo, o valor de resistência à flexão dos grupos jateados não foi significativo em relação ao grupo controle, provavelmente devido ao impacto do jateamento ter causado danos à superfície, demonstrado nas eletromicrografias, levando a formação de microtrincas formando pontos de fragilidade (Curtis et al., 2006) e, conseqüentemente, diminuindo a resistência do material se não fosse a característica de transformação de fase da zircônia. Por outro lado, sabe-se que a transformação de fase gerada pelo jateamento, formando uma área de tensão compressiva, tem a capacidade de aumentar a resistência à flexão desse tipo cerâmica. Porém, parece haver um ponto limítrofe. Até certo ponto o jateamento poderia ter a capacidade de aumentar a resistência desse material, porém

a partir de um certo momento, à medida que o jateamento com alumina vai sendo realizado, maior quantidade de defeitos microestruturais na superfície poderiam ser introduzidos fazendo com que a tensão da transformação de fase fosse quase ou até mesmo superada pela grande quantidade de pontos de fragilidade levando à diminuição da resistência da cerâmica à base de zircônia nos ensaios de flexão. Em outras palavras, se a introdução de defeitos causados pelo jateamento exceder o efeito de contrabalanço da tensão compressiva na superfície, ou por introdução de microtrincas ou por transformação de fase (Kosmac et al., 1999; Kosmac et al., 2000), os valores de resistência à flexão do material pode diminuir. Por esta razão, encontrou-se na literatura resultados completamente opostos com relação ao protocolo de jateamento. Em estudos de Zhang et al. (2004), percebe-se que o jateamento causou danos na superfície de Y-TZP de até 4  $\mu\text{m}$  de profundidade e quando essa cerâmica foi submetida à cargas cíclicas e dinâmicas houve diminuição da resistência à flexão. Portanto, apesar da ciclagem mecânica não ter sido avaliada neste estudo, pois a proposta foi avaliar a resistência da Y-TZP no momento da cimentação, é provável que em condições clínicas, onde o material é exposto à ciclagem térmica e mecânica em um ambiente aquoso quimicamente ativo por um período prolongado, os defeitos causados pelo impacto do jateamento podem se tornar intensificadores de tensão, facilitando o início de fratura em baixos níveis de tensão (Kosmac et al., 2000).

O sistema Cojet é composto de jateamento com partículas de alumina modificadas por sílica, que promove rugosidade superficial e cobertura de sílica para união ao cimento resinoso via agente de ligação silano (Blixt et al., 2000). Essa reação produz uma alta temperatura de contato que impregna as partículas ou camada de sílica na superfície cerâmica (Haselton et al., 2001). Neste estudo, o jateamento com partículas de sílica, não promoveu aumento significativo da resistência à flexão, apesar dos valores obtidos serem mais altos que os do grupo

controle, corroborando com o estudo de Karakoca et al. (2009). As mesmas condições de jateamento com alumina e sílica foram realizadas nesta pesquisa apesar do tamanho da partícula de sílica ser menor (30  $\mu\text{m}$ ). Talvez isso explique uma pequena diferença de valores de resistência quando comparados ao óxido de alumínio. A partícula de sílica utilizada foi menor do que a partícula de alumina (44  $\mu\text{m}$ ). Uma partícula menor causaria menos danos à superfície cerâmica levando à menor incorporação de defeitos na estrutura e, conseqüentemente, apresentaria maiores valores do módulo de Weibull e maiores valores de resistência à flexão.

Com relação ao outro tratamento de superfície utilizando-se de pontas diamantadas, limitou-se ao uso de pontas diamantadas de granulação extra-fina, uma vez que estudos anteriores mostraram a utilização de ponta diamantada de granulação mais fina ser favorável na resistência da zircônia (Kosmac et al, 1999; Guazzato et al, 2005; Curtis et al., 2006). Contrariamente a esses autores, neste estudo, a utilização manual de ponta montada de granulação fina foi prejudicial na resistência à flexão de Y-TZP, atingindo valores de 874,4 MPa, significantes, em relação ao grupo controle corroborando com estudos de Denry e Holloway (2006) e Wang et al. (2008). Adicionalmente, torna-se difícil comparar valores de resistência à flexão, com a utilização de ponta diamantada, uma vez que a pressão exercida, granulação, volume de água para refrigeração, rotações por minuto variam de um estudo para outro. Nesta pesquisa, o desgaste na superfície ocorreu paralelo ao longo eixo da amostras, pois além da praticidade, de acordo com Guazzato et al. (2005) não há diferença significativa quando a amostra é desgastada no sentido perpendicular do seu longo eixo.

A técnica de desgaste manual com ponta diamantada é um processo considerado mais agressivo que o jateamento resultando em considerável remoção de mais material e geração de altos níveis de tensão. (Kosmac et al., 1999). Estudos prévios (Swain et al., 1985;

Guazzato et al., 2004c) têm mostrado resultados conflitantes no aumento da resistência à flexão, tenacidade e diminuição da confiabilidade das restaurações.

A resistência à flexão pode ser calculada por teste de flexão biaxial, 3-pontos e 4-pontos. No teste de flexão biaxial, um disco tem carga aplicada sobre seu centro, por essa razão, a probabilidade de falhas causadas por defeitos nas bordas é reduzida (Anusavice et al., 2007). Ou seja, defeitos nas bordas, que provavelmente levam à falhas prematuras, têm menor influência. Parece haver, neste teste, uma eliminação de defeitos não condizendo, muitas vezes, com a condição clínica existente. No teste de flexão de 3-pontos, uma força central não-uniforme é aplicada, enquanto no ensaio de flexão de 4-pontos a tensão é uniforme entre os dois *rollers* superiores. Na realidade, os resultados dos testes de flexão de 3-pontos e 4-pontos são correlacionados (Jin et al., 2004) sendo os maiores valores de resistência encontrados nos testes de flexão de 3-pontos e menores valores de resistência encontrados no teste de flexão de 4-pontos. A diferença nos resultados de flexão dos diferentes tipos de testes pode ser explicada pelo seguinte: a resistência à flexão obtida por meio do teste de 4-pontos é geralmente menor porque a probabilidade de se encontrar uma trinca na superfície entre os dois *rollers* de carga é maior do que na área limitada por apenas um *roller* no teste de flexão de 3-pontos. Essa condição não iria mascarar possíveis defeitos não inclusos nos demais testes citados acima. Por isso, de acordo com estudos de Fischer et al., 2008, quando o resultado de uma pesquisa científica é pretendido, o teste de flexão de 4-pontos deve ser preferido. Por essas razões, o teste de flexão de 4-pontos foi realizado nesta pesquisa.

Com relação ao ambiente do teste, diversos estudos têm relatado que quando uma amostra cerâmica é fraturada estando imersa em água, ocorre uma diminuição significativa da resistência mecânica do material (Morena et al., 1986; Kelly, 1995). Sherrill e O'Brien (1974)

demonstraram em seu estudo que quando cerâmicas feldspáticas e à base de alumina foram fraturadas imersas em água, a resistência desses materiais diminuiu em 30%. Este processo de degradação da cerâmica em ambiente aquoso é explicado pela corrosão da cerâmica pela molécula de água, envolvendo o crescimento de pequenas falhas pré-existentes (Morena et al., 1986). Por isso, nesta pesquisa, o ensaio de flexão foi avaliado em ambiente aquoso, simulando algumas das condições da cavidade bucal, seguindo as recomendações na norma ISO 6872.

### **6.3 Análise de Weibull**

A confiabilidade de resistência e variabilidade de materiais devem ser estudadas na medida em que as tensões de falhas de materiais frágeis são estatisticamente distribuídas em função da distribuição de tamanho de defeitos no material (Della Bona et al., 2003).

A análise de Weibull é um método estatístico comumente empregado para se estudar a confiabilidade de resistência e variabilidade do material. Os principais parâmetros envolvidos nesta análise são o módulo de Weibull ( $m$ ) e a resistência característica ( $\sigma_0$ ). Altos valores do módulo de Weibull indicam distribuição menor de defeitos e melhor a confiabilidade estrutural. (Della Bona et al., 2003). Contrariamente, menores valores de ( $m$ ) correspondem à larga distribuição de defeitos (Roebben et al., 2003; Oblak et al., 2004). Ou ainda, de acordo com Guazzato et al. (2005) podem indicar poucos defeitos críticos ou que os defeitos críticos estão localizados em áreas de menor tensão.

A maioria das cerâmicas tem valores de ( $m$ ) entre 5 e 15 (Johnson, 1983). Neste estudo, após a Y-TZP ter sido submetida ao tratamento de superfície os valores de ( $m$ ) variaram de 2,65 a 6,04. Uma

possível explicação para esses valores um pouco baixos do módulo de Weibull se dá pelo fato das mostras não terem sido polidas após o seu processamento. O processo de polimento reduz os defeitos de superfície das amostras e por isso, as mesmas não foram polidas no intuito de simular as condições da cerâmica assim que chegam do laboratório de prótese para o cirurgião-dentista em sua atividade clínica. O grupo tratado com ponta diamantada apresentou  $(m)=2,65$ , menor do que o grupo controle  $(m)=4,58$ , indicando que este tipo de tratamento de superfície induz a maiores quantidades de defeitos críticos afetando a confiabilidade e desempenho clínico dessa cerâmica. Essa análise reforça os resultados de resistência à flexão do material que obteve o menor valor entre os grupos estudados. Por outro lado, o  $(m)$  para os grupos jateados foram bem próximos entre si, sendo 6,04 para o grupo jateado com alumina e 5,98 para o grupo jateado com sílica. Esses valores foram maiores do que o grupo controle, verificando que o procedimento de jateamento, apesar de introduzir defeitos na superfície, de certo modo também remove material cerâmico diminuindo a quantidade de defeitos na superfície. O mais importante é que apesar do jateamento ( $Al_2O_3$ ) ser danoso à superfície a camada de tensão compressiva não foi superada por este procedimento justificando o aumento dos valores de resistência à flexão nas amostras jateadas. Portanto, pelo  $(m)$  mais alto neste estudo, os protocolos de jateamento com alumina e sílica são mais confiáveis do que a utilização de ponta diamantada de granulação extra-fina.

Em geral, análise de Weibull pode ser influenciada pelo processamento, microestrutura, distribuição de defeitos e do grau de acabamento superficial das cerâmicas. Apesar dos altos valores de resistência à flexão obtidos nesta pesquisa, os módulos de Weibull foram considerados baixos para este tipo de cerâmica após o tratamento de superfície. Portanto, a análise isolada dos valores de resistência à flexão deve ser realizada com cautela, pois pode não caracterizar as propriedades da cerâmica adequadamente.

## 6.4 Difração de Raios-X

No presente estudo, os padrões de difração de raios X das superfícies tratadas identificaram transformação de fase (t/m). Essa observação foi similar aos estudos de Kosmac et al. (1999); de Kler et al. (2007); Guazzato et al. (2005) e Souza et al. (2009). Essa transformação de fase é responsável pela tensão compressiva dificultando a propagação de trincas e aumentando a tenacidade da zircônia. Nesta pesquisa o grupo com maiores valores de (t/m) foi o grupo jateado com alumina (14,46%), seguido do tratamento com ponta diamantada de granulação fina (12,96%) e jateamento com sílica (12,32%). Nenhum pico de fase monoclinica foi encontrado no grupo controle. Resultados similares foram encontrados nos estudos de Papanagiotou et al. (2006). A composição de fase monoclinica da Y-TZP encontrada neste estudo também está de acordo com os estudos de Kosmac et al. (1999); Kosmac et al. (2000); Chai et al. (2007); Guazzato et al. (2005).

Entre as amostras jateadas, houve maior transformação de fase para o grupo jateado com alumina do que com sílica. Um fator que poderia explicar o ocorrido está no fato da partícula de alumínio ser um pouco maior (44  $\mu\text{m}$ ) do que a partícula de óxido de alumínio revestida por sílica (30  $\mu\text{m}$ ). Provavelmente, o fator, superfície de partícula, pode estar influenciando os resultados, pois apesar da utilização de mesma pressão, distância, angulação e tempo de jateamento, houve diferenças entre os grupos jateados. Apesar de Souza et al. (2009) não terem encontrado diferença significativa entre o tipo e tamanho de partícula no protocolo de jateamento, é provável que a superfície da alumina seja mais agressiva do que a superfície de sílica. Como consequência, levando à maior transformação de fase e, por isso mesmo, aos maiores valores de resistência à flexão que os demais grupos.

Com relação à profundidade da zona de transformação, o grupo jateado com alumina alcançou maiores profundidades (0,79  $\mu\text{m}$ ) seguido de ponta diamantada (0,70  $\mu\text{m}$ ) e jateamento com sílica (0,66  $\mu\text{m}$ ). Pelos mesmos motivos citados acima, a partícula de alumina pode ser mais danosa à superfície da zircônia gerando maior tensão compressiva em profundidade. Porém, o jateamento com alumina não parece exceder a espessura da camada compressiva e essa observação pode explicar o aumento da resistência à flexão das amostras jateadas. No caso da ponta diamantada, à medida que a mesma vai sendo deslizada sobre a superfície cerâmica, além da remoção grande parte de zircônia que sofreu tensão de compressão, o provável calor gerado pelo atrito, apesar do uso de refrigeração, pode ter contribuído pelo valor intermediário de PZT. Se houve formação de calor, provavelmente ocorreu a transformação reversa de fase (m/t) causando um relaxamento da zona de tensão compressiva, o que poderia explicar os baixos valores de resistência à flexão neste grupo. É provável que a espessura da camada compressiva foi excedida. Os estudos de Papanagiotou et al. (2006) corroboram com estes resultados. Diferentemente do jateamento com sílica, cujo procedimento é mais sutil, os menores valores de PZT foram encontrados neste grupo.

É importante observar que à medida que a transformação de fase (t/m) ocorre em profundidade, defeitos internos podem se tornar críticos, afetando a resistência à flexão e as propriedades mecânicas do material.

### **6.5 Padrão superficial (Perfilometria e MEV)**

Por meio dos resultados de perfilometria foi possível observar que os valores de rugosidade média dos grupos jateados

diminuíram em relação ao grupo controle. O mesmo resultado foi encontrado nos estudos de Curtis et al. (2006) que verificaram que o jateamento com alumina, independente do tamanho da partícula diminui a rugosidade superficial quando comparada com o grupo controle. Uma possível explicação para esse fato se dá na medida em que estes autores, assim como neste estudo, utilizaram-se de amostras imediatamente após chegarem do laboratório, ou seja, saíram do processo de usinagem pelo sistema CAD/CAM e foram sinterizadas, não sendo submetidas ao processo de polimento. Esse procedimento foi realizado com o intuito de simular as reais condições que ocorrem nos laboratórios de prótese. Estes, geralmente, não realizam qualquer tipo de acabamento/polimento na superfície interna da Y-TZP após serem sinterizadas. Com isso, entende-se que as amostras possuem um certo grau de rugosidade superficial, fato comprovado pelas figuras em 3D do grupo controle do ensaio de perfilometria óptica. A rugosidade é obtida pela soma aritmética dos valores absolutos (picos e vales) do perfil na linha central. Portanto, é provável que o impacto do jateamento pelas partículas tenha causado uma erosão na região de picos e deposição das mesmas nos vales, diminuindo, então, a rugosidade e apresentando um padrão mais homogêneo de superfície do que o tratamento com ponta diamantada. Este último promoveu deformação plástica da superfície com formação de linhas orientadas intercaladas por depressões largas, o que resultou nos maiores valores de rugosidade.

A contribuição física para o processo de adesão depende do tratamento de superfície e da topografia do substrato e pode ser caracterizada por sua energia de superfície. A alteração da topografia pelo jateamento de partículas resulta em modificações na área total de superfície e na molhabilidade do substrato, que estão relacionadas à energia de superfície e ao potencial adesivo (Della Bona, 2009).

De uma forma geral os grupos que obtiveram resultados mais favoráveis de resistência à flexão, com boa confiabilidade,

transformação de fase (t/m) aumentando a resistência intrínseca do material quando submetido à tensões e relativa rugosidade superficial, foram os grupos cujo tratamento de superfície foi o jateamento. Porém, existem ressalvas no que se refere à longevidade deste tipo de tratamento, pois pelas eletromicrografias foi observada a presença de grandes defeitos estruturais introduzidos pelo impacto das partículas de alumina na superfície da zircônia. Neste aspecto o jateamento com sílica foi mais benéfico, pois foi observado que o efeito do tratamento não agrediu a superfície de zircônia. Por essa razão, extrapolando os resultados obtidos nesta pesquisa, o grupo jateado com sílica, apesar de não ter obtido os maiores valores de rugosidade, pode permitir uma resistência mais benéfica do material em longo prazo quando comparado ao grupo jateado com alumina. Portanto, para se ter uma conclusão mais plausível com relação à longevidade deste tipo de tratamento, mais pesquisas devem ser realizadas neste sentido.

Clinicamente, apesar da cimentação convencional ser indicada para esse tipo de restauração, uso de cimentos resinosos são melhor indicados devido ao melhor selamento das irregularidades da superfície aumentando a resistência à fratura do material. Lembrando que para esses tipos de restaurações classificadas como ácido-resistentes o tratamento de superfície indicado é o jateamento. O uso de cimentos resinosos deve ser do tipo dual ou químico, pois a infra-estrutura desse tipo de restauração dificulta a passagem de luz, o que contra-indica a utilização de cimentos resinosos fotoativados. Outro aspecto que deve ser levado em consideração com relação ainda à cimentação dessas peças protéticas é a incompatibilidade química de sistemas adesivos de frasco único com os cimentos resinosos duais e químicos. Portanto, além de conhecer as técnicas disponíveis para tratar a superfície da Y-TZP adequadamente, é imprescindível que o clínico conheça os materiais que estão sendo manipulados para se atingir as melhores propriedades dos mesmos, levando a uma maior longevidade das restaurações e

consequentemente, gerando satisfação de nossos pacientes e profissionais.

## 7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações e resultados encontrados nesta pesquisa, pôde-se concluir que:

- a) Os tratamentos de superfície influenciaram a resistência à flexão da Y-TZP, tendo seu valor aumentado quando da utilização do jateamento com alumina e sílica e, diminuído com o uso de pontas diamantadas de granulação fina;
- b) O tratamento de superfície com maior módulo de Weibull foi o jateamento com alumina e sílica;
- c) Todos os tratamentos de superfície promoveram transformação de fase de tetragonal para monoclinica. Para o grupo tratado com broca diamantada de granulação fina, apesar da transformação de fase, houve diminuição da resistência à flexão.
- d) A maior profundidade de transformação de fase foi encontrada no grupo jateado com alumina;
- e) O jateamento com alumina e sílica promoveu diminuição da rugosidade enquanto o tratamento com ponta diamantada de granulação fina aumentou a rugosidade superficial da Y-TZP.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2005;21(10):984-91.

Albert FE, El-Mowafy OM. Marginal adaptation and microleakage of Procera AllCeram crowns with four cements. *Int J Prosthodont.* 2004;17(5):529-35.

Albers APF, Melchiades FG, Machado R, Baldo JB, Boschi AO. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. *Cerâmica.* 2002;48(305):34-7.

Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implant Res.* 2007;18(3):218-31.

Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990;69(12):1791-9.

Blatz MB. Cementation of porcelain restorations. *Pract Proced Aesthet Dent.* 2002;14(8):616.

Blixt m, Adamczak E, Lindén L, Óden A, Arvidson K. Bonding to densely sintered alumina surfaces: effect of sandblasting and silica coating on shear bond strength of luting cements. *Int J Prosthodont.* 2000;13(3):221-6.

---

\* 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](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Chai J, Chu FC, Chow TW, Liang BM. Chemical Solubility and Flexural Strength of Zirconia-Based Ceramics. *Int J Prosthodont.* 2007;20(6):587–95.

Chong KH, et al. Flexural strength of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia core materials. *Int J Prosthodont.* 2002;15(2):183-8.

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.

de Kler M, de Jager N, Meegdes M, van der Zel JM. Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehabil.* 2007;34(11):841-7.

Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes médicas; 2009.

Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003;19(7):662-9.

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.

Evans AG. Perspective on the development of high toughness ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1990;73(2):187–206.

Ferrario VF, Sforza C, Zanotti G, Tartaglia GM. Maxial bite forces in healthy young adults as predicted by surface electromyography. *J Dent.* 2004;32(6):451-7.

Filser F, Kocher P, Weibel F, Luthy H, Scharer P, Gauckler LJ. Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int J Comput Dent.* 2001;4(2):89–106.

Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle CHF. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent.* 2008;36(5):316-21.

Giordano RA, Pelleiter L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent.* 1995;73(5):411–8.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of allceramic materials, Part II: zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004a;20(5):449–56.

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

Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina-reinforced dental ceramic. *Biomaterials.* 2004c;25(11):2153-60.

Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater.* 2005;21(5):454–63.

Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT Jr. Shear bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. *J Prosthet Dent.* 2001;86(5):526-31.

ISO 6872. Dental ceramic. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization;1995.

Jemt T, Karlsson S, Hedegard B. Mandibular movement of young adults recorded by intraorally placed light-emitting diodes. *J Prosthet Dent.* 1979;42(6):669-73.

Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J*. 2004;23(4):490-6.

Johnson CA. Fracture statistics of multiple flaw distribution. In: Bradt RC, Evans AG, Hasselman DPH, Lange FF, editors. *Fracture mechanics of ceramics: surface flaws, statics, and microcracking*. New York: Plenum Press; 1983. v.5, p. 365–86.

Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater*. 2009;91(2):930-7.

Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1994;106(6):605–14.

Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater*. 1995;11(2):103-10.

Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*. 1994;71(5):453-61.

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.

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

Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia TZP and alumina advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 1999;7(4):113–9.

Luthardt RG, Holzhüter MS, Rudolph H, Herold V, Walter MH. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent Mater*. 2004;20(7):655–62.

Luthardt RG, Holzhüter MS, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and Properties of Ground Y-TZP-Zirconia Ceramics. *J Dent Res.* 2002;81(7):487-91.

Masaki T. Mechanical properties of toughened  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$  ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1986;69(8):638-40.

Michida SMA, Valandro LF, Yoshiga SR, Andreatta Filho OD, Balducci I, Bottino MA. Efeito do tratamento de superfície de uma cerâmica aluminizada infiltrada de vidro sobre a resistência à microtração. *J Appl Oral Sci.* 2003;11(4):361-6.

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

McCabe JF, Carrick TE. A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. *Dent Mater.* 1986;2(4):139-42.

Miyashita E, Fonseca AS. *Odontologia estética: o estado da arte.* São Paulo: Artes Médicas; 2004.

Oblak C, Jevnikar P, Kosmac T, Funduk N, Marion L. Fracture resistance and reliability of new zirconia posts. *J Prosthet Dent.* 2004;91(4):342-8.

Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003;19(8):725-31.

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.

Paul SJ, Werder P. Clinical success of zirconium oxide posts with resin composite or glass-ceramic cores in endodontically treated teeth: a 4-year retrospective study. *Int J Prosthodont.* 2004;17(5):524-8.

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

Qeblawi DM, Muñoz ZCA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a rein cement. *J Prosthet Dent*. 2010;103(4):210-20.

Roebben G, Basu B, Vleugels J, Van der Biest O. Transformation-induced damping behavior of Y-TZP zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc*. 2003;23(3):481-9.

Saavedra, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni. Efeito da neutralização do ácido fluorídrico, limpeza sônica dos precipitados e da cimentação sobre a resistência à flexão de uma cerâmica vítrea [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos (SP): UNESP – Univ Estadual Paulista; 2008.

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.

Scherrer SS, De Rijk WG, Belser UC. Fracture resistance of human enamel and three all-ceramic crown systems on extracted teeth. *Int J Prosthodont*. 1996;9(6):580-5.

Sherrill CA, O'Brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspathic porcelain. *J Dent Res*. 1974;53(3):683-90.

Sjölin R, Sundh A, Bergman M. The Decim system for the production of dental restorations. *Int J Comput Dent*. 1999;2(3):197–207.

Souza ROA. Influência de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão e na estabilidade estrutural de uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos(SP): UNESP – Univ Estadual Paulista; 2009.

Souza ROA, Özcan M, Melo RM, Michida SMA, Zamboni SC, Valandro LF, Bottino MA. Efeito do jateamento na resistência à flexão de uma cerâmica de ítrio-zircônia. [abstract PAc314]. In: Resumo da 25ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica – SBPqO – Faculdade de Odontologia de São Paulo, USP – Univ São Paulo; 30 ago a 2 set 2008; Águas de Lindóia. Braz Oral Res. 2008;22(1):229.

Swain MV. Limitation of maximum strength of zirconia-toughened ceramics by transformation toughening increment. J Am Ceram Soc. 1985;68(4):C97-C99.

Swain MV, Garvie RC, Hannink RHJ. Influence of thermal decomposition on the mechanical properties of magnesia stabilized cubic zirconia. J Am Ceram Soc. 1983;66(5):358–62.

Swain MV, Hannink RHJ. Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies. J Am Ceram Soc. 1989;72(8):1358–64.

Taskonak B, Griggs JA, Mecholsky JJ Jr, Yan JH. Analysis of subcritical crack growth in dental ceramics using fracture mechanics and fractography. Dent Mater. 2008;24(5):700–7.

Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. J Dent. 2000;28(7):529–35.

Toraya H, Yoshimura, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic tetragonal ZrO<sub>2</sub> system by X-ray diffraction. J Am Ceram Soc. 1984;67(6):C119-C121.

Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. Dent Mater. 2008;24(5):633-8.

Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo Cdos R, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. J Prosthet Dent. 2006;95(3):224-9.

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.

Zhang y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006;19(5):442-8.

Michida SMA. Influence of surface treatment on flexural strength and on phase transformation of yttrium stabilized polycrystalline tetragonal zirconia (Y-TZP). [Thesis]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2010.

### ABSTRACT

This study evaluated the influence of surface treatment on 4-point bending test of yttrium stabilized polycrystalline tetragonal zirconia (Y-TZP). From Y-TZP blocks (InCeram 2000 YZ Cubes, Vita Zahnfabrik) were obtained 120 bars (20mm×4mm×1.2mm) according to norm ISO 6872:2008 and randomly divided in 4 groups: Group 1: silicatization (Cojet 30  $\mu\text{m}$ ) (n=29); Group 2: sandblasting with aluminium oxide (44  $\mu\text{m}$ ) (n=29); Group 3: fine coarse diamond bur (30  $\mu\text{m}$ ) (n=27); Group 4: (control) without surface treatment (n=29). As follow, all samples were submitted to the 4-point bending test (immersed in distilled water at 37°C) in an universal testing machine with cross-head speed of 0.5 mm/min until the rupture of the samples. X-ray diffraction analysis was utilized to quantify the monoclinic phase. The microstructure of Y-TZP and pattern of surface treatment were analyzed by optic profilometer and scanning electron microscopy. The data of flexural strength ( $\sigma_{4p}$ ) were statistically analyzed by 1-factor ANOVA, Tukey HSD ( $\alpha = 0.05$ ) and Weibull ( $m =$  modulus,  $\sigma_0 =$  characteristic strength). The mean±standard deviation (MPa) were the following: G1: 1207.1±229.7a; G2: 1369.7±272.3a; G3: 874.4±365.4b and G4: 1196.2±284.2a. The values of ( $m$ ) and ( $\sigma_0$ ) were: G1: 6.0 and 1300.28; G2: 5.9 and 1477.88; G3: 2.6 and 985.901 and G4: 4.5 and 1308.12. It was concluded that silicatization and sandblasting increased the flexural strength of Y-TZP, diminished the roughness of surface and present higher reliability for cementation of Y-TZP restorations.

Keywords: Ceramics. Flexural Strength. Surface Treatment. X-ray diffraction. Sandblasting. Scanning Electron Microcopy.