UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CAMPUS DE BLUMENAU
COORDENADORIA ESPECIAL DE ENGENHARIA DE MATERIAS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

BRUNO CAETANO DOS SANTOS

INFLUÊNCIA DO JATEAMENTO COM ALUMINA NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS E MECÂNICAS DE ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS MULTICAMADAS USADAS EM PRÓTESES DENTÁRIAS

BLUMENAU
2019

BRUNO CAETANO DOS SANTOS

INFLUÊNCIA DO JATEAMENTO COM ALUMINA NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS E MECÂNICAS DE ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS MULTICAMADAS USADAS EM PRÓTESES DENTÁRIAS

Trabalho apresentado ao curso de graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina Campus Blumenau como parte dos requisitos para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Luciana Maccarini Schabbach
Coorientador: Prof. Dr. Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques

BLUMENAU
2019

dos Santos, Bruno
INFLUÊNCIA DO JATEAMENTO COM ALUMINA NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS E MECÂNICAS DE ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS MULTICAMADAS USADAS EM PRÓTESES DENTÁRIAS / Bruno dos Santos ; orientador, Luciana Schabbach, coorientador, Bruno Henriques, 2019.
82 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Graduação em Engenharia de Materiais, Blumenau, 2019.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Biocerâmicas. 3. Zircônia multicamadas. 4. Jateamento. I. Schabbach, Luciana. II. Henriques, Bruno. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

BRUNO CAETANO DOS SANTOS

INFLUÊNCIA DO JATEAMENTO COM ALUMINA NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS E MECÂNICAS DE ZIRCÔNIAS MONOLÍTICAS MULTICAMADAS USADAS EM PRÓTESES DENTÁRIAS

Este trabalho de graduação foi julgado adequado para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais e aprovado em sua forma final pela Comissão Examinadora e pelo Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Blumenau, 20 de novembro de 2019.

Prof. Dr. Johnny de Nardi Martins
Coordenador do Curso

Banca examinadora:

Profa. Dra. Luciana Maccarini Schabbach
Orientadora
Universidade Federal Santa Catarina

Prof. Dr. Cristiano da Silva Teixeira
Examinador
Universidade Federal Santa Catarina

Prof. Dr. Marcio Roberto da Rocha
Examinador
Universidade Federal Santa Catarina

Agradecimentos

Primeiramente desejo agradecer ao supervisor Prof. Dr. Marcio Celso Fredel e a orientadora Profª. Drª Luciana Maccarini Schaccach pelo esforço em ter conseguido a vaga de estágio no Núcleo de pesquisa em materiais cerâmicos e compósitos (CERMAT), a Profª. Drª Luciana Maccarini Schaccach pela sua paciência perante alguns equívocos e parabenizá-la por manter este vinculo tão importante ao aprendizado e evolução dos estudantes de engenharia de materiais do nosso campus. Ainda, ao coorientador Prof. Dr. Bruno Henriques, por auxiliar no encaminhamento do projeto de maneira concisa e aos ensinamentos vindos deste.

A colega de trabalho e também graduanda do curso de engenharia de materiais no campus de Blumenau, Letícia Silva de Bortoli, por ter dado início ao projeto e ter feito parte dos testes de otimização para ver quais melhores condições as amostras deveriam ser preparadas e passado tais informações de maneira tão grandiosa. Assim como o auxílio prestado perante o aprendizado do funcionamento dos diversos tipos de equipamentos utilizados no projeto, além de conselhos para qual caminho deveria ser tomado. Ainda, o colega de trabalho Douglas Fabris por ter auxiliado em diversas etapas do processo de tratamento de dados, e aos ensinamentos provindo dele.

Agradecimento ao núcleo de pesquisa em materiais cerâmicos e compósitos (CERMAT) pela oportunidade, aos colegas de trabalho, a experiência da vivência de estar dentro de um laboratório tão consagrado por seus projetos desenvolvidos.

Agradecimentos mais que especiais aos ensinamentos provindos da Universidade de Santa Catarina (UFSC), uma vez que este são usados como base para qualquer tipo de desenvolvimento, tanto profissional como pessoal. Aos mestres que regeram toda vasta gama de conhecimentos adquiridos, e moldaram cada estudante que por eles passaram. Orgulho-me muito de ver meus colegas, nesta reta final de curso, crescendo e seguindo por diversos caminhos, encontrando cada um seu gosto e aptidão, um caminho que julgam ser o mais correto para chegar à realização individual.

A minha ex-namorada, Maisa Paiva Nuernberg, por ter feito parte de todo caminho trilhado na universidade pública de modo a conseguir concluir com êxito essa etapa tão importante na minha vida.

RESUMO

A zircônia é um material bastante empregado na área odontológica, uma vez que esta apresenta excelentes propriedades mecânicas, alta biocompatibilidade, resistência a corrosão, boa estabilidade química e, principalmente boas propriedades estéticas. Entretanto, esta possui elevada opacidade. Para contornar sua elevada opacidade são aplicadas diversas camadas de materiais na superfície da zircônia, resultando em delaminações superficiais, o que impulsionou o desenvolvimento de peças fabricadas inteiramente por uma única camada de cerâmica, chamadas de biocerâmicas monolíticas. A zircônia ainda apresenta o fenômeno de polimorfismo, podendo existir em três fases cristalinas diferentes (monoclínica, tetragonal e cúbica), com propriedades ópticas e mecânicas particulares dependendo da fase presente. A fase de principal interesse na odontologia é a fase tetragonal, não estável a temperatura ambiente, por isso, procede-se a dopagem da zircônia com ítria, a fim de estabilizar essa fase que possui propriedades mecânicas adequadas a aplicação odontológica. Recentemente, foram desenvolvidos sistemas de zircônia de múltiplas camadas, tendo como objetivo imitar o gradiente de transluscência e cor observado nos dentes naturais. A presença de percentuais de ambas as fases, cúbica e tetragonal, começa a ser comum nessas zircônias monolíticas multicamadas, com o intuito de melhorar o grau de translucência do material, pois a fase tetragonal tem elevada opacidade e a fase cúbica apresenta translucidez. Além disso, é comum os dentistas realizarem um tratamento superficial de jateamento de partículas de alumina a fim de melhorar a adesão entre as próteses e a cavidade bucal através do aumento da rugosidade superficial. Nesse contexto, amostras de zircônias estabilizadas com ítria foram preparadas estratificando quatro camadas de um disco monolítico da marca Katana tipo HTML e, posteriormente, submetidas a um jateamento superficial com alumina (tamanho de partícula de 110 μm e pressão de 2 bar) a fim de avaliar o efeito da presença de diferentes fases cristalinas e do jateamento nas propriedades ópticas e mecânicas do material amostras com e sem o tratamento superficial foram caracterizadas ópticamente (medida de transluscência, reflectância, cor), mediante a análise de espectrofotometria UV-Vis e usando o modelo de Kubelka-Munk (K-M). A caracterização microestrutural (MEV), estrutural (DRX), mecânica (flexão biaxial B3B) e de rugosidade superficial também foram realizadas, a fim de obter informações sobre o tamanho de grão, fases cristalinas presentes, resistência mecânica e de rugosidade superficial, respectivamente. Os resultados mostraram que há diferença de translucidez, (segundo o modelo de K-M) entre as camadas do disco monolítico, mas não houve influência do jateamento nessa propriedade, fato esse reforçado pela determinação do índice de opacidade (%) e pela razão de contraste (CR). Evidenciou-se que a rugosidade das amostras não foi alterada com o tratamento superficial de jateamento com alumina. Os resultados de MEV permitiram evidenciar presença de diferentes tamanhos de grãos nas diferentes camadas analisadas. Os difratogramas resultantes do DRX analisados não revelaram surgimento de novas fases devido ao jateamento aplicado nas amostras. A analise estatísticas de Weibull, por sua vez, evidenciou um aumento no valor da tensão característica de Weibull (σ_0) para todas quatro camadas submetidas ao jateamento com alumina, com exceção da segunda camada (região central do disco). Ainda foi verificado um aumento no valor da confiabilidade estrutural do material (m), referente as amostras da região central do disco (segunda e terceira camada) após o jateamento.

Palavras-chave: Biocerâmicas, Zircônia multicamadas, Jateamento.

ABSTRACT

Zirconia is a widely used material in the dental field, as it has excellent mechanical properties, high biocompatibility, corrosion resistance, good chemical stability and especially good aesthetic properties. However, it has high opacity. To circumvent its high opacity, several layers of materials are applied to the zirconia surface, resulting in surface delamination, which has driven the development of parts made entirely of a single ceramic layer, called monolithic bioceramics. Zirconia still has the phenomenon of polymorphism, and may exist in three different crystalline phases (monoclinic, tetragonal and cubic), with particular optical and mechanical properties depending on the present phase. The phase of major interest in dentistry is the tetragonal phase, which is not stable at room temperature. Therefore, zirconia is doped with yttria in order to stabilize this phase, which has mechanical properties suitable for dental application. Recently, multilayered zirconia systems have been developed to mimic the translucency and color gradient observed in natural teeth. The presence of percentages of both cubic and tetragonal phases is becoming common in this multilayer monolithic zirconia, aiming to improve the translucency degree of the material, since the tetragonal phase has high opacity and the cubic phase presents translucency. In addition, it is common for dentists to perform an alumina particle blasting surface treatment to improve adhesion between the dentures and the oral cavity by increasing surface roughness. In this context, samples of yttria stabilized zirconia were prepared by stratifying four layers of an HTML-type Katana monolithic disc, and then subjected to surface blasting with alumina (particle size 110 μm and pressure 2 bar) in order to To evaluate the effect of the presence of different crystalline phases and blasting on the optical and mechanical properties of the material samples with and without surface treatment were characterized optically (measurement of translucency, reflectance, color) by UV-Vis spectrophotometric analysis and using the Kubelka-Munk model (KM). Microstructural (SEM), structural (XRD), mechanical (biaxial flexion B3B) and surface roughness characterization were also performed in order to obtain information on grain size, crystalline phases present, mechanical resistance and surface roughness, respectively. The results showed that there is a difference of translucency (according to the KM model) between the layers of the monolithic disk, but there was no influence of the blasting on this property, a fact reinforced by the determination of the opacity index (%) and the contrast ratio (CR). It was evidenced that the roughness of the samples did not change with the surface treatment of blasting with alumina. The SEM results showed the presence of different grain sizes in the different layers analyzed. The XRD diffractograms analyzed did not reveal new phases due to the blasting applied to the samples. The Weibull statistical analysis, in turn, showed an increase in the Weibull characteristic stress value ($\sigma 0$) for all four layers subjected to sandblasting, except for the second layer (central region of the disk). It was also verified an increase in the value of the structural reliability of the material (m), referring to the samples of the central region of the disc (second and third layer) after blasting.

Keywords: Bioceramics, Multilayer Zirconia, Sandblasting.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Polimorfismo da zircônia, sendo a) fase monoclínica, b) fase tetragonal e c) fase cúbica 20
Figura 2- Diagrama de fases ZrO_2 - Y_2O_3 21
Figura 3- Disco de zircônia multi-camadas. 24
Figura 4- Demonstração da luz transmitida em três amostras de óxido de alumínio. Sendo a) material monocristalino (safira) transparente b) material policristalino e altamente denso (sem poros) translúcido e c) material policristalino com ~5% de porosidade, opaco 26
Figura 5- Interação da luz com a zircônia. Esquema de luz transmitida através da zircônia tetragonal. Perdas na intensidade da luz incidente são devido à reflexão na superfície e o espalhamento da luz por birrefringência nos contornos de grãos e poros 26
Figura 6- Usinagem de bloco de zircônia Y-TPZ para obtenção de próteses via CAD/CAM 32
Figura 7- Sistema de cordenadas CIELab 33
Figura 8- Diagrama esquemático de espalhamento de luz em um meio turvo 35
Figura 9- Fluxograma da metodologia utilizada na pesquisa 41
Figura 10- Fluxograma indicativo da preparação das amostras. 42
Figura 11- Desenho em Solidworks para obtenção dos cilindros de zircônia 43
Figura 12- Aspecto visual de amostras das quatro diferentes camadas quando observadas sobre papel Leneta® 47
Figura 13- Curva de transmitância para o modelo de Kubelka-Munk (K-M) das quatro camadas sem tratamento superficial 52
Figura 14- Curva de transmitância para o modelo de Kubelka-Munk (K-M) das quatro camadas após tratamento superficial (jateamento com alumina). 54
Figura 15- Transmitância obtidas pelo modelo de Kubelka-Munk (K-M) das amostras das quatro camadas analisadas antes e após o jateamento com alumina: a) primeira camada, b) segunda camada, c) terceira camada, d) quarta camada 56
Figura 16- Rugosidade superficial das amostras sem jateamento e após jateamento com partículas de alumina das quatro camadas analisadas 57
Figura 17- Digratogramas de raios-X obtidos para as amostras das quatro camadas do disco de zircônia sem tratamento superficial 59
Figura 18- Difratogramas de raios-X obtidos para as amostras das quatro camadas do disco de zircônia após jateamento. 60
Figura 19- Micrografia obtida para amostra de zircônia C1S1 62
Figura 20- Micrografia obtida para amostra de zircônia C2S1 62
Figura 21- Micrografia obtida para amostra de zircônia C3S1 63
Figura 22- Micrografia obtida para amostra de zircônia C4S1 63

Figura 23- Micrografia obtida para amostra C1J1.....64
Figura 24- Micrografia obtida para amostra C2J1.....64
Figura 25-Micrografia obtida para amostra de zircônia C3J1.....65
Figura 26- Micrografia obtida para amostra de zircônia C4J1.....65
Figura 27- Gráfico de Weibull para as amostras das quatro camadas analisadas referente as amostras sem tratamento superficial.....68
Figura 28- Gráfico de Weibull para as amostras das quatro camadas analisadas referente as amostras após jateamento com partículas de alumina.....69
Figura 29- Resistência a flexão média dos corpos de provas ensaiados das diferentes camadas, com e sem jateamento de alumina.....72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Valores de L* a* b*, opacidade (%) e índice de amarelamento (YI E313-10) das quatro camadas obtidas antes e após o jateamento com partículas de alumina. 48
Tabela 2- Valores de Tp e CR obtidos para as amostras das quatro camadas antes e depois do jateamento com partículas de alumina 49
Tabela 3- Valores de Tp e CR obtidos para as amostras das quatro camadas antes e depois do jateamento com partículas de alumina. 51
Tabela 4- Valores de m e para σ0 adquiridos a partir dos gráficos de Weibull gerados. 69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Y-TZP	Zircônia estabilizada com ítria
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
DRX	Difração de raio-X
K-M	Kubelka-Munk
3Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 3 mol% de Ítria
4Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 4 mol% de Ítria
5Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 5 mol% de Ítria
UTML	Zircônia ultra-translúcida em camadas múltiplas
STML	Zircônia super translúcida em camadas múltiplas
ML	Zircônia de múltiplas camadas
CAD/CAM	Projeto Auxiliado por Computador/Manufatura Assistida por Computador
ANOVA	Análise estatística de variância

LISTA DE SÍMBOLOS

TP	Índice de translucidez do material
CR	Razão de contraste
Y	relação de iluminância
Yb	relação de iluminância sobre fundo preto
Yw	relação de iluminância sobre fundo branco
K	Coeficientes de absorção da luz
S	Coeficiente de espalhamento da luz
eV	Eletro-Volts
ZrO_2	Zircônia
Al_2O_3	Óxido de alumina
CaO	Óxido de cálcio
MgO	Óxido de magnésio
CeO_2	Óxido de cério
m-ZrO_2	Zircônia com fase cristalina monoclínica
Y_2O_3	Óxido de ítrio
c-ZrO_2	Zircônia com fase cristalina cúbica
wt%	Porcentagem em peso
a*, b*	Coordenadas de cromaticidade do sistema CIELab
L*	Parâmetro de luminosidade do sistema CIELab
X	Espessura do material
Rg	Reflectância do fundo
Rsb	Reflectâncias da amostra sobre um fundo preto
Rsw	Reflectâncias da amostra sobre um fundo branco
Rw	Reflectâncias do material sobre fundo branco
T	Transmitância
R	Reflectância
t-m	Transformação da fase tetragonal-monoclínica
µm	Micrometro
Vc	Velocidade de corte
F	Avanço por dente
Ap	Profundidade de corte
λ	Comprimento de onda

n	Número inteiro
d	Espaçamento interatômico
kV	Kilo-Volts
σo	Tensão característica de Weibull
m	Módulo de Weibull
Pf	Probabilidade de falha

SUMÁRIO

1. **INTRODUÇÃO** 17

1.1. OBJETIVO 19

2. **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA** 20

2.1. ZIRCÔNIA 20

2.2. ZIRCÔNIA MULTICAMADAS 24

2.3. CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS DAS ZIRCÔNIAS 25

2.4. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS ZIRCÔNIAS 29

2.5. PRODUÇÃO DE PRÓTESES ODONTOLÓGICAS 32

2.6. PROPRIEDADES ÓPTICAS DOS SÓLIDOS 34

2.6.1. Índice de translucidez do material (TP) 34

2.6.2. Razão de contraste (CR) 35

2.6.3. Modelo de Kubelka-Munk (K-M) 35

2.7. TRATAMENTO SUPERCIAL DA ZIRCÔNIA - JATEAMENTO 37

3. **MATERIAIS E MÉTODOS** 40

3.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS 42

3.2. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES ÓPTICAS 44

3.3. RUGOSIDADE SUPERFICIAL 45

3.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX) 45

3.5. MICROSCOPIA ELETRONICA DE VARREDURA (MEV) 46

3.6. ENSAIO MECÂNICO DE FLEXÃO A TRÊS PONTOS (B3B) 46

4. **RESULTADOS E DISCUSSÃO** 46

4.1. PROPRIEDADES ÓPTICAS 46

4.1.1. **Aspecto visível** 46

4.1.2. **L* a* b*, Opacidade (%) e índice de amarelamento YI E313-10** 47

4.1.3. **Índice de translucidez (TP) e razão de contraste (CR)** 49

4.1.4. **Influência do jateamento** 51

4.1.5. **Transmitância por Kubelka-Munk (K-M)** 52

4.1.5.1. **Transmitância - Comparação entre as camadas** 52

4.1.5.2. **Transmitância - Influência do jateamento** 55

4.2. RUGOSIDADE SUPERFICIAL 56

4.3. DIFRAÇÃO DE RAIOS- X (DRX) 58

4.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) 61

4.5. RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAXIAL..... 67
5. **CONCLUSÃO**..... 72
6. **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**..... 73
7. **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**..... 74

1. INTRODUÇÃO

Um dos materiais que vem trazendo grande interesse no ramo de pesquisa na área odontológica é a zircônia parcialmente estabilizada com ítria (Y-TZP) , a qual foi introduzida na odontologia há vinte anos, devido às suas excepcionais propriedades mecânicas, sendo considerada a cerâmica mais resistente utilizada na odontologia (CHEVALIER, 2006; ZHANG, 2018).

As zircônias utilizadas como implantes apresentam-se mais opacas que a estrutura original do dente, onde suas propriedades de refletância e espalhamento da luz as distanciam da aparência natural (TONG, TANAKA, KAIZER, ZHANG, 2016). A intenção original da produção da Y-TZP foi para estruturas de coroas e próteses dentárias fixas, devido à sua elevada opacidade, as quais são folheadas com porcelanas translúcidas para melhorar a translucidez final das próteses (PJETURSSON *et al.*, 2015; SAILER *et al.*, 2015).

As propriedades ópticas dos materiais como a zircônia são avaliadas por meio do estudo da interação da luz com sólidos. Um feixe de luz visível, com comprimentos de onda que varrem de 400 a 700 nm, ao incidir em um sólido pode ser refletido nas interfaces sólido-ar, absorvido por meio de transferência de energia de um fóton para um elétron da banda de valência, excitando-o para banda de condução, e transmitido através do sólido (ZHANG, 2014).

A excitação de elétrons para a banda de condução pode ocorrer com absorção da luz quando esta energia é menor que o band gap. O band gap da zircônia Y-TZP está entre 5,2 eV e 6,0 eV (ZHANG, 2014; FRENCH *et al.*, 1994). Ambos os valores são muito maiores que a energia máxima 3,1 eV associada ao comprimento de onda mínimo de 400 nm da luz visível, sugerindo que não ocorre absorção significativa da luz na região visível do espectro para a zircônia Y-TZP.

Desta forma, a zircônia Y-TZP deveria ser inerentemente transparente, mas isso não acontece devido a vários outros fenômenos ópticos envolvidos, que podem a tornar opaca, como a presença de poros, impurezas, defeitos microestruturais, os quais são elementos causadores de espalhamento/reflexão e refração no interior do sólido (FRENCH *et al.*, 1994).

Adicionalmente, a Y-TZP apresenta o fenômeno de birrefringência, apresenta anisotropia em relação ao índice de refração, de modo que grãos adjacentes não possuem a mesma direção cristalográfica, gerando reflexão e refração nestes contornos de grãos, o que resulta em redução na translucidez do material.

Para melhorar sua translucidez, estratégias como a redução da quantidade de auxiliares de sinterização como óxido de alumínio (Al_2O_3) e o aumento das temperaturas de sinterização foram usadas para diminuir a dispersão de luz por impurezas e limites de grãos (ZHANG, 2014). E ainda, procurou-se eliminar a utilização de camadas de recobrimento, sendo estas chamadas de zircônias monolíticas.

A zircônia (ZrO_2), ou dióxido de zircônio é um material cerâmico metaestável que apresenta o fenômeno de polimorfismo, ou seja, pode existir em três fases cristalinas diferentes. Até temperaturas de 1170 °C, se encontra na forma monoclínica; já entre 1170 e 2370 °C exibe a forma tetragonal e, para temperaturas superiores, apresenta-se na fase cúbica (HANNINK, KELLY, MUDDLE, 2000).

Além da temperatura, essa mudança de fase pode ser controlada com a adição de óxidos os quais estabilizam as fases cúbica e tetragonal a temperatura ambiente. Para a zircônia estabilizada com ítria, as propriedades de translucidez também podem ser adaptadas pelo seu conteúdo cúbico, uma vez que estas não apresentam o fenômeno de birrefringência, que pode ser controlado pela temperatura de sinterização e pelo conteúdo de ítria (ZHANG, 2014). Em geral, quanto maior o teor de ítria e a temperatura de sinterização, maior a quantidade de fase cúbica e maior a translucidez. Mas isso também desencadeia uma diminuição em sua resistência mecânica.

Recentemente as propriedades estéticas das próteses dentárias foram melhoradas com o desenvolvimento de sistemas de zircônias com múltiplas camadas. Devido aos dentes naturais possuírem um gradiente de cor o qual não era mimetizado pelas próteses até então, o projeto de zircônia multi-camadas tenta reproduzir esse gradiente observado nos dentes naturais, sendo a região gengival mais opaca a qual decresce em croma e opacidade até a parte da coroa onde se torna mais translúcida (KOLAKARNPRAZERT, KAIZER, KIM, ZHANG, 2019).

A zircônia ainda apresenta problemas de adesão ao substrato. Para melhorar sua molhabilidade e a resistência de união entre o núcleo cerâmico e o cimento na superfície do entalhe e entre a superfície externa e a porcelana de revestimento na superfície externa as coroas dentárias feitas de zircônia são submetidas a tratamentos de superfície (CHINTAPALLI, RODRIGUEZ, MARRO, ANGLADA, 2014). No entanto, as tradicionais técnicas adesivas que são aplicadas a cerâmicas à base de sílica não se aplicam à cerâmica Y-TZP (SASSE, ESCHBACH, KERN, 2012).

Como alternativa, tem-se usado a abrasão da superfície das zircônias com partículas de alumina. Essa técnica consiste no impacto da superfície com partículas duras em altas

velocidades, erodindo assim o material e deixando uma superfície áspera, resultando em limpeza da superfície da cerâmica, remoção das impurezas, aumento da área superficial, e modificação da energia superficial e molhabilidade (MOON *et al.*, 2016). Com isso tem-se um efeito positivo sobre a durabilidade da ligação resina-zircônia (KOSMAC *et at*., 1999).

1.1. OBJETIVO

O objetivo geral deste trabalho foi realizar o estudo das propriedades óptica, mecânica e microestrutural de diferentes camadas de uma zircônia monolítica comercial do tipo multicamadas da marca Katana tipo HTML destinadas ao uso em próteses dentárias, bem como avaliar a influência do tratamento superficial por jateamento com partículas de alumina nas propriedades ópticas e mecânicas.

Para tal, foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- Planejamento de corte de dois discos comerciais monolíticos da marca KATANA, identificados como zircônia de alta translucidez múltiplas camadas (HTML) de modo a resultarem em amostras cilíndricas representativas de camadas distintas do disco;
- Estudo das propriedades estruturais (DRX) e microestruturais (MEV) das camadas da zircônia monolítica da marca Katana do tipo multicamadas antes e depois do tratamento superficial por jateamento com partículas de alumina;
- Estudos das propriedades ópticas das diferentes camadas (translucência e cor) por meio de análise espectrofotométrica UV-Vis e pelo modelo de Kubelka-Munk;
- Avaliar a influência do jateamento com partículas de alumina sobre as propriedades mecânicas de cada camada através da análise estatística de Weibull;
- Verificar se houve alterações da rugosidade superficial e nas propriedades ópticas provocadas pelo tratamento de o jateamento com alumina.
- Avaliar a relação entre as fases presentes em cada camada das zircônia (com e sem o tratamento de jateamento) com o grau de translucência obtido por espectrofotometria UV-Vis, bem como avaliar o comportamento de absorção e espalhamento da luz, baseado na caracterização dos coeficientes de absorção

da luz (K) e coeficiente de espalhamento da luz (S) do modelo de Kubelka-Munk.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. ZIRCÔNIA

A preocupação estética dos pacientes e o alto custo do ouro, fez com que as próteses dentárias sofressem um grande aumento da demanda nos últimos anos, impulsionando o aumento no número de sistemas protéticos totalmente em cerâmica no mercado odontológico (MCLAREN *et al.*, 2017).

As cerâmicas óxidas (a base de alumina e zircônia) têm sido utilizadas de forma crescente como materiais em aplicações médicas, como próteses, materiais dentários, componentes de próteses de quadril devido às suas excelentes propriedades mecânicas, alta biocompatibilidade, resistência à corrosão e excelente estabilidade química (HAFF, LOF, GUNNE, SJORGREN, 2015).

Ao ser introduzida no mercado, a zircônia apresentava alto grau de opacidade o qual foi minimizado através da aplicação de diversas camadas de cerâmica de revestimento para aumentar a translucidez superficial do material. De fato, a translucidez da zircônia tetragonal policristalina é moderada devido ao seu índice de refração n ser diferente ao longo dos eixos cristalinos da simetria tetragonal, além disso ocorre uma redução da transmitância da luz pelo fato de a reflexão e a refração ocorrerem nos limites do grão (ZHANG, 2014; KLIMKE, TRUNEC, KRELL, 2011). Entretanto, esse ato de aplicação de multicamadas de recobrimento é um procedimento sensível e demorado, aumentando o risco de lascas (ZHANG, 2014; DENRY, KELLY, 2008).

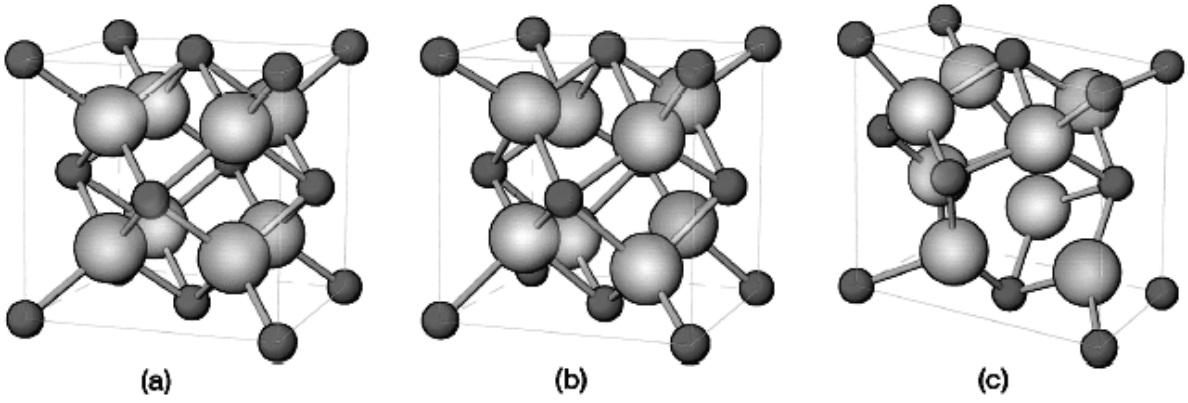
Como alternativas competitivas à zircônia foram desenvolvidos materiais mais translúcidos, como é o caso das vitrocerâmicas reforçadas com leucita (primeira geração) e dissilicato de lítio (segunda geração) (DENRY, HOLLOWAY, 2010). A alta translucidez desses materiais resulta em baixa resistência mecânica (aproximadamente 350–400 MPa no caso de dissilicato de lítio) sendo muito menor quando comparada a Y-TZP. No entanto, sua ausência ou mínima camada de recobrimento os fazem possuir um desempenho comparável para a mesma espessura (ZARONE *et al.*, 2016). Um compósito de vitrocerâmicas de silicato de lítio reforçadas com zircônia foi desenvolvido recentemente com o intuito de ser utilizado

como material monolítico e mostraram um aumento incremental, porém significativo, de sua resistência, com valores de mais de 400 MPa (ELSAKA, ELNAGHY, 2016).

Entretanto, as descobertas de possibilidade de estabilização de novas fases e modificação de processamento acabaram por promover a zircônia. As restaurações feitas com tais materiais podem ser agora colocadas sem qualquer cerâmica de revestimento (uma fina camada de revestimento de esmalte com poucos microns de espessura pode ser adicionada em regiões visíveis), contribuindo com uma redução adicional da espessura da restauração além de permitem diminuir os riscos de lascamento, o custo protético e o tempo de produção (MALKONDU, TINASTEPE, AKAN, KKAZAZOGLU, 2016).

A zircônia (ZrO_2), ou dióxido de zircônio é um material cerâmico metaestável que apresenta o fenômeno de polimorfismo, ou seja, pode existir em três fases cristalinas diferentes, como pode ser visto na Figura 1. Até temperaturas de 1170 °C, se encontra na forma monoclínica; já entre 1170 e 2370 °C exibe a forma tetragonal e, para temperaturas superiores, apresenta-se na fase cúbica (HANNINK, KELLY, MUDDLE, 2000).

Figura 1- Polimorfismo da zircônia, sendo a) fase monoclínica, b) fase tetragonal e c) fase cúbica.



Fonte: (FABRIS, S.; PAXTON, A. T.; FINNIS, M. W, 2008).

A zircônia apresenta a fase monoclínica a temperatura ambiente, tal fase não apresenta qualquer tipo de benefício em termos de propriedades mecânicas, com isso esse material puro não se torna adequado para a maioria das aplicações, como por exemplo componentes protéticos odontológicos (SANTOS, ELIAS, 2015; FABRIS, PAXTON, FINNIS, 2008).

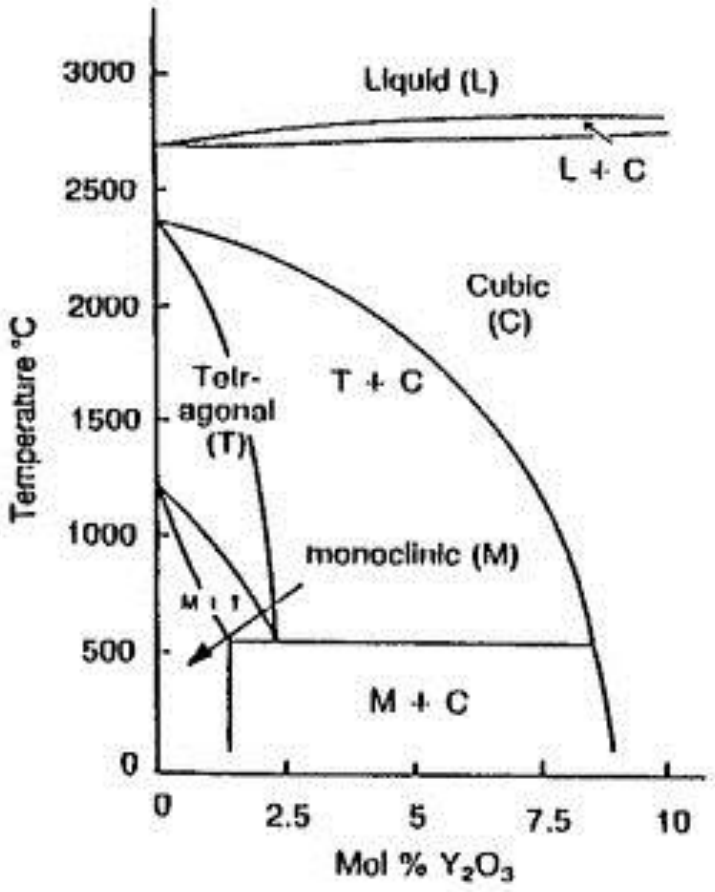
A observação de que a adição de óxidos promovia um aumento da resistência à flexão foi então feita. Um aumento da resistência se deu com a junção de 69% de óxido de alumina

(Al_2O_3) com 31% de óxido de zircônio (ZrO_2), consistindo em uma formulação com um dos maiores valores de tenacidade entre os sistemas cerâmicos até então produzidos (BRUTON, 1999). Entretanto a propagação de trincas em cerâmicas aluminizadas suscitou a busca por outros óxidos como substituição a alumina.

Como solução para esse problema fez-se a incorporação de óxidos de baixa valência como óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO), óxido de cério (CeO_2) e óxido de ítrio (Y_2O_3) a zircônia, com o intuito de desfavorecer a fase monoclínica e promover a estabilização das fases com estruturas mais simétricas sendo elas tetragonal e cúbica. (BISPO, 2015)

Conforme o aumento da concentração de dopantes (óxidos), o material se transforma na fase cristalográfica tetragonal, dado o nome de parcialmente estabilizado, e posteriormente, na fase cúbica, chamado de totalmente estabilizado (FABRIS, PAXTON, FINNIS, 2008). O óxido mais utilizado para dopagem da zircônia é o óxido de ítrio, por sua vez o diagrama de fases ZrO_2 - Y_2O_3 é demonstrado na Figura 2.

Figura 2- Diagrama de fases ZrO_2 - Y_2O_3.



Fonte: (Klinke, L.; Trunec, M.; 2011).

A zircônia em sua fase tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) possui excelentes propriedades mecânicas devido à transformação por tenacificação da fase tetragonal para a monoclínica induzida por tensões (CHEVALIER, GREMILLARD, VIRKAR, CLARKE, 2009). Com a adição de apenas 3% em peso dos óxidos estabilizadores tal fenômeno é observado resultando em um aumento de aproximadamente 4% no tamanho dos cristais, este mecanismo causa a interrupção da propagação de trincas dentro do material (BISPO, 2015; GARCIA, CONSANI, CRUZ, SOUZA, 2011).

A quantidade de dopante necessária para se alcançar a estabilização na fase cúbica é relativamente alta, necessitando de quantidades acima de 8% em mol de Y_2O_3 para a estabilização total, o que inviabiliza a requerida propriedade de transformação de fase (FABRIS, PAXTON, FINNIS, 2008; GARCIA, CONSANI, CRUZ, SOUZA, 2011).

Essas cerâmicas de zircônia altamente translúcidas são hidrotermicamente estáveis, ou seja, não são afetadas por tratamento com choque térmico e baixas temperaturas, feitos para simular o comportamento da zircônia com o tempo dentro do ambiente oral. Isso ocorre porque os grãos de c-ZrO_2 não são transformados na fase de zircônia monoclínica (m-ZrO_2). Por outro lado, uma grande quantidade de c-ZrO_2 resulta em uma diminuição nas propriedades mecânicas, especialmente em termos de resistência e tenacidade à fratura como mostrado recentemente por Zhang et al., 2014.

Uma forma composta pela fase cristalina tetragonal de alta resistência foi a primeira versão da zircônia empregada na odontologia e atualmente está em uso há mais de 10 anos (MCLAREN *et al.*, 2017). A principal versão comercial usada na atualidade é a estabilizada com 3 mol% de Ítria, chamada de zircônia tetragonal policristalina (3Y-TZP). Em seu início foram adicionados 0,25 % de alumina para aumentar a estabilidade química da zircônia, tendo em vista a diminuição do potencial de degradação da umidade em baixas temperaturas, como pode ocorrer no ambiente oral. A maioria das marcas de zircônia de alta resistência é aprimorada com 0,25% de alumina (MCLAREN *et al.*, 2017).

Como comparativo ao material metálico, essas biocerâmicas não sofrem oxidação ou corrosão dos fluidos bucais e ainda sofrem baixa adesão de placa bacteriana. As biocerãmicas de zircônia apresentam comportamento mecânico superior ao das outras cerâmicas utilizadas no ramo odontológico, como resultado acaba por ser o material de escolha para a confecção de restaurações submetidas à alta concentração de tensões (BELO, SONZA, BORBA, BONA, 2013).

2.2. ZIRCÔNIA MULTICAMADAS

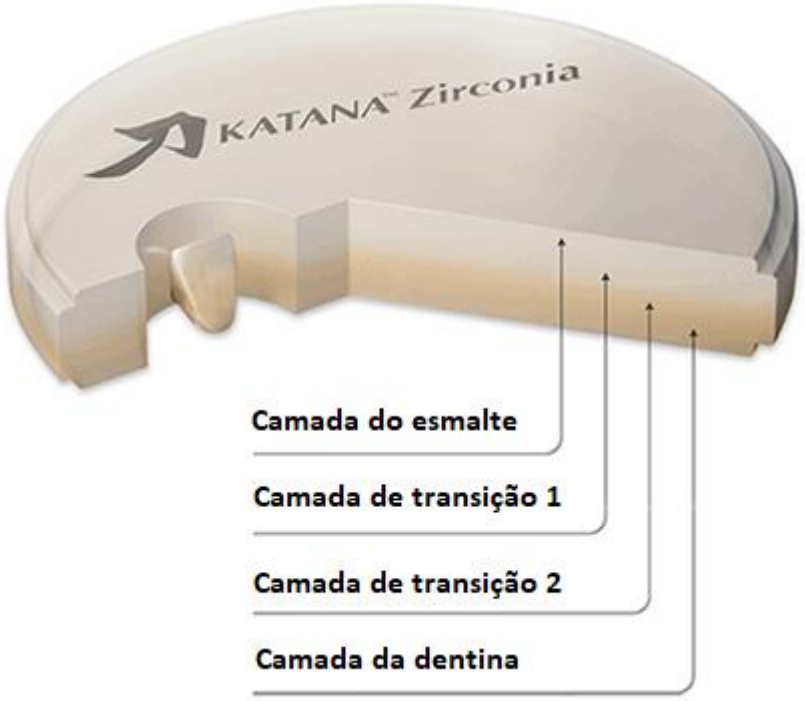
Recentemente as propriedades estéticas das próteses dentárias foram melhoradas com o desenvolvimento de sistemas de zircônias com múltiplas camadas (Figura 3). Devido aos dentes naturais possuírem um gradiente de cor o qual não era mimetizado pelas próteses até então, o projeto de zircônia multi-camadas tenta reproduzir esse gradiente observado nos dentes naturais, sendo a região gengival mais opaca a qual decresce em croma e opacidade até a parte da coroa onde se torna mais translúcida (KOLAKARNPRASERT, 2019).

Esses discos em camadas são disponíveis em três tonalidades: A-Light, A-Dark e B-Light, os quais são aplicados dependendo das cores dos dentes naturais do cliente (UEDA *et al.*, 2015). A empresa Katana (Kuraray Noritake, Japão) foi a primeira empresa no mercado odontológico a promover o desenvolvimento do sistema de zircônia multicamadas, sendo este sistema designado em 3 classes de zircônia: zircônia ultra translúcida em camadas múltiplas (UTML), zircônia super translúcida em camadas múltiplas (STML) e zircônia de alta translucidez múltiplas camadas (HTML). A empresa Katana afirma que essas 3 classes de zircônia podem substituir todas as aplicações de restaurações monolíticas.

Com isso, a partir da sua introdução, como produto inovador, ao mercado odontológico em fevereiro de 2015, houve o direcionamento do foco por parte dos clínicos e pesquisadores para esses sistemas de zircônia monolítico em múltiplas camadas (KOLAKARNPRASERT, 2019).

Um estudo recente sobre as zircônias multicamadas, realizado por Kolakarnprasert (2019), analisou as diferenças presentes em cada camada para dar o efeito de gradiente de cores observado. O resultado mostrou que para cada camada só há distinção quanto aos tipos e quantidades de pigmentos utilizados, sendo eles óxidos metálicos, como exemplos óxidos de titânio e de ferro. Entretanto, não houve diferença significante na translucidez entre as camadas. Ainda nesse estudo, fez-se a avaliação microestrutural e a quantificação das fases presentes entre as 3 classes de zircônia multicamadas (UTML, STML, ML) apresentadas pela Katana. Este estudo revelou que a UTML 5Y-PSZ (Zircônia parcialmente estabilizada com 5mol% Itria) com 75 wt% fase cúbica, com 4,05 (±0,85) μm de tamanho médio de grão, a zircônia STML 4Y-PSZ com 65 wt% de fase cúbica e 2,81 (±0,17) μm de tamanho médio de grão e por fim HTML 3Y-PSZ com <50 wt% de teor de fase cúbica com 0,63 (±0,03) μm de tamanho médio de grão.

Figura 3- Disco de zircônia multi-camadas, demonstrando a divisão das camadas.



Fonte: https://www.kuraraynoritake.eu/en/katana-zirconia.html

As mesmas análises foram realizadas por Inokoshi (2018), apresentando como resultados UTML 5Y-PSZ com 71 wt% fase cúbica, com os maiores grãos 1,71 (±0,36) µm de tamanho médio de grão, a zircônia STML 4Y-PSZ com 60 wt% de fase cúbica e 1,11 (±0,36) µm de tamanho médio de grão e por fim HTML 3Y-PSZ com os menores teores de fase cúbica e os menores tamanhos de grão, 41 wt% e 0,63 (±0,03) µm respectivamente.

Ao se comparar esses resultados, percebe-se uma distinção com relação aos tamanhos de grãos encontrados, entretanto tanto do teor de fase cúbica quanto dos tamanhos de grãos seguiu uma tendência em que UTML>STML>HTML. Estes resultados, segundo Kolakarnprasert (2019), estão de acordo, uma vez que os grãos de zircônia em fase cúbica são frequentemente maiores que os de fase tetragonal.

2.3. CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS DAS ZIRCÔNIAS

Embora a biocerâmica a base de zircônia seja a mais resistente utilizada na odontologia, esta possui uma grande desvantagem em relação a suas propriedades ópticas, em particular, em sua translucidez.

Um material translúcido é caracterizado por ter apenas parte da luz incidente transmitida, devido a interações com contornos de grãos que podem proporcionar espalhamento e dispersão da luz. Um material opaco, por sua vez, é caracterizado por não permitir a passagem da luz incidente através dele, ou seja, este possui transmitância nula. Já

no caso de um material transparente praticamente toda luz incidente é transmitida, possuindo com isso alta transmitância (CALLISTER, 2012), como observado na Figura 4.

Ao incidir em um sólido, parte da luz é refletida, parte é absorvida e parte pode ser transmitida. O fenômeno de reflexão ocorre na interface sólido e ar, em que a luz incidente não adentra o material. Já a absorção é observada quando a energia de um fóton de luz é transferida para um elétron da banda de valência, excitando-o para a banda de condução (ZHANG, 2014).

Essas excitações com absorção associada só podem ocorrer se a energia do fóton for maior que a energia do intervalo de bandas (band gap). Para o caso da zircônia Y-TZP o band gap associado é de cerca de 5,2 eV e 6,0 eV de acordo com o cálculo teórico e a determinação experimental, respectivamente (ZHANG, 2014).

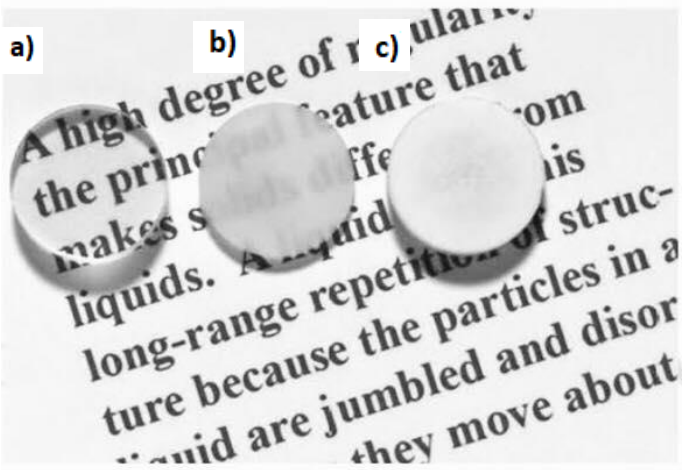
Ambos os valores são bastante maiores que a energia máxima 3,1 eV associada ao comprimento de onda mínimo de 400 nm da luz visível, sugerindo assim que não ocorresse absorção significativa da luz na região visível do espectro resultando em um material inerentemente transparente, mas isso não acontece devido a vários outros fenômenos ópticos envolvidos, que as torna opaca (FRENCH, 1994). Os principais fatores que limitam a translucidez de um sólido - além de reflexão e absorção – são o espalhando da luz por poros, impurezas, defeitos e contornos de grãos (CALLISTER, 2012).

A luz transmitida para o interior da zircônia Y-TZP pode passar por fenômenos de reflexões internas e refração, causando a dispersão/espalhamento da luz como mostra a Figura 4.

Desta forma as propriedades óticas das biocerâmicas (translucência, opacidade, cor) estão intimamente ligadas à sua estrutura cristalina, microestrutura final (tamanho de grão e poros residuais), índice de refração do material, presença de birrefringência e também à rugosidade da superfície.

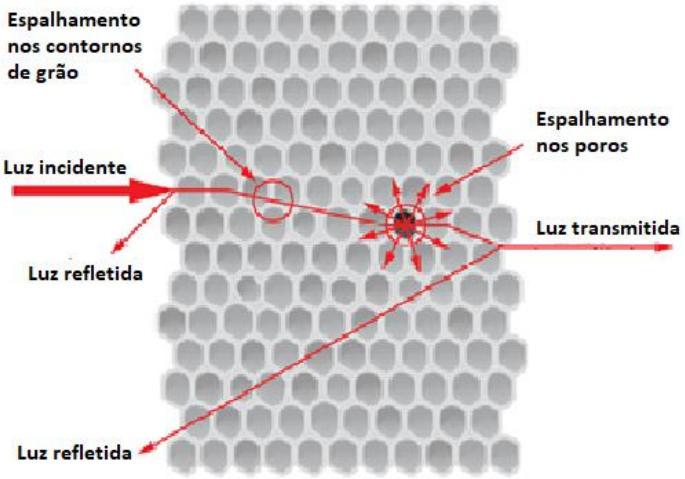
A zircônia Y-TZP tem índice de refração relativamente alto. Ao adicionar alumina, a qual possui um índice de refração diferente da zircônia, a luz ao passar pela zircônia dopada com alumina é espalhada ou absorvida nos limites de grão, o suficiente para tornar a zircônia relativamente opaca. Outros fatores como, condições de processamento, tamanho de partícula e distribuição de tamanho de partículas também desempenham um papel na opacidade da zircônia tetragonal (MCLAREN *et. al.*, 2017)

Figura 4- Demonstração da luz transmitida em três amostras de óxido de alumínio. Sendo a) material monocristalino (safira) transparente b) material policristalino e altamente denso (sem poros) translúcido e c) material policristalino com ~5% de porosidade, opaco.



Fonte: Adaptado de (CALLISTER, 2012).

Figura 5- Interação da luz com a zircônia. Esquema de luz transmitida através da zircônia tetragonal. Perdas na intensidade da luz incidente são devido à reflexão na superfície e o espalhamento da luz por birrefringência nos contornos de grãos e poros.



Fonte: Adaptado de (ZHANG, 2014).

A opacidade da zircônia se agrava, especialmente ao se colocar uma prótese dentária fixa antes de sua aplicação. Esse ato impulsiona a distinção da reflectância e da dispersão de luz as quais são diferentes das apresentadas pelos dentes naturais. Além disso, a aplicação de

camada porcelânica (faceta) se torna necessária sobre a prótese de zircônia com espessura suficiente para cobrir o núcleo opaco de zircônia e se aproximar das propriedades ópticas da dentição natural, o que exige um certo espaçamento, sendo muitas vezes necessário uma redução da estrutura dentária para esse procedimento. Com o intuito de se evitar o lascamento do folheado e a delaminação, nestes casos (ZHANG, 2014).

O objetivo atualmente na odontologia consiste no uso de próteses totalmente em cerâmica, onde a fabricação se de com pouca ou nenhuma aplicação de uma fase secundária, com o intuito de se evitar o lascamento do folheado e a delaminação, sem comprometer a estética. Em outras palavras, o objetivo é desenvolver um material monolítico (ausente da camada de porcelana) com propriedades ópticas as mais próximas possíveis dos dentes naturais (MCLAREN *et al.,* 2017).

Em uma primeira tentativa de uma zircônia mais translúcida procurou reduzir-se o conteúdo de alumina de 0,25% para menos de 0,05%, juntamente com o aprimoramento de técnicas de processamento. Havendo uma preocupação com o controle do tamanho do grão de zircônia e tentando aumentar com isso a densidade do material, minimizando a refração da luz e aumentando a translucidez. Em outro análise, os fabricantes acreditam que a alumina não seria necessária para evitar a degradação em baixa temperatura de transformação (transformação de fase), já que a zircônia a fase cúbica é hidrotermicamente estável. (MCLAREN *et al.,* 2017).

Esta geração de zircônia sem adição de alumina levou a duas marcas serem conhecidas por tais características, sendo elas a BruxZir (Glidewell Laboratories) e a Lava Plus (3M ESPE). Embora esses materiais conseguiram oferecer um leve aumento na translucidez em comparação com a zircônia original, ainda não foram suficientes para serem utilizados na parte anterior, com isso se beneficiam da microcamada mínima da porcelana (MCLAREN *et al.,* 2017).

A mais recente estratégia usada para agregar um aumento na translucidez da zircônia é promover sua estabilização com uma fase cristalina cúbica intercalada com a fase tetragonal. Para isso, aumenta-se o conteúdo de ítria para mais de 8% mol, estabilizando assim a fase cúbica (MCLAREN *et al.,* 2017).

Uma grande variedade de zircônias comerciais vem fazendo o uso dessa estratégia, , denotando o nome de “de alta translucidez” ou “cúbica”, para as zircônias fabricadas com 8 % a 10 % mol de ítria. Exemplos destes incluem: Lava Esthetic (3M ESPE); Katana Zirconia (UTML/STML) (Kuraray Noritake Dental Inc., kuraraynoritake.com); BruxZir Anterior

(Glidewell Laboratories); ArgenZ Anterior (Argen Corp., argen.com); e Imagine (Jensen Corp.) (MCLAREN *et al.*, 2017). Segundo os fabricantes, a quantidade de fase cúbica nesses tipos de materiais varia de 10% a 15% (MCLAREN *et al.*, 2017).

A explicação da fase cúbica da zircônia promover um aumento da translucidez está no fato desta fase ser isotrópica em diferentes direções cristalográficas, o que diminui a dispersão de luz que ocorre nos limites dos grãos (MCLAREN *et al.*, 2017; ZHANG, 2014).

A zircônia cúbica policristalina dentária não deve ser confundida com a zircônia cúbica usada em joalheria, uma vez que estas apresentam transparência devido a estrutura de cristal único, isto é, sem fronteiras de grãos. A estabilização da zircônia cúbica faz com que esta não se transforme à temperatura ambiente; portanto, em baixas temperaturas não sofre tenacificação por transformação ou degradação. Sendo assim, ela se torna mais suscetível a danos mecânicos, embora não ocorra sua degradação com o tempo (MCLAREN *et. al.*, 2017).

A maioria dos fabricantes menciona as zircônias cúbicas tendo uma resistência à flexão de aproximadamente 40% menor em relação a zircônia totalmente tetragonal, estando na faixa de 600 MPa a 750 MPa para resistência à flexão e afirmam que essa biocerâmicas apresentam tanto translucidez quanto resistência para serem usadas em restaurações únicas em qualquer lugar da boca (MCLAREN *et. al.*, 2017). Portanto, o mercado de biocerâmicas de zircônia monolíticas aposta nas zircônias com a presença de ambas as fases intercaladas: fase cúbica e fase tetragonal, a fim de melhorar as características ópticas de translucidez destes materiais.

Outros estudos sugerem a zircônia Y-TZP nanocristalina como forte material no ramo das cerâmicas odontológicas por alegarem que estas exibem tanto propriedades translúcidas como mecânicas desejáveis (CASOLCO, XU, GARAY, 2008; TRUNEC, CHLUP, 2009). Entretanto, o grande desafio está em sua obtenção, estruturas com tamanho de grãos nanometricos de alta qualidade, com pouca ou nenhuma porosidade e defeitos se tornam difíceis de se fabricar (ZHANG, 2014).

2.4. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS ZIRCÔNIAS

A zircônia é um material cerâmico e possui características intrínsecas quanto ao seu comportamento mecânico como, por exemplo, elevada dureza e fragilidade (baixa tenacidade). Em relação ao comportamento mecânico, como a rigidez e resistência, esse material possui valores comparáveis aos dos metais. Por outro lado, é extremamente frágil e altamente suscetível à fratura. A fratura frágil consiste na formação e propagação de trincas

em uma direção perpendicular da força aplicada ao longo da seção transversal do material (FREDEL, ORTEGA, BASTOS, 2018).

A probabilidade da existência de um defeito capaz de iniciar uma trinca pode mudar de uma de um material cerâmico para outro, mesmo sendo processado de mesma forma, com isso geralmente há uma variação e dispersão consideráveis no limite de resistência quando avaliadas mais de uma amostra de um mesmo material cerâmico específico. Essa probabilidade varia de uma amostra para outra do mesmo material, dependendo assim da técnica de fabricação e qualquer tratamento subsequente (HIBBELER, 2010; SOUZA, 1982).

A presença de defeitos muito pequenos no material serve como concentradores de tensão, pontos onde a magnitude da tensão de tração aplicada é amplificada, com isso, os limites de resistências medidos são substancialmente menores do que os estimados na teoria (HIBBELER, 2010; SOUZA, 1982).

Ao contrário das tensões de tração, para tensões de compressão, não existe amplificação da tensão associada aos defeitos existentes. Por essa razão, as cerâmicas frágeis exibem resistências muito maiores em compressão do que em tração (da ordem de um fator de 10) e são geralmente utilizadas quando as condições de amplificação de carga são de imposição de tensões residuais de compressão na sua superfície (SOUZA, 1982)

Para entender o potencial clínico e as limitações de uma cerâmica odontológica, propriedades mecânicas, como a força, são parâmetros fundamentais a serem avaliados (GUAZZATO, ALBAKRY, SWAIN, IRONSIDE, 2002). A zircônia como sendo um material frágil, possui resistência muito menor em tensão do que em compressão, com isso a resistência à flexão é geralmente considerada um método significativo e confiável para avaliar a resistência desse tipo de material (BONA, ANUSAVICE, DEHOFF, 2003).

Um estudo in vitro da zircônia monolítica demonstrou que ela suportou maiores cargas de fraturas em comparação ao dissilicato de lítio monolítico e as metalo-cerâmicas (SUN *et al.,* 2014). Além da resistência à fratura da zircônia monolítica com 1,0 mm de espessura ser igual à da metalo-cerâmica utilizadas em coroas (SUN *et al.,* 2014). Outro estudo in vitro sugeriu o uso de coroas a base de zircônia monolíticas com espessura de 0,5 mm (NAKAMURA *et al.,* 2015). Assim sendo, a zircônia pode servir como substituto para uma liga de metal fundido na região posterior de coroas, fornecendo uma solução funcional e estética por exigir apenas 1,0 mm de espessura, resultando em uma redução mínima (SUN *et al*., 2014).

Em relação ao fenômeno de metaestabilidade apresentada pela zircônia a maioria dos fabricantes menciona a zircônia cúbica com uma resistência à flexão na faixa de 600 MPa a 750 MPa sendo esta resistência 40% menor que a zircônia totalmente tetragonal, Ainda afirmam que essas biocerâmicas têm translucidez e resistência para serem usadas em restaurações únicas em qualquer lugar da boca (MCLAREN *et al*., 2017). Portanto, o mercado de biocerâmica monolítica de zircônia aposta na zircônia com a presença de ambas as fases intercaladas: fase cúbica e fase tetragonal, a fim de melhorar as características de translucidez óptica desses materiais sem deixar a desejar em sua resistência mecânica.

Além disso, como as tensões de ruptura dos materiais frágeis são em função do tamanho da falha no material se faz uso de distribuições estatísticas para analisar a confiabilidade e a variabilidade de resistência do material (BONA, ANUSAVICE, DEHOFF, 2003).

Weibull desenvolveu um desses métodos estatísticos comumente usados para estudo da confiabilidade e da variabilidade de força sendo conhecido como análises estatísticas de Weibull (WEIBULL, 1951).

Os principais parâmetros envolvidos neste método de análise são o módulo de Weibull (*m)* e a força característica (σ) (WEIBULL, 1951). Onde um alto módulo de Weibull indica defeitos menores e maior confiabilidade estrutural (BONA, ANUSAVICE, DEHOFF, 2003).

2.4.1. MODELO DE WEIBULL

Os defeitos, distintos e localizados de forma aleatória, presentes nas cerâmicas ocasiona a fratura sob diferentes tensões tornando-as materiais de baixa reprodutibilidade. Com isso, a confiabilidade e a probabilidade de um material em determinada aplicação, é prevista através do modelo estatístico proposto por Weibull, a partir de dados coletados de sucessivos ensaios de flexão. A distribuição de Weibull é uma distribuição de probabilidade contínua, usada em estudos de tempo de vida de equipamentos e estimativa de falhas (HIBBELER, 2010). A função densidade de Weibull é dado pela Equação 1.

$$F = \frac{m}{\sigma_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m-1} e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \qquad \text{(Equação 1)}$$

Na equação anterior, F é a probabilidade de falha, σ é a tensão de ruptura do material, já σ_0 atende pela tensão na qual 63,2% dos corpos de prova romperam e *m* é o módulo de Weibull ou Coeficiente de repetibilidade que é determinado pela inclinação da reta e sugere a

confiabilidade estrutural do material ou a freqüência com a qual as tensões de ruptura podem se repetir (HIBBELER, 2010; FREDEL, ORTEGA, BASTOS, 2018).

Ajustando-se os parâmetros σ , σ_0 e m da função densidade de probabilidade, pode-se chegar a expressão cumulativa, mostrada na Equação 2.

$$F = 1 - e^{-(\frac{\sigma}{\sigma_0})^m} \quad \text{(Equação 2)}$$

Aplicando-se o logaritmo natural dos dois lados da equação, é possível linearizar a equação cumulativa de Weibull na forma *y= ax +b* como demostrada na Equação 3.

$$\ln [\ln (\frac{1}{1-F})] = m\ln\sigma - m\ln\sigma_0 \quad \text{(Equação 3)}$$

Assim, pode-se construir um gráfico para obterem-se os parâmetros de Weibull (σ_0 e *m*). Para determinação do σo o gráfico de Weibull foi plotado, e este equivale ao ponto no qual a intersecção do eixo das ordenadas. O gráfico foi plotado colocando as tensões em ordem crescente, e utilizou-se um ordenador. Este ordenador serve para relacionar as tensões mais baixas a valores menores (o número 1 está relacionado à tensões mais baixas e o último número à tensões mais altas). Como o ordenador tem seu valor relacionado com a tensão, pode-se então relacioná-lo com a probabilidade de falha para determinadas tensões (HIBBELER, 2010). Então a probabilidade de falha é calculada mediante a Equação 4.

$$P_f = \frac{n}{N+1} \quad \text{(Equação 4)}$$

Onde P_f é a probabilidade de falha *n* é a ordem numérica crescente das medidas de tensão (ordenador) N é o número total de observações.

Com isso, pode-se encontrar os valores do eixo das ordenadas através da Equação 5.

$$\ln [\ln (\frac{1}{1-P_f})] \quad \text{(Equação 5)}$$

2.5. PRODUÇÃO DE PRÓTESES ODONTOLÓGICAS

O uso de cerâmicas como próteses fixas foi impulsionado pela introdução da tecnologia CAD/CAM (Computer Aided Design – Computer Aided Machining) na Odontologia (GOLVEIA, 2016).

A produção de próteses totalmente a base de biocerâmicas de zircônia tetragonal, tetragonal-cubica e recentemente nanocristalinas são fornecidas pelos produtores na forma de blocos pré- sinterizados (ou no estado verde). O processamento para dar forma às estruturas protéticas (coroas, pilares, etc.) consiste na adaptação à tecnologia de Projeto Auxiliado por Computador/Manufatura Assistida por Computador (CAD/CAM), ou usinagem via CAD/CAM, como mostra a Figura 6.

Figura 6- Usinagem de bloco de zircônia Y-TPZ para obtenção de próteses via CAD/CAM.

Fonte: https://www.rolanddg.pt/galeria/profesionais/dental/davalmed

Após a obtenção das próteses por usinagem das biocerâmicas monolíticas a base de zircônia, estas são pigmentadas, a fim de obter a tonalidade da cor do dente de cada paciente. Para isso são fornecidos, pelos próprios fabricantes de zircônia, pigmentos específicos (ou soluções pigmentadas) para reproduzir as distintas tonalidades de cor dos dentes.

Poucos estudos relatam a influência do substrato (cerâmica monolítica) na cor final obtida. A rugosidade da superfície, a microestrutura e a estrutura da cerâmica monolítica podem ser fatores importantes na determinação da cor final obtida, pois o substrato pode influenciar significativamente neste caso, devido à ausência de camada porcelânica.

2.6. PROPRIEDADES ÓPTICAS DOS SÓLIDOS

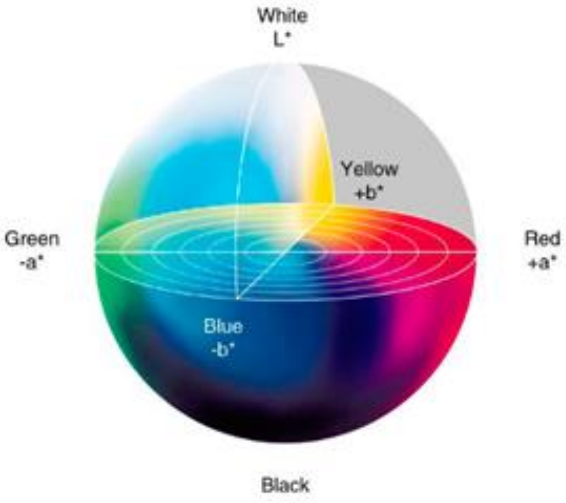
2.6.1. Índice de translucidez do material (TP)

A obtenção dos parâmetros colorimétricos L*a*b* do sistema CIELab (das amostras sobre fundo branco e preto através do uso de um espectrofotômetro UV-Vis possibilitam o cálculo do índice de translucidez do material (TP) como proposto por Johnston WM, et. al. (1995) e aplicado para estudos recentes da translucidez de zircônias (INOKOSHI *et al*., 2018).

No sistema CIELab, como pode ser observado na Figura 7, o parâmetro L* indica luminosidade e os parâmetros a* e b* são as coordenadas de cromaticidade, sendo + a* indicando a direção do vermelho, - a* a direção do verde, + b* a direção do amarelo, e - b* a direção azul.

O parâmetro de translucidez (TP) é definido como a diferença de cor do material sobre suportes preto e branco com espessuras uniformes, e corresponde com isso a avaliação visual da translucidez (JOHNSTON, REISBICK, 1997). Outra ferramenta para avaliar a translucidez é a porcentagem de transmitância (T%) no qual é medido a intensidade da luz que atinge o detector, a intensidade de luz que passa pelo objeto e a intensidade de luz dispersa (BRODBELT, O'BRIEN, FAN, 1980).

Figura 7- Sistema de cordenadas CIELab.



Fonte: *sensing.konicaminolta.com.br*

O parâmetro de translucidez (TP) é obtido calculando a diferença entre os valores de L*, a*, b* da amostra obtidos medindo-a sobre fundo branco e sobre fundo preto, como apresentado na Equação 6, onde *w* e *b* representam medidas sobre fundo branco (*white*) e preto (*black*) respectivamente.

$$TP = [(Lw^* - Lb^*)^2 + (aw^* - ab^*)^2 + (bw^* - bb^*)^2]^{1/2} \qquad \text{(Equação 6)}$$

2.6.2. Razão de contraste (CR)

A razão de contraste (CR) também é um parâmetro de avaliação de propriedades ópticas geralmente utilizado para expressar a translucidez e/ou opacidade de cerâmicas (SULAIMAN *et al.*, 2015).

O CR é definido como a relação de iluminância (Y) do material de teste quando colocado sobre um fundo preto (Yb) para a iluminância do mesmo material quando colocado sobre um fundo branco (Yw), (HEFFERNAN, *et al.*, 2002) onde 0 é mais translúcido e 1 é mais opaco. A razão de contraste (CR) das amostras é calculada de acordo com a Equação 7.

$$CR = Yb/Yw \qquad \text{(Equação 7)} \qquad \text{onde: } Y = [(L + 16)/116]3\times 100$$

2.6.3. Modelo de Kubelka-Munk (K-M)

O comportamento de absorção e espalhamento da luz de um material pode ser quantificado pelo modelo de Kubelka-Munk (K-M), baseado na caracterização dos coeficientes de absorção da luz (K) e coeficiente de espalhamento da luz (S). Esta abordagem foi desenvolvida com o propósito de explicar a propagação da luz em um meio turvo através da análise de dois fluxos de radiação eletromagnética.

A análise de K-M possui três restrições: o iluminante incidente é assumido como difuso; assume-se que os elementos espalhadores estão aleatoriamente e uniformemente distribuídos; a reflexão superficial pode ser ignorada (TAIRA *et al.*, 1999).

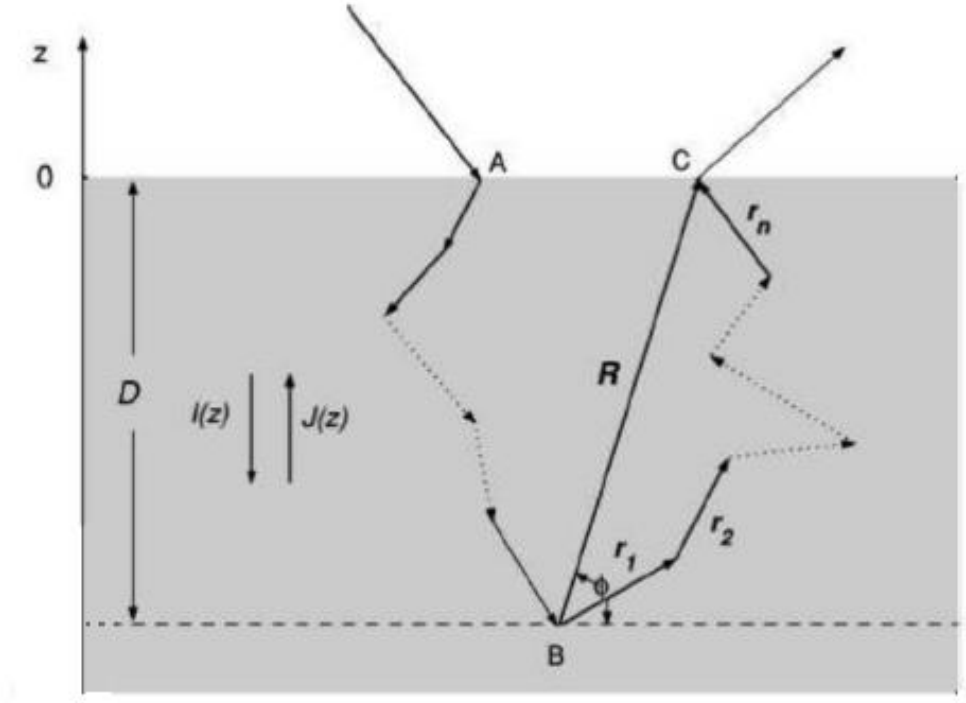
O fluxo de radiação J representa a média de todos os raios que se propagam na direção +z para a região superior, já o fluxo I consiste na média de todos os raios propagando na direção -z para a região inferior (Figura 8). Esses fluxos propagados nas duas direções são

caracterizados pelos coeficientes de absorção e espalhamento, K e S, respectivamente (YANG, KRUSE, 2004) por meio das equações 8 e 9.

$$dI = -(K + S)Idz + SJdz \quad \text{(Equação 8)}$$

$$dJ = (K + S)Jdz – SIdz \quad \text{(Equação 9)}$$

Figura 8- Diagrama esquemático de espalhamento de luz em um meio turvo



Fonte: (Yang; Miklavcic, 2005)

Os coeficientes de absorção e espalhamento, K e S, são expressos em função da reflectância e transmitância da amostra, de modo que podem ser obtidos a partir do espectro de reflectância de cada amostra sob fundo branco e preto, além do espectro de reflectância característico do fundo branco, de acordo com (TAIRA *et al*., 1999; RAGAIN; JOHNSTON, 2001):

$$R = \frac{1- R_g[a-bctgh(bSX)]}{a- R_g+bctgh(bSX)} \quad \text{(Equação 10)}$$

$$T = \frac{b}{\text{asinh}(bSX)+bcosh(bSX)} \quad \text{(Equação 11)}$$

$$K = S(a-1) \quad \text{(Equação 12)}$$

$$b = \sqrt{a^2 - 1} \quad \text{(Equação 13)}$$

sendo X , a espessura do material e Rg é a reflectância do fundo. A determinação de K e S parte dos valores de reflectância medidos experimentalmente de uma amostra sobre fundo branco e preto e utiliza-se as seguintes equações em complemento com as Equações 11 e 12 (THOMAS, DOREMUS, 1976):

$$a = \frac{1}{2}\left(R_{sw} + \frac{R_{sb} - R_{sw} + R_w}{R_{sb} R_w} \right) \quad \text{(Equação 14)}$$

$$S = \frac{1}{bX} coth^{-1}\left(\frac{1 - a\, R_{sb}}{b R_{sb}} \right) \quad \text{(Equação 15)}$$

onde, R_{sb}, R_{sw} e R_w são as reflectâncias da amostra sobre um fundo preto, da amostra sobre um fundo branco e do material do fundo branco, respectivamente, e X é a espessura do material.

A partir das Equações 3 a 9 é possível predizer os valores de reflectância, R, sobre qualquer fundo (de reflectância conhecida) e de transmitância, T, sem fundo, em qualquer espessura, estes provenientes dos valores dos coeficientes de absorção, K, e espalhamento, S, de um material translúcido.

Teoricamente o modelo de K-M pode predizer com sucesso o espectro de reflexão ou transmissão e a cor de materiais translúcidos espalhadores de luz com diferentes espessuras, em vários fundos. Diversos autores aplicaram com êxito o modelo K-M para estudo das propriedades ópticas de materiais odontológicos como o esmalte e dente humano (RAGAIN, JOHNSTON, 2001), porcelanas (DAVIS, JOHNSTON, SABA, 1994) e materiais para restauração (LEE, 2007).

Pecho et al. (2015) aplicou o modelo K-M para estudo comparativo do comportamento óptico de zircônias dentárias e dentes naturais, o que evidencia a aplicabilidade do modelo para o caso em estudo.

2.7. TRATAMENTO SUPERCIAL DA ZIRCÔNIA - JATEAMENTO

O principal problema clínico com o uso de zircônia cerâmica é a dificuldade em conseguir uma ligação adequada com substratos sintéticos pretendidos ou tecidos naturais (THOMPSON, STONER, PIASCIK, SMITH, 2011; TZANAKAKIS, TZOUTZAS, KOIDIS, 2016).

Para melhorar sua molhabilidade e a resistência de união entre o núcleo cerâmico e o cimento na superfície do pilar (estrutura que procede a aplicação da prótese) e entre a superfície externa e a porcelana de revestimento na superfície externa as coroas dentárias feitas de zircônia são submetidas a tratamentos de superfície (CHINTAPALLI, RODRIGUEZ, MARRO, ANGLADA, 2014). No entanto, as tradicionais técnicas adesivas que são aplicadas a cerâmicas à base de sílica não se aplicam à cerâmica Y-TZP (SASSE, ESCHBACH, KERN, 2012; KERN, WEGNER, 1998).

A superfície das cerâmicas à base de sílica quando atacadas com ácido fluorídrico seguida de silanização, sendo este um tratamento superficial que promove a melhora a aderência da ligação entre a superfície cerâmica e o cimento resinoso, (KERN, 2015; ATTIA, KERN, 2011; SMITH *et al.*, 2011) entretanto esse tratamento superficial não pode ser realizado nas cerâmicas a base de zircônia, uma vez que o ácido fluorídrico não reage com a zircônia, impossibilitando a criação de regusidade e intertravamento micromecânico (KERN, 2009).

Como alternativa, tem-se usado a abrasão da superfície das zircônias com partículas de alumina esféricas, essa técnica consiste no impacto da superfície com partículas duras em altas velocidades, corroendo assim o material e deixando uma superfície áspera, resultando em limpeza da superfície da cerâmica, remoção das impurezas, aumento da área superficial, e modificação da energia superficial e molhabilidade (MOON *et al*, 2016). Com isso tem-se um efeito positivo sobre a durabilidade da ligação resina-zircônia. (KOSMAC *et at*., 1999; CHINTAPALLI, RODRIGUEZ, MARRO, ANGLADA, 2014).

O jateamento de uma superfície de zircônia policristalina tetragonal (TZP) além de aumentar a rugosidade, pode induzir a transformação da fase tetragonal-monoclínica (t-m), tensões residuais compressivas, além de danos na zona próxima da superfície devido aos impactos das partículas de alumina em alta velocidade (KOSMAC *et al.*, 1999, ZHANG *et al.*, 2004, SATO *et al*., 2008).

Assim, dependendo dos valores de pressão, tamanho de partícula e distância utilizadas, a abrasão de partículas à base de alumina pode afetar de forma negativa a durabilidade da

ligação resina-zircônia. A observação de falhas, detritos, microtrincas, partículas de alumina incorporadas durante a abrasão de partículas aerotransportadas podem danificar as superfícies da cerâmica Y-TZP e degradar o desempenho de longo prazo das coroas de cerâmicas (HALLMANN, ULMER, REUSSER, HAMMERLER, 2012).

O processo de mastigação em ambiente oral consiste no desenvolvimento de cargas de contato cíclico nas restaurações dentárias à base de zircônia. Sendo assim, as propriedades mecânicas das restaurações como resistência, dureza, tenacidade à fratura, limiar de crescimento de trinca subcrítico e presença de tensões residuais são parâmetros críticos que influenciam o desempenho a longo prazo das restaurações (CHINTAPALLI, RODRIGUEZ, MARRO, ANGLADA, 2014).

Vários autores tem estudado a influência das condições de jateamento, tais como tamanho de partícula e pressão sobre a resistência mecânica e rugosidade das amostras de zircônia. Dentre eles, houve o relato do não encontro de diferenças significativas na rugosidade superficial da zircônia dental (LAVA 3Y-TZP) após ser jateada com partículas de alumina de tamanhos 25, 50 e 110 µm a 4,8 bar de pressão (CURTIS *et al.*, 2006). Como reforço a esta evidência, Ozcan et al. (2013) após jatear a superfície com partículas de alumina de 110 µm revestidas com sílica a 2,8 bar de pressão amostras de zircônia dental (3Y-TZP VITA InCeram) não encontrou mudança na rugosidade. Entretanto, para partículas de alumina de 50 µm sem o revestimento de sílica observou maior rugosidade sob a mesma pressão.

Por outro lado, houve relatos de aumento da resistência mecânica pelo jateamento com partículas de 70 e 110 µm a 4 bar (BAN, 2008; SATO *et al*., 2008). Da mesma forma, Kosmac *et al*., 2007a também observou tal aumento na resistência proveniente do jateamento com partículas de alumina de 110 µm a 4 bar, embora o material jateado tenha menor módulo de Weibull quando comparado ao grupo de controle. Souza *et al.*, 2013 também relata este aumento na resistência, mas para partículas de alumina de 50 e 100 µm e partículas de sílica de 30 e 110 µm a 2,5 e 3,5 bar de pressão.

Entretanto, alguns autores observaram que não ouve mudanças significantes na resistência à flexão biaxial média de cerâmicas odontológicas à base de zircônia das marcas Lava e Cercon após estas passarem por tratamento superficial de jateamento com partículas de 25, 50 e 110 µm em 4,8 bar de pressão em relação ao grupo não tratado (CURTIS *et al.*, 2006; KARAKOCA, YILMAZ, 2009). Por sua vez, Wang *et al*. (2008) notou que a resistência

aumentou quando jateada com alumina de 50 µm de tamanho de partícula e diminuiu com 120 µm de tamanho de partícula, sob pressão de 3,5 bar.

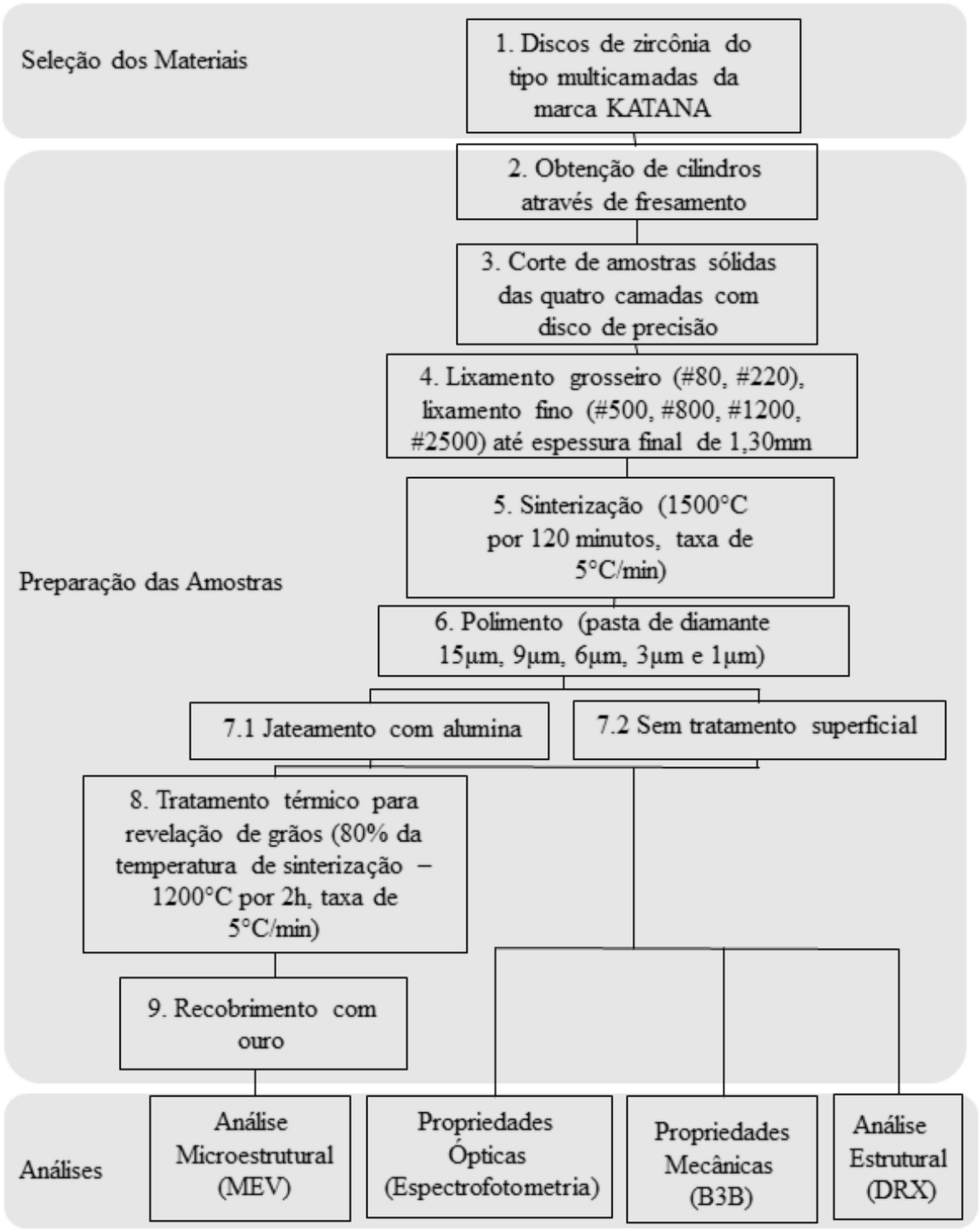
Um estudo mais recente desenvolvido por Chintapalli, Rodriguez, Marro, Anglada, 2014 analisou o jateamento de partículas com 110 e 250 µm sob pressões de 2 e 4 bar e concluiu que a maior resistência sob esforço biaxial da 3Y-TZP foi adquirida com o jateamento por partículas de 110 µm a 2 bar, e houve redução da resistência quando submetida a partículas de 250 µm.

A integridade estrutural e o desempenho das coroas e implantes dentais sob cargas de contato dependem de maneira crucial da microestrutura e das propriedades mecânicas destas. Durante o processo de jateamento podem ser produzidas microtrincas, sendo estas responsáveis pela redução da deformação elástica da superfície da zircônia (ZHANG *et al*. 2004). Já o aumento na resistência após o jateamento é frequentemente atribuído à transformação de fase t-m associada à geração de tensão residual de compressão (BAN, 2008; SATO *et al.*, 2008). Com isso, a resistência final do material é dada como o produto de um balanço entre o dano e a tensão residual de compressão gerada pelo impacto das partículas.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este tópico tem a finalidade de explicar detalhadamente a metodologia utilizada neste trabalho, desde a preparação das amostras até as análises executadas. A Figura 9 apresenta um fluxograma que resume a metodologia utilizada.

Figura 9- Fluxograma da metodologia utilizada na pesquisa.

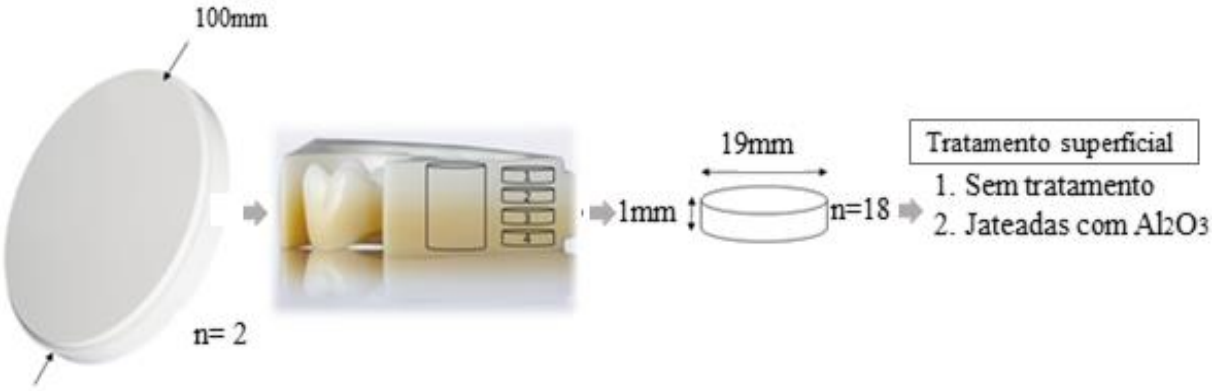


Fonte: Autor, 2019.

3.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

O processo iniciou-se com a aquisição de dois discos zircônia (n=2) estalizada com ítria pré sinterizadas do tipo multi-camadas (HTML) da empresa KATANA de coloração “A Light”, tais discos apresentavam dimensões de 100 mm de diâmetro e 14 mm de espesssura. O fluxograma seguido para preparação das amostras pode ser visto na Figura 10.

Figura 10- Fluxograma indicativo da preparação das amostras.



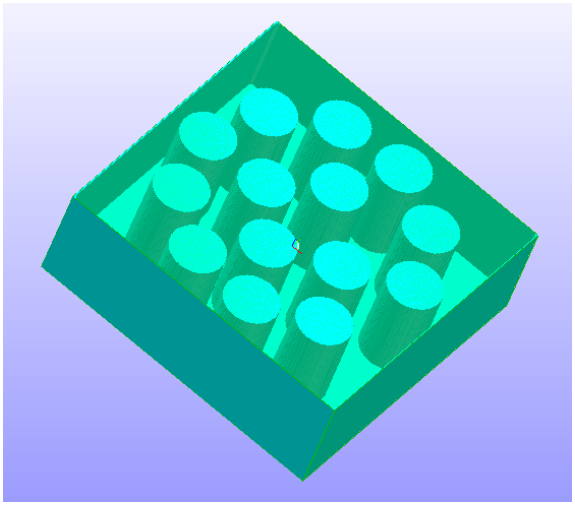
Fonte: Autor, 2019.

A primeira etapa de preparação das amostras foi realizada por fresamento dos discos, a fim de obter amostras cilindricas com 19 mm de diâmetro e 14 mm de espessura (altura do disco), o que foi possível a partir da construção de um desenho em SolidWorks, como pode ser observado na Figura 11. Com auxílio do software SRP Player fez-se a abertura do desenho, o qual foi fresado por uma fresadora Roland modelo MDX-40 com velocidade de corte (Vc) de 140 m/min, avanço por dente (f) de 0,016 mm, profundidade de corte (Ap) de 0,10 mm.

A etapa de fresamento permitiu a obtenção de 14 cilindros de cada disco, totalizando 28 cilindros. Os cilindros foram então cortados, em 3 secções transversais à sua altura, para obter amostras de quatro camadas distintas do disco. O corte foi realizado com uma cortadora de precisão Isomet 1000 da marca Buehler com disco de diamante, em uma velocidade de 300 rpm de modo a obter de cada cilindro fresado, 4 discos de 3,5 mm de espessura cada. Devido a fragilidade dos cilindros e a falta de um suporte adequado para o corte, houve uma redução

do número de cilindros de 14 para 9, os quais possibilitaram (n=18) amostras de cada camada, totalizando um total de 72 amostras.

Figura 11- Desenho em Solidworks para obtenção dos cilindros de zircônia



Fonte: Autor, 2019.

Como as amostras estavam pré sinterizadas sua dureza permitia facilmente o desbaste até a espessura desejada, através do processo de lixamento grosseiro (lixas #80, #220) em uma politriz Aratec modelo Aropol, para obter a espessura de 1,40 mm. Um lixamento fino com lixas #500, #800, #1200 e #2500 também foi executado até a espessura de 1,30 ± 0,1 mm.

Seguiu-se para a sinterização das amostras, a qual foi realizada em um forno EDG modelo EDG10P-S, a 1500 °C, por 120 min com taxa de aquecimento de 5°C/min. Com as amostras já sinterizadas, fez-se o polimento das mesmas com pasta de diamante (15 µm, 9 µm, 6 µm, 3 µm e 1 µm), garantindo a obtenção de uma superfície lisa e livre de imperfeições com espessura, após retração volumétrica de 20% apresentada pela zircônia na sinterização e polimento, de 1,00 ± 0,1 mm. Espessura essa correspondente a recomendações clinicas de manufaturas a coroas de dentes posteriores (KOLAKARNPRASERT, 2019).

Das amostras adquiridas até está etapa, metade (9 amostras) de cada camada fez parte do grupo das amostras sem tratamento superficial, onde de cima (parte com coloração mais branca) para baixo (parte com coloração mais amarelada), denominadas de C1S, C2S, C3S e C4S.

Um estudo mais recente desenvolvido por Chintapalli (2014) analisou o jateamento de partículas com 110 e 250 µm sob pressões de 2 e 4 bar e concluiu que a maior resistência sob

esforço biaxial da 3Y-TZP foi adquirida com o jateamento por partículas de 110 µm a 2 bar, e houve redução da resistência quando submetida a partículas de 250 µm. Com isso, optou-se pela execução do jateamento com partículas de óxido de alumínio e granulometria de 110 µm a pressão de 2 bar e 25 mm de distância de jateamento com o auxílio de uma jateadora da Central Prótese modelo Central de Jateamento III PRESS TURBO, o jateamento ocorreu por um tempo de cerca de 15 segundos sobre 9 amostras de cada camada adquirida. A limpeza da superfície foi então feita por um ultrassom Ultronique com água destilada durante 20 minutos.

O restante das amostras após jateamento com partículas de alumina compôs o outro grupo de análise, onde de cima (parte com coloração branca) para baixo (parte com coloração mais amarelada), foram denominadas de C1J, C2J, C3J e C4J.

As comparações realizadas neste trabalho foram feitas através da análise estatística de variância (ANOVA) com nível de significância de 95%.

3.2. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES ÓPTICAS

As amostras preparadas foram visualizadas sobre um papel Leneta (papel usado para padronizar o fundo branco e o fundo preto) a fim de verificar se é possível distinguir visualmente a translucidez das amostras como aspecto visível.

As propriedades ópticas foram determinadas usando espectrofotômetro UV-Vis Konica Minolita CM3600A (d/8), segundo a norma ASTM E 308-85 (American Society for Testing and Materials).

Realizou-se as medidas de reflectância das amostras sob iluminante D65, observador 10°, sobre fundo branco e preto (Papel Leneta® Form 2ª-H-OPACITY) obtendo-se a curva de reflectância para comprimentos de onda da luz visível (400 à 700 nm), e os parâmetros colorimétricos do sistema CIELab (L*a*b*) das amostras sobre cada um dos fundos. O equipamento fornece automaticamente a curva média de reflectância das amostras que, nesse caso, apresentam certo grau de translucidez (levando em consideração a influência dos fundos). O índice de amarelamento YI E313-10 também foi determinado nas medidas espectrofotométricas.

Com os parâmetros colorimétricos do sistema CIELab (L*a*b*) das amostras fornecidos pelo equipamento sobre fundo branco e fundo preto e a respectiva curva de reflectância foi possível a obtenção dos valores de TP (índice de translucidez), CR (razão de contraste). Já as curvas de transmitância das amostras, bem como seu comportamento de

absorção e espalhamento da luz foram obtidas a partir dos dados de reflectância, mediante a determinação dos coeficientes de absorção (K) e dispersão (S) da luz do modelo de Kubelka-Munk (K-M).

Como o modelo de Kubelka-Munk (K-M) resulta em um espectro no intervalo de comprimentos de onda de 400 à 700 nm, foram selecionados os comprimentos de onda equivalentes a 400, 500 e 600 nm para serem analisados e comparados.

3.3. RUGOSIDADE SUPERFICIAL

A determinação da textura superficial teve inicialmente papel importante na avaliação do desempenho de peças. É pertinente considerar que a importância desse aspecto superficial tem mudado com o passar do tempo e como ela depende da escala de tamanho da peça e do seu respectivo processo de fabricação. (WHITEHOUSE, 1997).

A rugosidade pode ser medida de diversas formas, e está relacionada com o tamanho de picos e vales presentes na superfície do material a ser analisado. Dentre as formas de medição estão presentes três diferentes grupos de instrumentos, que são: instrumentos de perfil completo, instrumentos com capacidade limitada de parâmetros e de perfil e instrumentos somente de parâmetros.

Neste trabalho foi utilizado um perfilometro, identificador de forma e rugosidade, com apalpador de diamante com raio de 2 µm com ângulo de conicidade de 90º, sendo esse um instrumento de medição por sensor de contato onde explora-se uma superfície através do contato direto e adquire os desvios na forma do perfil. Esse instrumento também calcula parâmetros e podem emitir relatórios do perfil graficamente.

As análises foram feitas em 3 amostras de cada camada com diferentes posições de varredura, os dados obtidos foram tratados de acordo com o software *Mountais Map*, e os valores de Rugosidade aparente (*Ra*) foram inseridos em uma tabela juntamente com seus desvios padrões para termos comparativos.

3.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

A estrutura cristalina das amostras foi determinada usando a técnica de DRX, com recurso à utilização da máquina Rigaku Miniflex II, com radiação Cu-Kα (λ=1,5418Å) e detector de iodato de sódio acoplado a 30 kV e 15 mA. As análises foram realizadas na

configuração de geometria θ/2θ com um varrimento entre 20º e 90º, com passo de 0,05º e um tempo de integração de 1 segundo por passo.

3.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A caracterização microestrutural das amostras das diferentes camadas da zircônia Y-TZP preparadas nesse trabalho exigiu inicialmente uma preparação das amostras perante ataque térmico a 1200 ºC por 120 min e taxa de aquecimento de 5 ºC/min (de uma amostra de cada camada), e para os dois grupos avaliados, ou seja, amostras sem jateamento e após o jateamento com alumina. Posteriormente as amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro.

A observação da microestrutura das amostras de zircônia foi realizada em um microscópio eletrônica de varredura (MEV) retroespalhado do fabricante HITACHI, modelo TM3030 que opera com filamento de tungstênio com potencial de aceleração de 15kV. A ampliação utilizada para visualização dos contornos de grãos das amostras foi de 7000x e 10000x para todas as amostras analisadas.

3.6. ENSAIO MECÂNICO DE FLEXÃO A TRÊS PONTOS (B3B)

Através do ensaio de flexão pode-se determinar a tensão de ruptura de um lote de amostras, e a partir destes dados realizar uma análise estatística para estimar o comportamento mecânico de toda uma população através, da determinação dos parâmetros de Weibull (FREDEL, ORTEGA, BASTOS, 2018).

O ensaio de flexão a três pontos foi realizado em uma máquina universal de ensaios da marca MTS e modelo Exceed model E42, utilizando-se uma velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os resultados da fratura dos corpos de prova foram obtidos e dispostos em ordem crescente de tensão, para posteriormente haver a plotagem e linearização das curvas de acordo com o modelo de Weibull.

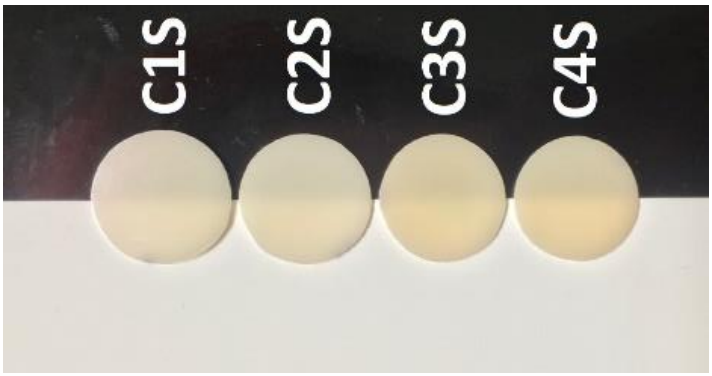
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. PROPRIEDADES ÓPTICAS

4.1.1. Aspecto visível

A imagem do aspecto final de uma das amostras das quatro camadas sobre papel Leneta pode ser visto na Figura 12.

Figura 12- Aspecto visual das amostras das quatro diferentes camadas quando observadas sobre papel Leneta®.



Fonte: Autor, 2019.

As diferenças ópticas das amostras quanto ao índice de amarelamento já são possíveis de serem observadas quanto na análise visual (as camadas C3S e C4S apresentam-se mais amareladas), entretanto torna-se difícil a distinção entre outros parâmetros como nível de translucidez e opacidade das amostras.

4.1.2. L* a* b*, Opacidade (%) e índice de amarelamento YI E313-10

A Tabela 1 apresenta os parâmetros fornecido pelo equipamento sobre fundo preto e fundo branco, sendo eles; L* a* b*, opacidade (%) e índice de amarelamento (YI E313-10) das quatro camadas obtidas antes e após o jateamento com partículas de alumina, bem como seus respectivos desvios padrões.

A análise comparativa dos parâmetros adquiridos executada através da análise de variância (ANOVA), demonstrou que houve diferença significativa dos valores de opacidade (%) quando comparado a amostras C2S com a amostra C4S, este fato pode representar a diferença de opacidade entre a extremidade superior e inferior dos discos, contudo este fato deve ser comprovado pelos demais resultados obtidos.

Dentre as amostras jateadas, as comparações feitas entre C1J e C2J, C2J e C3J, C1J e C4J, C2J e C4J resultaram em diferenças significativas quanto a sua opacidade (%), podendo indicar que o jateamento modificou em diferentes graus a superfície das amostras de modo a ocorrer alteração da opacidade entre elas.

Tabela 1- Valores de L* a* b*, opacidade (%) e índice de amarelamento (YI E313-10) das quatro camadas obtidas antes e após o jateamento com partículas de alumina.

Amostra	Fundo	L*	a*	b*	Opacidade (%)	YI E313-10
C1S	Branco	84,73 ± 049	-1,13 ± 0,47	13,76 ± 0,35	80,81 ± 1,30	22,22 ± 0,42
	Preto	77,58 ± 0,52	-1,81 ± 0,15	7,07 ± 0,21		
C2S	Branco	84,11 ± 0,34	-1,13 ± 0,65	14,39 ± 0,64	80,14 ± 1,27	23,15 ± 1,17
	Preto	76,76 ± 0,14	-1,88 ± 0,50	7,53 ± 0,49		
C3S	Branco	82,11 ± 0,26	0,27 ± 0,29	18,43 ± 0,29	81,46 ± 1,91	31,37 ± 0,46
	Preto	75,97 ± 0,09	-1,43 ± 0,35	11,05 ± 0,34		
C4S	Branco	81,56 ± 0,22	0,47 ± 0,54	19,10 ± 0,53	82,41 ± 1,38	32,55 ± 0,78
	Preto	75,59 ± 0,10	-1,38 ± 0,28	11,68 ± 0,28		
C1J	Branco	85,40 ± 0,63	-1,40 ± 0,22	13,80 ± 0,17	80,35 ± 1,34	21,87 ± 0,69
	Preto	77,98 ± 0,87	-1,91 ± 0,06	6,83 ± 0,17		
C2J	Branco	83,99 ± 0,26	-1,42 ± 0,07	15,09 ± 0,21	79,21 ± 0,70	24,14 ± 0,41
	Preto	76,61 ± 0,23	-2,06 ± 0,03	7,89 ± 0,21		
C3J	Branco	82,18 ± 0,56	-0,15 ± 0,13	18,92 ± 0,45	81,13 ± 1,12	31,85 ± 0,76
	Preto	75,61 ± 0,48	-1,65 ± 0,06	11,28 ± 0,43		
C4J	Branco	81,27 ± 0,50	0,20 ± 0,12	19,32 ± 0,44	82,28 ± 0,95	33,01 ± 0,70
	Preto	75,13 ± 0,29	-1,47 ± 0,06	11,91 ± 0,30		

Fonte: Autor, 2019.

Já no caso do índice de amarelamento YI E313-10, tanto para as amostras sem tratamento superficial como as amostras jateadas, apenas a comparação feita entre as camadas CS1 e CS2 não apresentou diferença significativa, podendo ser explicado pelo fato destas estarem bastante próximas uma da outra e mais próximas à parte superior do disco.

O restante das camadas demonstrou o gradiente de amarelamento tendendo para a parte inferior do disco, apresentando um valor inferior do índice de amarelamento para a camada superior o qual aumentou gradativamente conforme a camada se aproximava da face inferior do disco, além disso houve diferença significativa, por parte do Anova. Tal afirmação é reforçada pelo fato das camadas superiores apresentarem menores valores do parâmetro colorimétrico +b* quando comparados aos valores das camadas inferiores, constatando diferença significativa entre eles. De acordo com o sistema CIELab quanto maior os valores de +b* maior o amarelamento do objeto analisado.

Um estudo recente sobre as zircônias multicamadas, realizado por Kolakarnprasert et al. (2019), analisou as diferenças presentes em cada camada para dar o efeito de gradiente de

cores observado; o resultado encontrado foi que para cada camada há distinção de cor provocada pelos tipos e quantidades de pigmentos utilizados, sendo eles óxidos metálicos, como exemplos óxidos de titânio e de ferro, mas não há diferença significante na translucidez de cada camada.

4.1.3. Índice de translucidez (TP) e razão de contraste (CR)

Os valores obtidos através da aplicação das Equação 6 e Equação 7 para os valores de TP e CR respectivamente, para as amostras das quatro camadas antes e depois do jateamento são apresentadas na Tabela 2.

O valor médio de TP resultante foi de 9,84% nas amostras sem jateamento, já a comparação das camadas pelo ANOVA resultou na inexistência de diferença significativa dos valores de TP para esse grupo de amostras. Fato talvez já conhecido uma vez que todos os artigos estudados assumem um índice de translucidez único pra cada disco, mesmo estes sendo do tipo multicamadas (INOKOSHI *et al*., 2018; KOLAKARNPRASERT *et al*.; 2019, CHOI *et al.;* 2019).

Tabela 2- Valores de TP e CR obtidos para as amostras das quatro camadas antes e depois do jateamento com partículas de alumina

Amostra	TP	CR
C1S	9,83 ± 0,55	0,80 ± 0,01
C2S	9,92 ± 0,53	0,80 ± 0,01
C3S	9,97 ± 0,82	0,81 ± 0,01
C4S	9,64 ± 0,56	0,82 ± 0,01
C1J	9,82 ± 0,54	0,80 ± 0,01
C2J	10,44 ± 0,28	0,79 ± 0,01
C3J	10,05 ± 0,51	0,81 ± 0,01
C4J	9,61 ± 0,47	0,82 ± 0,01

Fonte: Autor, 2019.

Em um estudo Inokoshi et al. (2018), fez a análise deste parâmetro perante quatro discos do tipo multicamadas, dentre eles o disco de zircônia multicamadas (HTML) da marca Katana, mesmo utilizado neste trabalho, com amostras de 0,5 mm de espessura entretanto foi usado uma gota de glicerol, com índice de refração (n) igual a 1,472, entre a amostra e o fundo o que segundo o autor minimizaria descontinuidades ópticas proporcionadas pelo

ensaio. Além disso não houve menção da cor do disco utilizado. Nesse caso o ensaio revelou um valor de índice TP de 28 para este tipo de disco.

Kolakarnprasert et al. (2019), avaliou 3 tipos de zircônia do tipo multicamadas sendo elas zircônia multicamadas ultra translucida (UTML), zircônia multicamadas super translucida (UTML) e zircônia multicamadas (HTML) em três espessuras (0,4 mm, 0,8 mm e 1,0 mm). O autor constatou que o bloco de zircônia HTML possuiu o menor valor de translucidez em comparação aos outros analisados. Sendo os valores obtidos do índice TP para esse tipo de disco de 33% para os corpos de prova de 0,4 mm, 26% para espessuras de 0,8 mm e 23% para espessuras de 1,0 mm, assim como Inokoshi 2018, o autor também fez uso da gota de glicerol entre a amostra e o fundo com o intuito de minimizaria descontinuidades ópticas, além disso Kolakarnprasert et al. (2019) também não menciona a cor do disco utilizado no estudo.

Em outro estudo ainda mais recente, Choi et al. (2019), adquiriu os valores de TP através de outra equação e encontrou valores na ordem de 25,97% para os discos HTML. O autor não cita o uso de glicerol, ao contrário de Inokoshi et al. (2018) e Kolakarnprasert et al. (2019), e utiliza espessura dos corpos de prova de 2 mm, no entanto obtém valores bem próximos de TP para o mesmo material analisado.

A análise estatística das amostras jateadas por sua vez evidenciou diferença significativa entre os valores da amostra C2J quando comparada com a amostra C4J. Podendo ser explicado pela variação de parâmetros durante o jateamento como, distância de jateamento e tempo de jateamento.

Inokoshi et al. (2018) foi o único autor a analisar o parâmetro TP e a influência do jateamento no mesmo estudo, entretanto este apenas obteve os valores de TP para antes do jateamento, não constando com isso a influência do jateamento sobre tal índice.

Os valores obtidos neste trabalho foram bastante diferentes dos encontrados na literatura em relação ao parâmetro TP, isso deve-se provavelmente ao fato de não ser usado glicerol entre a amostra e o fundo e também ao fato de existirem no mercado diferentes tonalidades (cor padrão) de discos.

Um estudo feito por Al-Juaila et al., 2018 realizou a comparação de espessuras entre diversos tipos de zircônias presentes no mercado, dentre elas a zircônia do tipo HTML, os valores de TP encontrados foram de 5,00 ± 0,70 %. Valor este a baixo dos encontrados neste estudo, entretanto Al-Juaila et al., 2018 não deixa claro as condições de condução do ensaio.

Os resultados obtidos para o parâmetro CR, mostraram diferenças significativas dentre as comparações C1S e C2S, C2S e C3S, C2S e C4S (amostras sem jateamento), indicando que as amostras referentes as camadas superiores possuem menores valores de CR em relação as camadas inferiores. Evidenciando assim, um aumento na opacidade na região inferior do disco em relação a região superior, fato esse devido a influencia dos pigmentos utilizados nas camadas inferiores para dar o aspecto de croma as próteses.

Já no caso das amostras jateadas, houve diferença entre as comparações C2J e C3J, C1J e C4J, C2J e C4J em relação ao parâmetro CR.

Choi et al. (2019), em seu estudo sobre a influência do envelhecimento através de autoclave em discos de zircônia, faz a análise de diversos discos deste material, dentre os fatores estudados se encontra o parâmetro CR, o qual para o disco do tipo HTML da KATANA encontra valores de 0,82 ± 0,02. Entretanto Choi et al. (2019), assume o mesmo valor para todas as camadas do disco. De acordo com os resultados aqui apresentados, tudo indica que este avaliou a região inferior do disco. Ainda neste estudo, Choi et al. (2019), consta uma redução de opacidade significativa provocada pelo envelhecimento, através do parâmetro CR analisado.

4.1.4. Influência do jateamento

Os p-valores obtidos para os parâmetros ópticos opacidade (%), índice de amarelamento YI E313-10, TP e CR quando comparado cada grupo amostral (jateado e não jateado) das suas respectivas camadas, estão mostrados na Tabela 3.

Tabela 3- Valores de TP e CR obtidos para as amostras das quatro camadas antes e depois do jateamento com partículas de alumina.

Amostras	p-valor Opacidade (%)	p-valor YI E313-10	p-valor TP	p-valor CR
C1S e C1J	0,41	0,21	0,32	0,41
C2S e C2J	0,01	0,01	0,12	0,01
C3S e C2J	0,75	0,53	0,9	0,75
C4S e C4J	0,92	0,34	0,72	0,92

Fonte: Autor, 2019.

As diferenças significativas que podem ser observadas na Tabela 3, estão todas em relação as comparações feitas na segunda camada (C2), estas apresentando um valor de p-valor inferior a 0,05, indicando com isso, que houve influência do jateamento nesta camada para os parâmetros constatados como opacidade (%), índice de amarelamento YI E313-10 e razão de contraste (CR). Isso evidencia que a camada de intersecção entre a região com menor quantidade de pigmentos e a região com maior quantidade de pigmentos pode ter sido influenciada pelo jateamento.

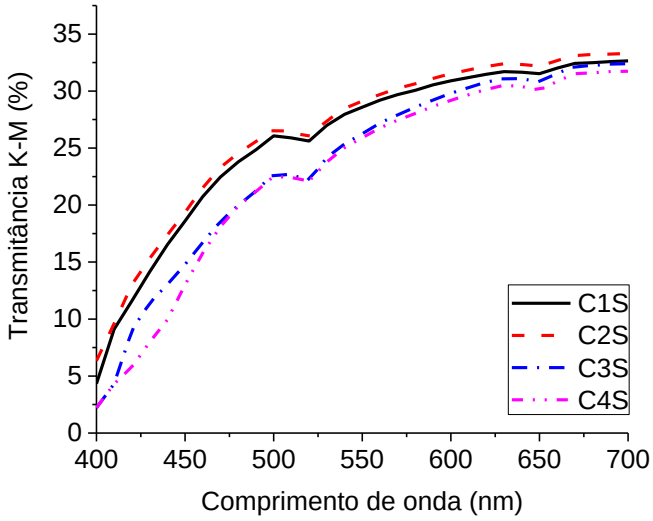
4.1.5. Transmitância por Kubelka-Munk (K-M)

As curvas de transmitância obtidas com o modelo de Kubelka-Munk tanto para analisar a comparação entre as quatro camadas como para verificar a influência do jateamento sobre a transmitância do material estão expostas a seguir.

4.1.5.1. Transmitância - Comparação entre as camadas

As curvas traçadas de acordo com o modelo de Kubelka-Munk (K-M) para as quatro camadas analisadas, sem tratamento e após o jateamento com partículas de alumina estão apresentadas nas Figuras 13 e 14, respectivamente.

Figura 13- Curva de transmitância para o modelo de Kubelka-Munk (K-M) das quatro camadas sem tratamento superficial.



Fonte: Autor, 2019.

Em média os valores de transmitância obtidos pelo modelo de Kubelka-Munk (K-M), para as amostras sem tratamento superficial, para o comprimento de onda de 400 nm resultaram em valores de transmitância de 2,5% para as amostras da região superior do disco (C3S e C4S) e valores de 6 % para regiões superiores do disco (C1S e C2S). As análises estatísticas feitas sobre o gráfico de Kubelka-Munk (K-M) constaram diferença significativa de transmitância entre os valores das comparações feitas entre C1S e C3S, C2S e C3S, C1S e C4S; C2S e C4S. E não indicaram diferença significativa entre C1S e C2S, C3S e C4S; podendo ser explicado pelo fato das camadas pertencentes a essas amostras estarem muito próximas, o que não geraria diferença de transmitância entre elas. Com isso, é visto que, para o comprimento de onda de 400 nm nas amostras não jateadas, houve diferença significativa entre as camadas de modo que as camadas da região superior do disco apresentaram maior translucidez em relação as camadas da região inferior.

Já no caso das análises realizadas sobre o comprimento de onda de 500 nm, os valores médios de transmitância por K-M foram de 23% para as amostras da região inferior do disco e de 27% para as amostras da região superior do disco. Além de haver diferenças significativas nas comparações feitas entre as amostras das camadas C2S e C3S, C1S e C4S, C2S e C4S. As comparações que não apresentaram diferença foram os referentes as amostras C1S e C2S, C1S e C3S, C3S e C4S, reforçando a ideia de haver diferença nas transmitâncias quando comparadas as camadas superiores com as camadas inferiores para dado comprimento de onda, com exceção da comparação feita entre C1S e C3S.

Quando avaliadas perante o comprimento de onda de 600 nm, as amostras apresentaram um valor médio de transmitância de 32% e não apresentaram diferença de acordo com a estatística analisada em relação a transmitância das camadas do disco de acordo com o modelo de Kubelka-Munk (K-M).

Um estudo feito por Ueda et al. (2015), resultou na evidência de diferença significativa de translucidez entre as camadas sobre todo espectro analisado, sendo este de 400 a 700 nm de comprimento de onda, para o mesmo material em estudo. Onde a região superior apresentou valores maiores de translucidez em relação a região inferior do disco, entretanto não está claro se o método de análise foi o modelo de Kubelka-Munk (K-M), o autor apenas cita que os dados foram tratados pelo software do equipamento de medição.

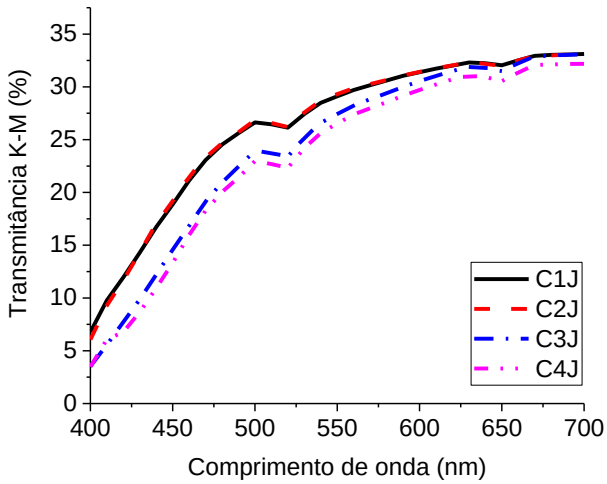
Ueda et al. (2015), em seu estudo, utiliza a mesma espessura de amostras usadas para este trabalho (1mm) e verifica valores de 2,5% e 5% para as camadas inferiores e superiores do disco, respectivamente, para comprimentos de onda de 400 nm. Já para comprimentos de

onda na ordem de 500 nm, os valores encontrados foram de 23% e 32% para as camadas inferiores e superiores do disco, respectivamente. Por fim, a comprimentos de onda de 600 nm é visto 30% e 38% para as camadas inferiores e superiores do disco, respectivamente.

Para as amostras jateadas, o resultado obtido com base em 400 nm de comprimento de onda se deu de mesma forma em comparação com as amostras sem jateamento, apresentando diferença significativa as comparações feitas entre C1J e C3J, C2J e C3J, C1J e C4J; C2J e C4J. Demonstrando que há diferença de transmitância entre as camadas analisadas sob este valor de comprimento de onda (400 nm).

Do mesmo modo os resultados foram bastante similares para o comprimento de onda de 500 nm, havendo diferença significativa entre as comparações feitas sobre as amostras de C2J e C3J, C1J e C4J, C2J e C4J, entretanto, houve diferença também para as amostras de C1J e C3J, a qual não havia sido demonstrado na comparação feita entre as amostras sem jateamento.

Figura 14- Curva de transmitância para o modelo de Kubelka-Munk (K-M) das quatro camadas após tratamento superficial (jateamento com alumina).



Fonte: Autor, 2019.

Quando avaliada a transmitância de acordo com comprimento de onda de 600 nm esta apresentou variação significativa apenas entre as camadas C2J e C4J, sendo C2J mais translucida em comparação a C4J. Para o restante das amostras jateadas avaliadas para este comprimento de onda, não houve diferença significativa entre as comparações feitas.

Como as análises realizadas através do modelo de K-M levam em consideração fenômenos de dispersão e espalhamento da luz, este é um modelo que simula com maior

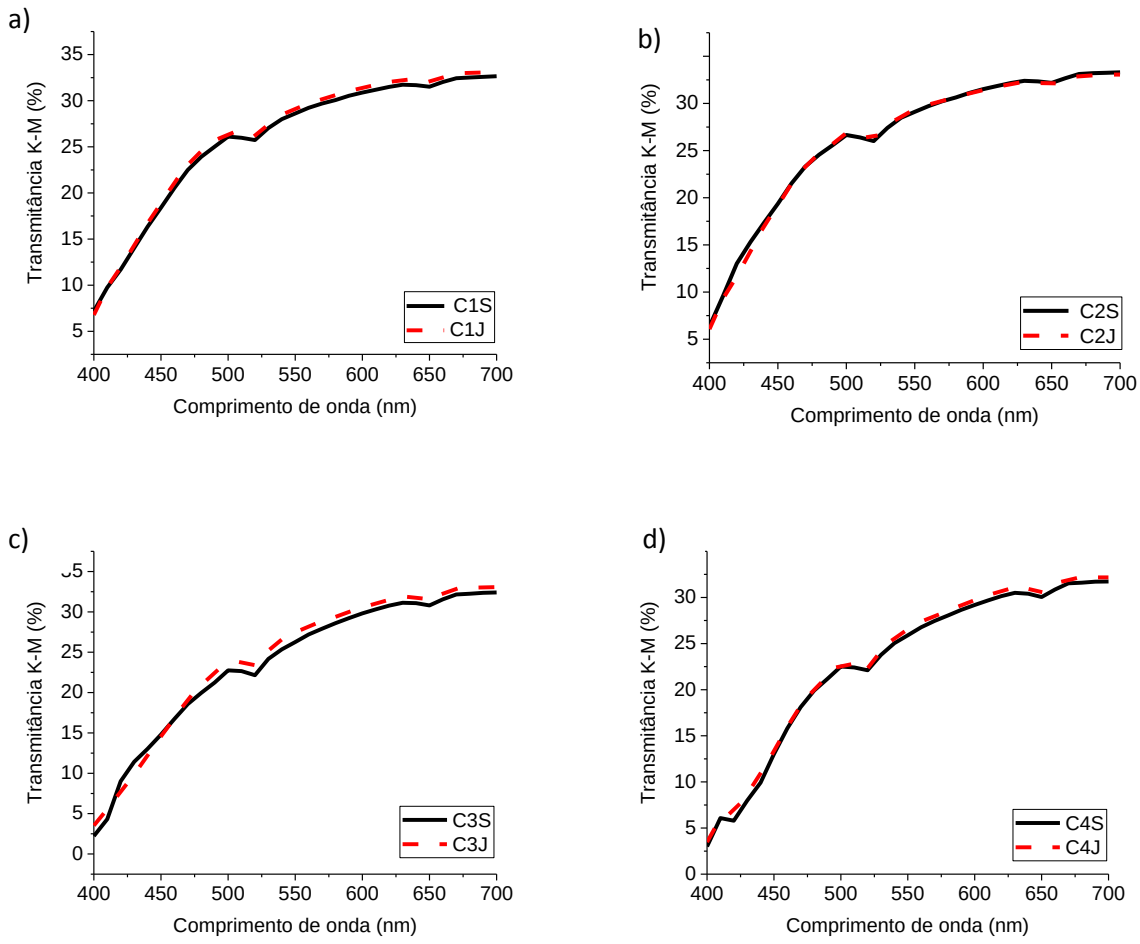
fidelidade o real comportamento do material quando incidido por um feixe de luz. Logo, pode-se afirmar que houve diferença entre as camadas dos dois grupos (sem jateamento e com jateamento) em relação à sua transmitância de acordo com K-M.

4.1.5.2. Transmitância - Influência do jateamento

A influência do jateamento sobre a translucidez do material avaliada pelo modelo de Kubelka-Munk (K-M), nas quatro camadas dos discos de zircônia, é demonstrada na Figura 15.

De acordo com a análise de transmitância via modelo de Kubelka-Munk (K-M) o jateamento das amostras com partículas de alumina não alterou de modo significativo a transmitância das camadas, uma vez que estas não apresentaram diferença significativa, de acordo com ANOVA, nos valores de transmitância quando comparadas nos comprimentos de onda de 400, 500 e 600 nm. Indicando que não houve influência do jateamento sobre a transitância observada de acordo com K-M. Fato esse reforçado pelos resultados de índice de opacidade (%) fornecidos pelo equipamento e dos resultados de razão de contraste (CR).

Figura 15- Transmitância obtidas pelo modelo de Kubelka-Munk (K-M) das amostras das quatro camadas analisadas antes e após o jateamento com alumina: a) primeira camada, b) segunda camada, c) terceira camada, d) quarta camada.



Fonte: Autor, 2019.

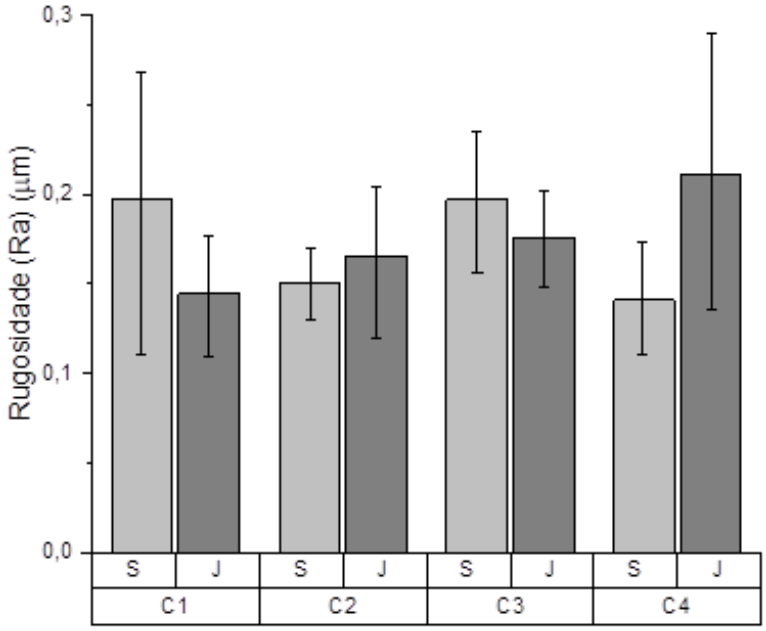
4.2. RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Os dados das rugosidades superficiais (*Ra)* obtidas através do perfilometro, como média e desvio padrão, das amostras sem tratamento e superficial e após tratamento de jateamento com partículas de alumina das quatro camadas estão plotados no gráfico de barras a seguir (Figura 16).

A analise estatística feita nos dados obtidos das rugosidades superficiais (Ra) das amostras de zircônia resultou em variações de valores, os quais efetivamente não indicam em contribuição para o aumento ou redução da resistência a flexão nessas condições de

jateamento. Os valores obtidos em média para as amostras foram de 1,5 µm de rugosidade superficial.

Figura 16- Rugosidade superficial das amostras sem jateamento e após jateamento com partículas de alumina das quatro camadas analisadas.



Fonte: Autor, 2019.

Uma avaliação das condicões de jateamento realizada por Okada et al. (2019) revelou um aumento significativo da rugosidade superficial com o aumento da pressão de jateamento, ainda microtrincas foram observadas para pressão de 4,0 bar de jateamento. Os valores de rugosidades obtidos para condições similares à realizada neste estudo (2,0 bar) foram de 0,07 µm, entretanto este utilizou alumina com tamanho de partícula de 50 µm, ao invés de 110 µm; além disso as zircônias avaliadas eram do tipo convencionais, não obtendo o gradiente de coloração oferecido pela zircônia do tipo multicamadas. Um valor ótimo de jateamento segundo o estudo de Okada et al. (2019), para tamanho de partícula de 50 µm, seria de 3,0 bar para esse tipo de material, com o qual a rugosidade aumentaria para 0,40 µm com a ausência de microtrincas.

Ainda em outro estudo (CHINTAPALLI *et al.*, 2014) em condições bastante similares, tamanho de partículas de alumina igual a 110 µm e 2,0 bar a distância de 25 mm da amostra e do bico de jateamento, verificou valores médios de 1,5 µm para a rugosidade superficial do

corpo de prova após o ato de jateamento, valores bem próximos ao encontrado neste trabalho. Embora os discos ensaiados não eram do tipo multicamadas.

Inokoshi et al. (2018) em um estudo recente avaliou o efeito do jateamento sobre aspectos cristalográficos e morfológicos das zircônias multicamadas utilizadas em próteses, como HTML, STML, UTML ambas da empresa KATANA e Zpex Smile da empresa Tosoh. Diferente deste estudo, Inokoshi et al. (2019) fez uso de partículas de alumina de 50 μm a pressão de 0,2 MPa equivalente a 2 bar a uma distância de 10 mm entre a amostra e o bico de jateamento. Como conclusão, obteve valores de rugosidades superficiais no intervalo entre 0,15 e 0,30 μm, além disso, a análise estatística revelou que não houve alterações significativas na rugosidade superficial das amostras, estando entre essas amostras a do disco de zircônia HTML (mesmo disco avaliado neste trabalho).

Inokoshi et al. (2019), comparou condições mais severas de jateamento, menores distâncias e menores tamanhos de partículas de alumina, e constatou que não houve aumento de rugosidade, mesmo este sendo um dos propósitos do ato de jateamento das amostras de zircônia.

Caravaca, 2018 afirma que a relação entre rugosidade e comportamento in vivo (isto é, biointegração) e especialmente o papel de cada característica da superfície ainda é um assunto não totalmente compreendido. É geralmente aceito que superfícies com *Ra* ou *Sa* entre 0,2 e 1 μm promovem a ligação celular, sendo *Ra* a altura média de um perfil e *Sa* a altura de uma superfície. Esses valores estão próximos das amostras avaliadas, mesmo não constatando diferenças significativas entre o jateamento dos corpos de prova, o que leva a induzir que atuarão de forma positiva na biointegração do material no ambiente bucal.

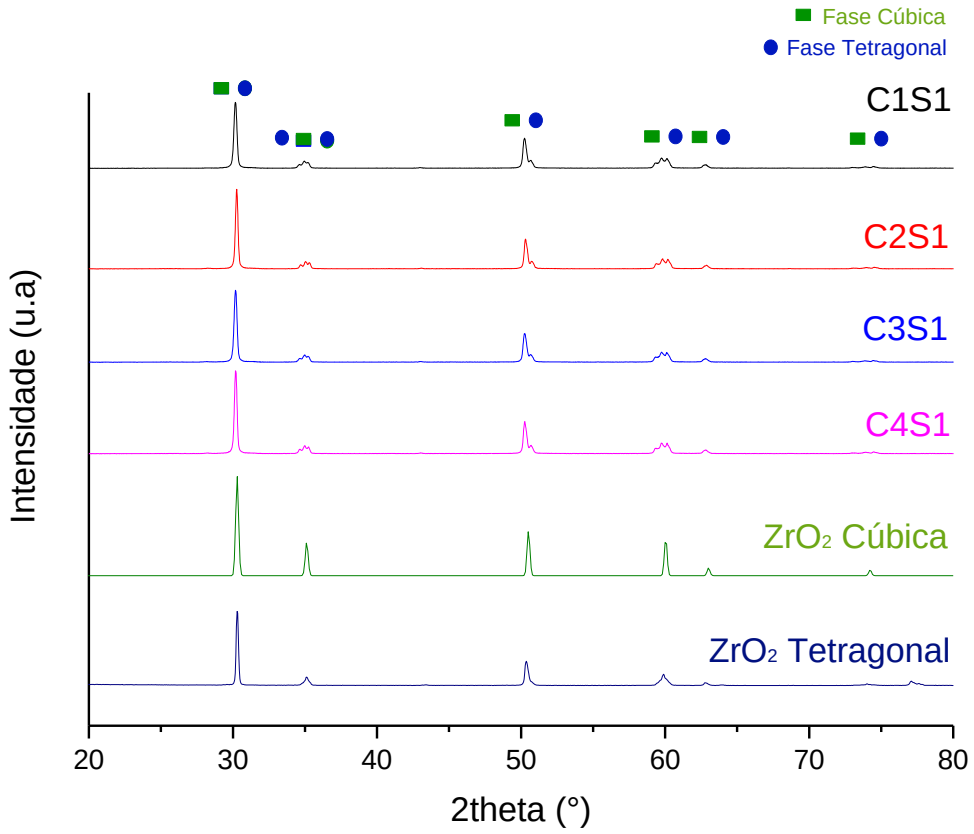
4.3. DIFRAÇÃO DE RAIOS- X (DRX)

A revelação das estruturas cristalinas presentes através de ensaio de DRX foram plotadas em grupos das amostras sem jateamento (Figura 17) e após o jateamento com partículas de alumina (Figura 18) junto a identificação das respectivas fases cúbica e tetragonal, podendo ser vistas a seguir.

Os resultados dos difratogramas estão de acordo com Inokoshi et al. (2018) uma vez que estes apresentam o mesmo perfil de intensidade encontrados pelo autor. As análises de DRX, segundo o autor, para os discos de zircônia do tipo HTML os picos referentes a orientação (200) estão associados a fase cúbica enquanto que para picos com orientação de

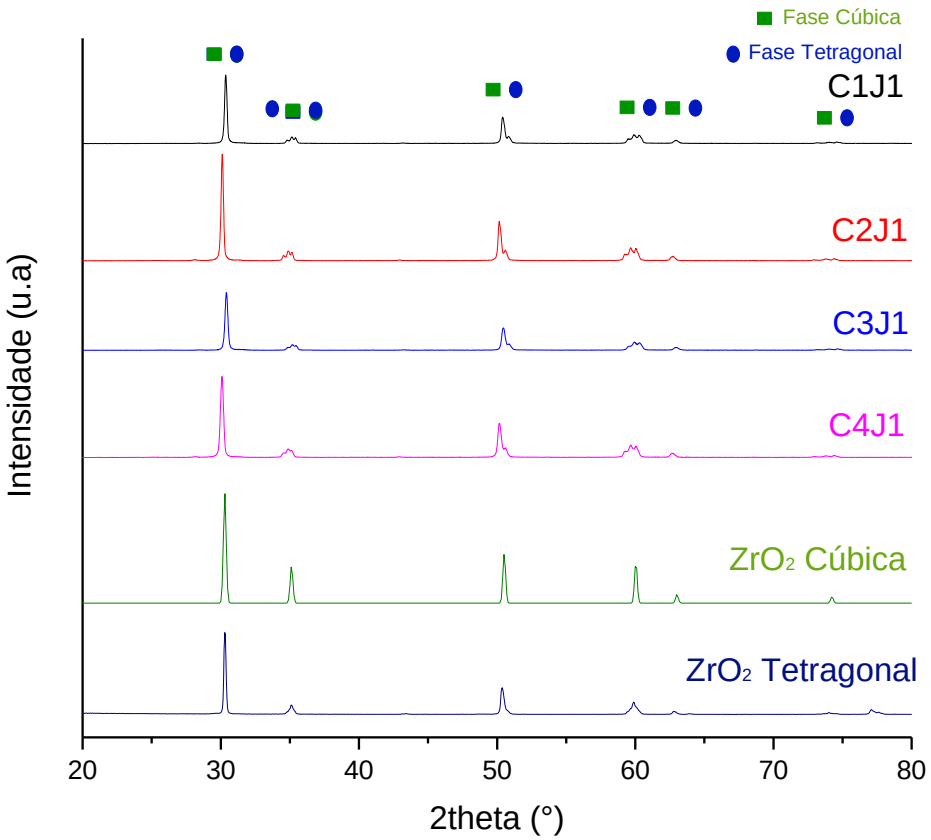
(002) e (110) são associados a fase tetraédrica. Com isso as quantidades reveladas após refinamento foram de 70,6 wt% para fase cúbica e 28,9 wt% para a fase tetragonal, valores esses atribuídos a quantidade de 4,0 mol% de Y_2O_3 pertencentes aos discos.

Figura 17- Digratogramas de raios-X obtidos para as amostras das quatro camadas do disco de zircônia sem tratamento superficial



Fonte: Autor, 2019.

Figura 18- Difratogramas de raios-X obtidos para as amostras das quatro camadas do disco de zircônia após jateamento.



Fonte: Autor, 2019.

Nesse trabalho foi apenas feito a identificação dos picos referentes as fases de zircônias encontrada nas diferentes camadas, não sendo realizada a análise da quantidade das fases presentes.

Ainda Inokoshi et al. (2018) em seu estudo avaliou o jateamento com partículas de alumina sobre esses discos, o jateamento promoveu uma deflexão dos valores de 2θ em 30, 50 e 60º, deflexão esta que não pode ser vista sobre as condições de jateamento deste trabalho (110µm, 2 bar, 25 mm). Tais deflexões seriam justificadas pelo surgimento de fases monoclínica e romboédrica, sendo esta segunda uma variação da fase tetraédrica.

Com isso percebeu-se que não houve alterações da estrutura cristalina dos grupos de amostras após o jateamento com partículas de alumina, além de não haver alterações entre as camadas sem tratamento superficial e após o jateamento, isso provavelmente devido as condições de jateamento usadas

Estando em desacordo com Kolarnprasert et al. (2019) a qual obteve valores de 50 wt%

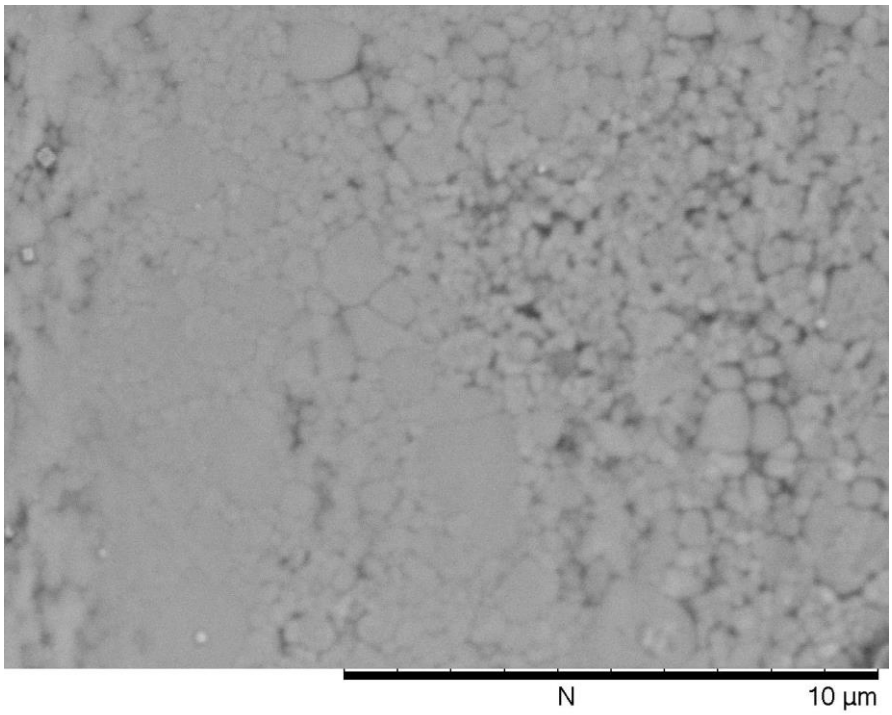
para c-ZrO_2 e os mesmo 50 wt% para o t-ZrO_2, nos discos com ausência de tratamento superficial de jateamento com partículas de alumina.

Em comparação a outros tipos de discos ofertados pela empresa KATANA do mesmo segmento de multicamadas, os discos do tipo UTML reportaram valores de 70,6 wt% para zircônia cúbica (c-ZrO_2) e 28,9 wt% para a zircônia tetragonal (t-ZrO_2)segundo o estudo feito por Inokoshi et al., 2018 e 75 wt% para c-ZrO_2 e 25 wt% para c-ZrO_2 revelados por Kolarnprasert et al, 2019. Já para os discos do tipo STML, Inokoshi et al., 2018 reporta valores de 59,9 wt% para c-ZrO_2 e 39,5 wt% para o t-ZrO_2 enquanto Kolarnprasert et al. (2019) apresenta valores de 70 wt% para c-ZrO_2 e 30 wt% para o t-ZrO_2. Valores estes justificados pela quantidade do conteúdo de Y_2O_3 as quais são diferentes para cada tipo de disco (UTML>STML>HTML) além da temperatura de sinterização dos discos, onde UTML e STML são sinterizados a temperatura de 1550ºC e HTML a temperatura de 1500ºC. Nenhum dos autores avalia diferença entre a microestrutura das camadas, assumindo desde o princípio não haver mudança da estrutura cristalina com a presença dos pigmentos utilizados no decorrer das camadas dos discos.

4.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

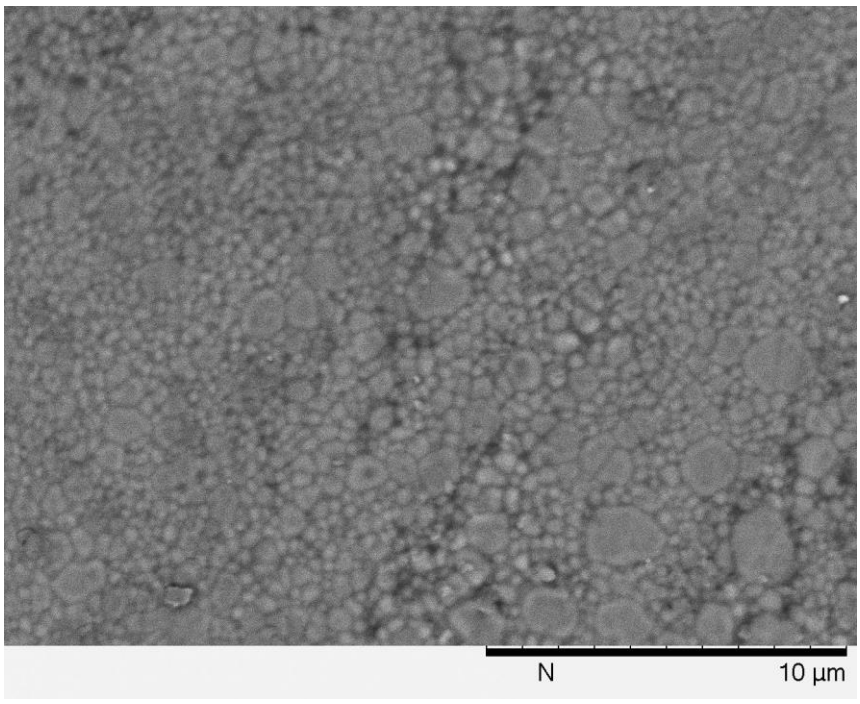
As microestruturas reveladas por MEV são mostradas a seguir, sendo usada as ampliações de 10000x para as amostras C1S1 (Figura 19), C3S1 (Figura 21), C4S1 (Figura 22), C1J1 (Figura 23), C3J1 (Figura 25) e C4J1(Figura 26) e ampliações de 6000x para amostras C2S1 (Figura 20) e C2J1 (Figura 24).

Figura 19- Micrografia obtida para amostra de zircônia C1S1.



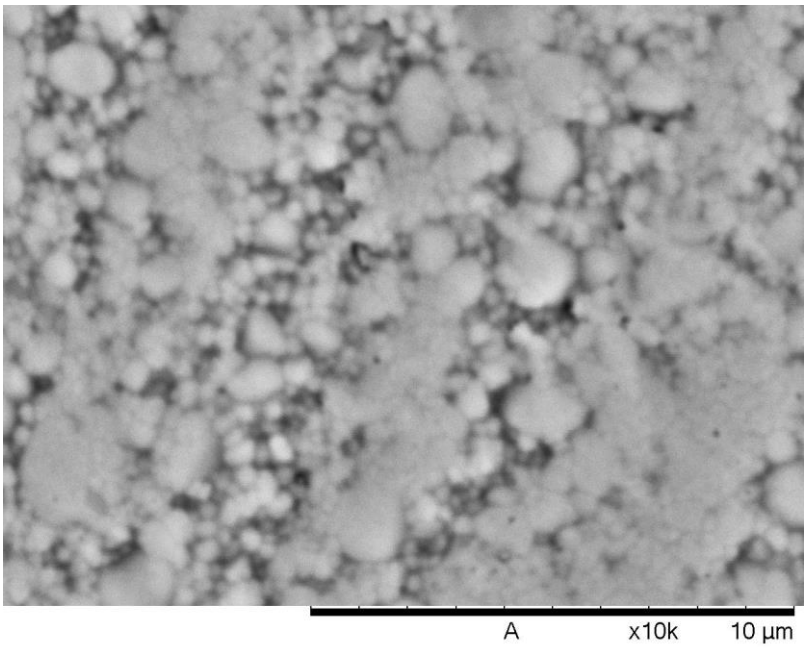
Fonte; Autor, 2019.

Figura 20- Micrografia obtida para amostra de zircônia C2S1.



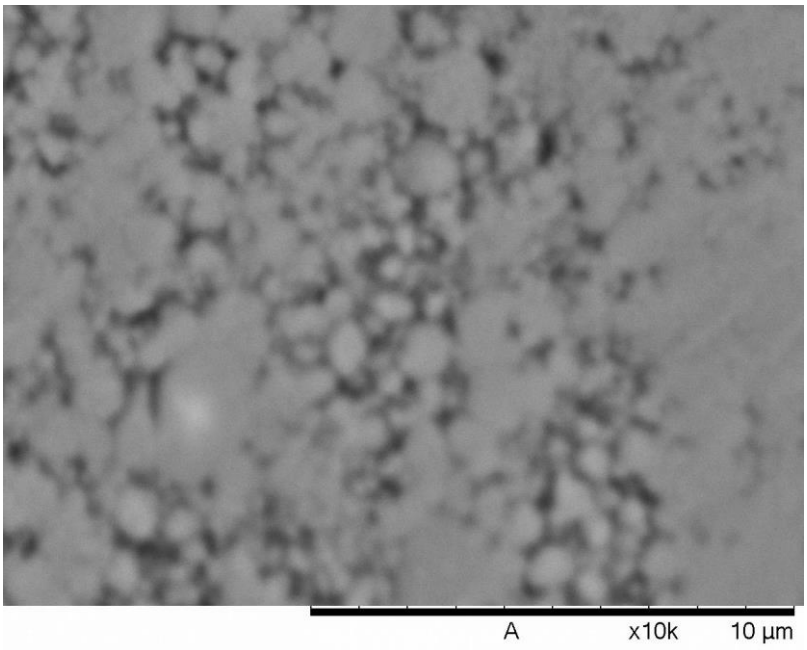
Fonte; Autor, 2019.

Figura 21- Micrografia obtida para amostra de zircônia C3S1.



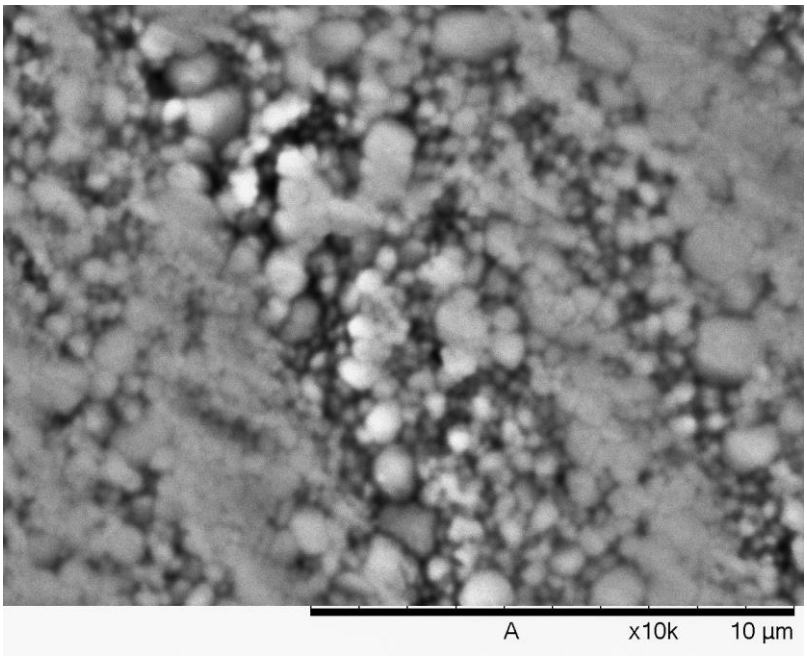
Fonte; Autor, 2019.

Figura 22- Micrografia obtida para amostra de zircônia C4S1.



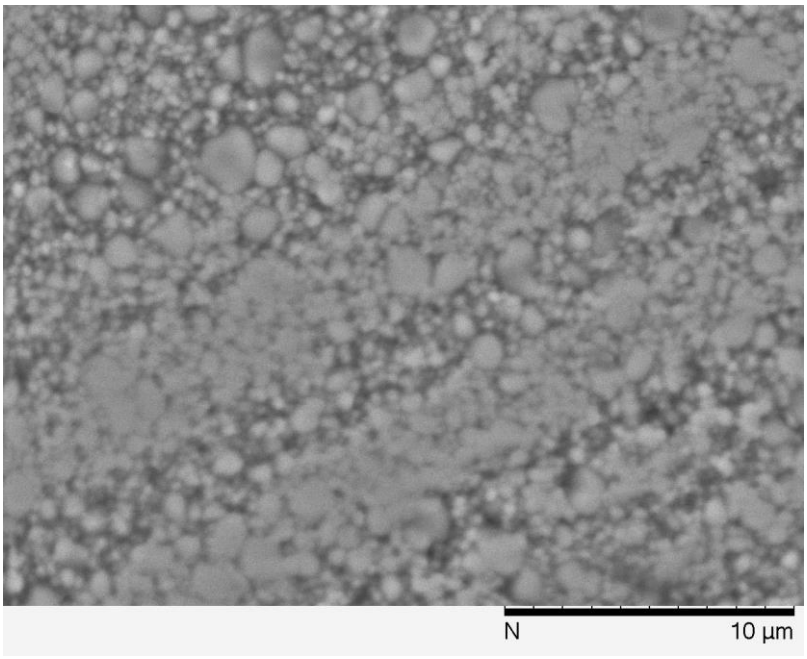
Fonte; Autor, 2019.

Figura 233- Micrografia obtida para amostra C1J1.



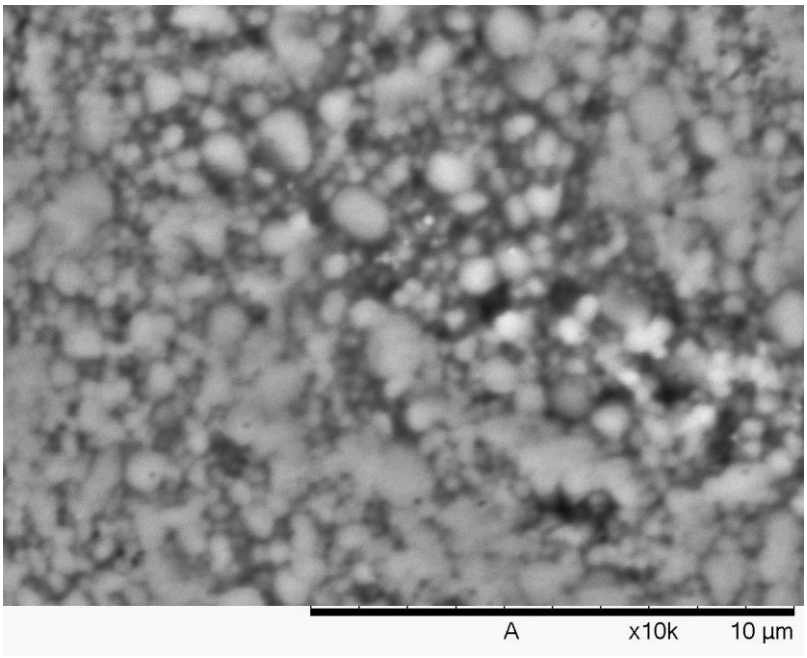
Fonte; Autor, 2019.

Figura 24- Micrografia obtida para amostra C2J1



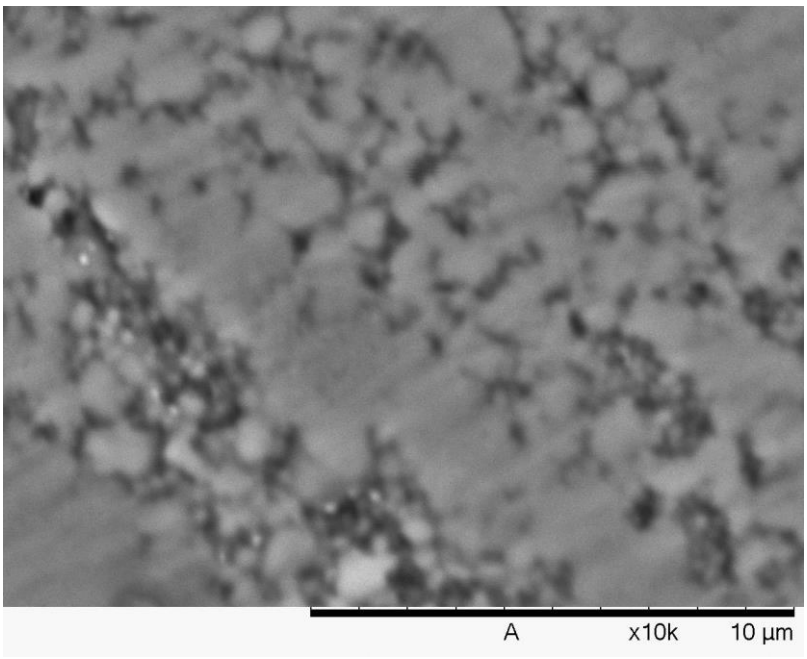
Fonte; Autor, 2019.

Figura 25-Micrografia obtida para amostra de zircônia C3J1.



Fonte; Autor, 2019.

Figura 26- Micrografia obtida para amostra de zircônia C4J1.



Fonte; Autor, 2019.

As imagens de MEV revelaram microestruturais similares dentro do grupo de amostras das camadas sem tratamento e entre o grupo de amostra após jateamento, onde é

possível observar a maioria dos grãos com dimensão menor que 1 μm, além de alguns grãos maiores que 2 μm. Em certas imagens (Figura 22 e Figura 26) a visualização foi prejudicada, fator esse proveniente de variações promovidas pela preparação da superfície, etapas de lixamento, polimento e ataque térmico, dificultando a revelação da microestrutura do material.

As amostras sem tratamento superficial apresentaram uma micrografia mais homogênea em termos de contornos de grãos, apresentando menor quantidade de vazios, representados por regiões pretas nas Figuras 19, 20, 21 e 22. Ao contrário das visualizações feitas sobre as micrografias obtidas para as amostras após jateamento, Figuras 23, 24, 25 e 26 , onde é possível a observação de uma maior quantidade de poros, estes ainda em caráter orientativo.

O estudo feito por Inokoshi, et al. (2018) sobre os discos multicamadas da empresa KATANA, onde também fora avaliado a influência do jateamento sobre os discos UTML, STML, HTML, sendo estes os três tipos de discos de zircônia do tipo multicamadas oferecidos por esta empresa, revelou um maior tamanho de grão médio para os discos do tipo UTML no valor de 1,71 ± 0,36 μm, e o menor valor para os discos HTML, 0,55 ± 0,92 μm. O autor explica que essa diferença é ocasionada pelo percentual de fase cúbica e tetragonal presente nas amostras, uma vez que as amostras de UTML reveleram maior percentual de fase cúbica em sua análise difratométrica em relação aos outros discos analisados, com isso os grãos referentes a fase cúbica são maiores em relação aos grãos da fase tetragonal. Fator resultante de uma temperatura de sinterização diferente, discos do tipo UTML são sinterizados a temperatura de 1550ºC enquanto discos do tipo HTML são sinterizados a temperaturas de 1500ºC.

Por conseguinte, após o jateamento com partículas de alumina de 50 μm a pressão de 2,0 bar, Inokoshi et al. (2018) afirma que todas as zircônias apresentaram características morfológicas superficiais similares.

Camposilvan, 2018, por sua vez, avalia apenas o disco do tipo HTML da empresa e compara com outros discos de zircônia produzidos por outras empresas, seus resultados de microscopia revelam um tamanho de grão médio para este material no valor de 1,71 ± 0,32 μm, um valor maior em comparação a Inokoshi et al. (2018). Entretanto Camposilvan et al. (2018) utiliza uma temperatura de sinterização de 1550 ºC o que provavelmente deve ter acarretado tal aumento nos tamanhos de grãos médios de suas amostras.

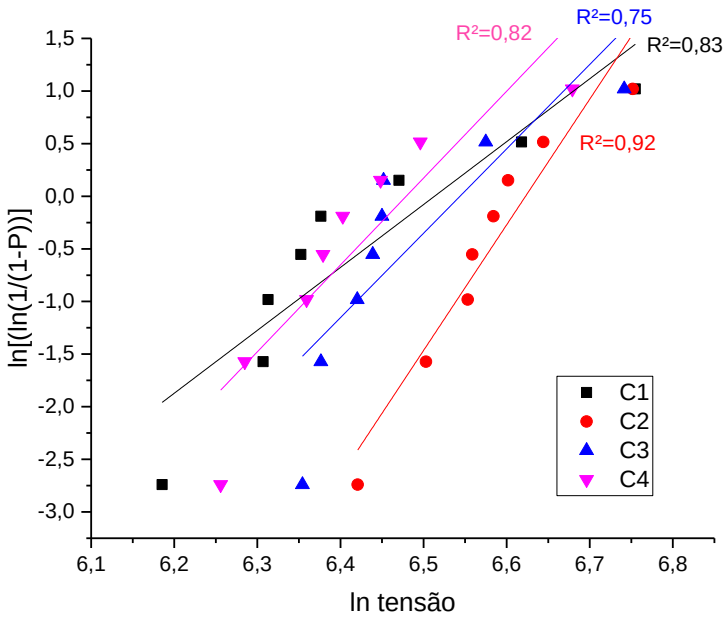
Outro autor (PEREIRA *et*. Al., 2018) em sua análise dos três discos tipos multicamadas oferecidos pela empresa KATANA, está de acordo com os estudos citados acima, reforçando a ideia do tamanho de grão médio da zircônia HTML ser menor em comparação aos grãos da zircônia UTML, Pereira et al. (2018) cita que os grãos presentes em ML se aproximam de uma escala nanométrica, enquanto o material UTML mostra tamanhos de grãos que podem atingir um tamanho de 5 μm, no entanto, não é citado o tamanho médio dos grãos obtidos.

Estando de acordo com Pereira, 2018, o autor Kolakarnprasert, et al. (2019) verifica em seu estudo um tamanho médio de grão de 4,05 ± 0,85 μm para discos do tipo UTML, enquanto que para ML, os valores foram de 0,63 ± 0,03 μm. Esses estudos divergem do valor obtido de UTML encontrado por Inokoshi et al. (2018), entretanto todos os autores citados estão de acordo quanto ao tamanho de grão médio verificado para os discos HTML, mesmo disco utilizado neste estudo.

4.5. RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAXIAL

Os resultados dos ensaios de flexão biaxial a qual foram submetidos os corpos de prova, tanto das amostras jateadas como das amostras sem jateamento, seguiram o modelo estatístico de Weibull possibilitando a plotagem dos gráficos vistos a seguir, Figura 27 e Figura 28.

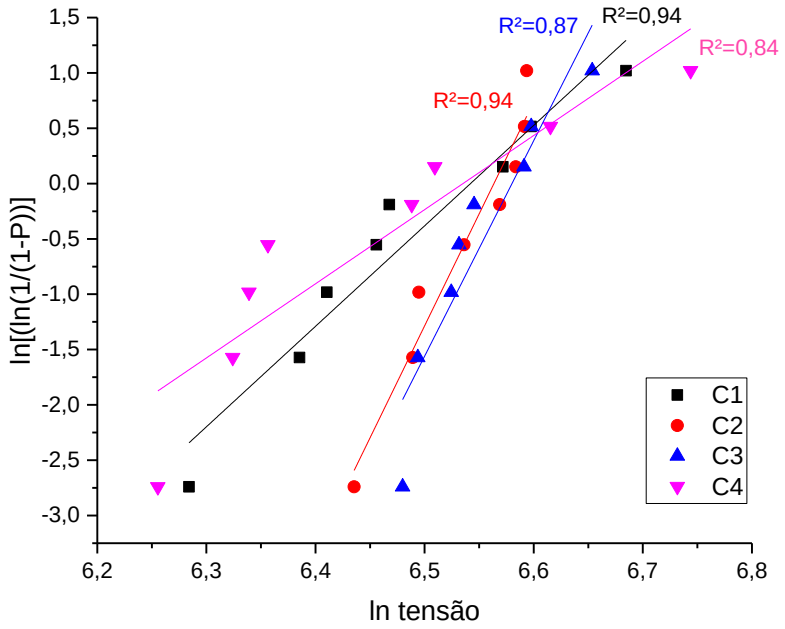
Figura 27- Gráfico de Weibull para as amostras das quatro camadas analisadas referente as amostras sem tratamento superficial.



Fonte; Autor, 2019.

Os valores de R^2 revelaram valores acima de 0,75 para todos as linearizações, indicando com isso, um bom ajuste de curva. A partir das plotagens dos gráficos é possível obter parâmetros importantes dentro da análise estatística de Weibull, sendo eles os valores para σ_0, o qual atende pela tensão na qual 63,2% dos corpos de prova romperam, e *m* o módulo de Weibull ou Coeficiente de repetibilidade que é determinado pela inclinação da reta e sugere a confiabilidade estrutural do material ou a freqüência com a qual as tensões de ruptura podem se repetir (HIBBELER, 2010; FREDEL, ORTEGA, BASTOS, 2018). Os valores de σ_0 e de *m* obtidos foram organizados em uma tabela (Tabela 4), a fim de facilitar a comparação entre eles.

Figura 28- Gráfico de Weibull para as amostras das quatro camadas analisadas referente as amostras após jateamento com partículas de alumina.



Fonte; Autor, 2019.

Tabela 4- Valores de *m* e para $\boldsymbol{\sigma_0}$ obtidos a partir dos gráficos de Weibull gerados.

Grupo	m	σ0 (MPa)
C1S	5,97	610,16
C2S	11,94	769,86
C3S	8,02	694,81
C4S	7,91	653,55
C1J	9,08	694,33
C2J	20,23	710,86
C3J	19,47	720,71
C4J	6,70	689,39

Fonte; Autor, 2019.

Em relação aos valores de *m* obtidos, percebe-se um aumento bastante considerável em relação as amostras C2J e C3J em comparação as demais amostras analisadas, esse valor elevado corresponde a um aumento da probabilidades das tensões de ruptura ocorrem

próximas aos valores sugeridos pela tabela, ou seja, o jateamento das amostras da segunda e da terceira camada dos discos de zircônia aumentaram a confiabilidade estrutural do material quando expostos a comportamento de flexão biaxial.

Já o parâmetro σ_0, variou de mesma forma tanto para as amostras jateadas como para amostras sem tratamento superficial, onde as regiões das extremidades do disco, correspondente as camadas C1 e C4, apresentaram valores menores em comparação as camadas intermediarias dos discos, C2 e C3, indicando um maior valor de resistência para essas camadas internas do disco.Isso provavelmente devido ao fato de que as condições de jateamento usadas não foram adequadas para alterar a rugosidade do material, como já explanado.

Ainda em relação a σ_0, houve uma diminuição da tensão apenas para as amostras referentes a segunda camada (C2), as demais camadas apresentaram aumentos diversos da resistência mecânica segundo este parâmetro. A primeira camada apresentou maior valor de aumento, chegando a um aumento de 84 MPa em relação ao grupo de amostras ausente de jateamento.

O único estudo encontrado que realiza a estatística de Weibull em suas análises sobre esse tipo de material, foi feito por Pereira et al. (2018) junto a um estudo sobre fadiga. Pereira et al. (2018) utiliza corpos de prova com diâmetro de 15 mm e espessura de 1,0 mm, o ensaio de flexão é então realizado sobre 15 amostras demonstrando uma tensão característica de Weibull (σ_0) igual a 889 MPa, seguido de um valor para *m* de 13,5. Assim como outros autores, Pereira, 2018 não assume que haja distinção entre as camadas, analisando com isso apenas uma região do disco, a qual não é evidenciada.

Estudos similares como o apresentado nesse trabalho são praticamente inexistentes até o momento, portanto este trabalho apresenta caráter inovador, pois não foi encontrado na literatura estudos sobre a influência do jateamento em discos multicamadas através da análise estatística desenvolvida por Weibull.

A média dos dados de resistência a flexão das amostras obtidos na análise estatísitica de Weibull foi plotada junto ao seu respectivo desvio padrão e pode ser visualizada na Figura 29.

A comparaççção estatística dos grupos feita sobre a resistência a flexão média revelou que não houve alteração de resistência média, tanto quando comparadas as amostras do mesmo grupo de discos, como a influência do jateamento sobre elas.

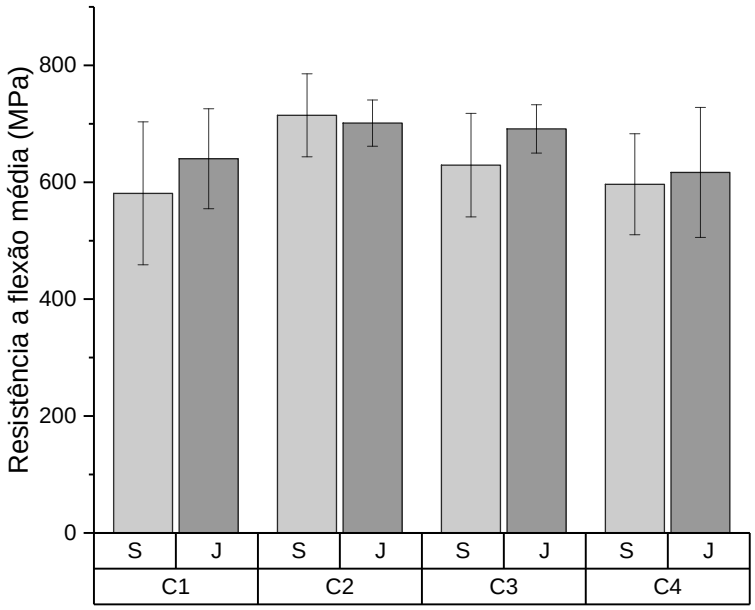
As resistências encontradas estão em desacordo com Wille et al. (2018), onde este analisou a resistência a flexão dos corpos de prova das quatro camadas do disco de zircônia HTML da empresa Katana e pode observar, tensões de 1048 MPa para a primeira camada (C1), 1065 MPa para a segunda camada (C2), 1152 MPa para a terceira camada (C3) e 1095 MPa para a quarta camada (C4), no entanto os ensaios foram realizados com discos de diâmetro menor que este estudo, de 12 mm, havendo uma menor probabilidade do encontro de defeitos causadores do inicio da fratura, ocasionando um aumento na resistência mecânica encontrada (CALLISTER, 2012).

Outros autores como Inokoshi et al. (2018) e Zhang (2017) reportam valores apresentados pela empresa KATANA de resistência mecânica, para os discos do tipo HTML, de cerca de 900-1100 MPa a temperatura de sinterização de 1500ºC, entretanto, não realizam o ensaio de flexão biaxial para comprovar tais dados e assumem a mesma resistência para todas as camadas do disco.

Assim como Inokoshi et al. (2018) e Zhang (2017), o autor Choi et al. (2019) avalia a resistência biaxial do disco HTML assumindo a indiferença mecânica entre as camadas e encontra valores de 1207 MPa, neste caso os corpos de prova eram de formato retangular ao contrário dos corpos de prova circulares analisados neste trabalho.

O autor Flinn et al. (2017) também avaliou as propriedades mecânicas da zircônia estudada neste trabalho, antes de promover um estudo aprofundado sobre a influência do envelhecimento sobre este tipo de material, assim como Choi et al. (2019) as amostras avaliadas possuíam forma retangular e a espessura utilizada foi de 0,2 mm. O valor de resistência encontrado foi de 880 MPa.

Figura 29- Resistência a flexão média dos corpos de provas ensaiados das diferentes camadas, com e sem jateamento de alumina.



Fonte; Autor, 2019.

É visto que os valores de resistência a flexão biaxial encontradas neste trabalho são inferiores as resistências encontradas na literatura, fato este proveniente de possíveis mudanças em parâmetros de jateamento, uma vez que a maioria dos autores utiliza um distancia de jateamento de 10 mm.

No entanto, a maioria dos fabricantes menciona as zircônias cúbicas tendo uma resistência à flexão de aproximadamente 40% menor em relação a zircônia totalmente tetragonal, estando na faixa de 600 MPa a 750 MPa para resistência à flexão e afirmam que essas biocerâmicas apresentam tanto translucidez quanto resistência para serem usadas em restaurações únicas em qualquer lugar da boca (MCLAREN *et. al.*, 2017).

5. CONCLUSÃO

O presente trabalho analisou a influência do jateamento sobre propriedades ópticas e mecânicas de biocerâmicas estabilizadas com ítria do tipo multicamadas. Segundo o modelo de K-M observou-se que houve diferença da translucidez entre as camadas dos dois grupos,

sem jateamento e após jateamento, em grande parte do espectro analisado, entretanto, não foi evidenciado influência significativa do jateamento sobre tal parâmetro. Fato esse reforçado pelo índice de opacidade (%) adquirido pelo equipamento, pela razão de contraste (CR) e pelo índice de amarelamento YI E313-10. As análises realizadas com o modelo de K-M levam em consideração fenômenos de dispersão e espalhamento da luz, este é um modelo que simula com maior fidelidade o real comportamento do material quando incidido por um feixe de luz.

Os resultados dos e parâmetros de rugosidade indicaram que o jateamento com partículas de alumina nas condições de pressão, tamanho de partícula e distância usadas não provocou diferenças significativas na rugosidade das amostras

A caracterização microestrutural por MEV permitiu evidenciar diferentes tamanhos de grãos presentes em todas as camadas avaliadas, sendo eles, segundo a literatura, proporcionados pela junção da fase cúbica com a fase tetragonal, em que grãos maiores representam a fase cúbica e grãos menores representam a fase tetragonal.

Os difratogramas analisados não revelaram surgimento de novas fases como a monoclínica e romboédrica devido a influência do jateamento das amostras, além de não haver alteração entre os difratogramas analisados sobre as diferentes camadas.

As analises estatísticas de Weibull por sua vez, constaram um aumento no valor da tensão característica de Weibull para todas camadas analisadas após jateamento, com exceção da segunda camada. Além de um aumento no valor da confiabilidade do material referente a segunda e a terceira camada jateada. Por fim, não se observou diferença significativa entre as resistências médias avaliadas.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

É sugerido uma avaliação de qual pressão de jateamento ou tamanho de partícula (energia de colisão) é necessária para causar uma mudança na estrutura das camadas superfíciais da zircônia.

Sugere-se a análise via espectroscopia micro Raman com intuito de observar como estão dispostas as tensões resíduas superficiais das amostras após tratamento de jateamento com partícula de alumina, a fim de se verificar o surgimento de alteração de fase cristalina através dessa técnica, no caso a presença de fases monoclínicas ou romboédrica.

A análise realizada em MEV não gerou imagens nítidas das microestruturas presentes nos corpos de prova analisado, recomenda-se avaliar a microestrutura por meio de

microscopia eletrônica de transmissão (TEM) ou ainda por MEV/FEG, de modo a obter os tamanhos médios de grãos presentes nas amostras.

Para uma análise mais detalhada da estrutura das amostras, recomenda-se a quantificação das fases cúbicas e tetragonal presentes nas camadas e a identificação e determinação do percentual de pigmentos utilizadas nos discos, bem como, em que concentração esses estão dispostos para possibilitar o aspecto de croma das próteses dentarias.

Tendo em vista as mínimas alterações verificadas pelo jateamento efetuado nesse trabalho, sugere-se também alterar os parâmetros do jateamento para que este atue de forma mais severa, como menores distâncias entre o bico de jateamento e a amostra ou maiores pressões de jateamento.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-JUAILA, E.; OSMAN, E.; SEGAAN, L.; SHREBATY, M.; FARGHALY, E. Comparison of translucency for different thicknesses of recent types of esthetic zirconia ceramics versus conventional ceramics … (in vitro study). Future dental Journal, v. 4, n. 2, p. 297- 301, 2018.

ATTIA, A.; KERN, M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. J Prosthet Dent, v. 106, p. 319-327, 2011.

BAN, S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. Japanese Dental Science Review, v. 44, p. 3-21, 2008.

BELO, Y. D.; SONZA, Q. N.; BORBA, M.; BONA, A. D. Yttria-stabilized tetragonal zirconia: mechanical behavior, adhesion and clinical longevity. Cerâmica, v.59, n.352, 2013.

BISPO, L. B. Cerâmicas odontológicas: vantagens e limitações da zircônia. Rev. Bras. odontol., Rio de Janeiro, v. 72, n. 1/2, p. 24-9, jan./jun. 2015.

BONA, A. D.; ANUSAVICE, K. J.; DEHOFF, P. H. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structure. Dental Materials, v. 19, n. 7, p. 662-669, 2003.

BRODBELT, R.H.; O'BRIEN, W. J.; FAN, P. L. Translucency of dental porcelains. J Dent Res, 59 (1980), pp. 70-75

BRUTON, PA. Procera All-ceramic crown: a new approach to na old problem. Br Dent J, v. 186, n. 9 ,p.430-4, 1999.

Callister, W. Jr. Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Introdução. Oitava edição, 2012. ISBN 978- 85-216-2124-9.

CAMPOSILVAN, E.; LEONE, R.; GREMILLARD, L.; SORRENTINO, R.; ZARONE, F.; FERRARI, M. Aging resistance. Mechanical properties, and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. Dent Mater, v. 34, n. 6, p. 879-900.

CARACAVA, C. F.; FLAMANT, Q.; ANGLADA, M.; GREMILLARD, L.; CHEVALIER, J. Impact of sandblasting on the mechanical properties and aging resistance of alumina and zirconia based ceramics. Journal of the European Ceramic Society, v. 38, n. 3, p. 915-925.

CASOLCO, S. R.; Xu, J. GARAY, J. E. Transparent/translucent polycrystalline nanostructured yttria stabilized zirconia with varying colors. Scr Mater, v. 58, p. 516–519, 2008.

CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? Biomaterials, v. 27, p. 535-543, 2006.

CHEVALIER, J.; GRAMILLARD, L.; VIRKAR, A. V.; CLARKE, D. R. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. J Am Ceram Soc, v. 92, p. 1901-1920, 2009

CHIANG, Y. M.; BIRNIE, D. I.; KINGERY, W. D. Principles for Ceramic Science and Engineering. Physical Ceramics, Wiley & Sons, Inc., Singapore, 1997.

CHINTAPALLI, R. K.; RODRIGUEZ, A.M.; MARRO, F. G.; ANGLADA, M. Effect of sandblasting and residual stress on strength of zirconia for restorative dentistry applications. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v,29, p. 126- 137, 2014.

CHOI, Y. S.; KANG, K. H.; ATT, WAEL. Effect of aging process on some properties of conventional and multilayered translucent zirconia for monolithic restorations. Ceramics International, 2019.

CURTIS, A. R.; WRIGHT, A. J.; FLEMING, G. J. P. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. Journal of Dentistry, v. 34 , p. 195-206, 2006.

DAVIS, B. K.; JOHNSTON, W. M.; SABA, R. F. Kubelka–Munk reflectance theory applied to porcelain veneer systems using a colorimeter. Int J Prosthodont, v. 7, p. 227–233, 1994

DENRY, I.; KELLY, J. R. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater, p. 299-30, 2008.

FABRIS, S.; PAXTON, A. T.; FINNIS, M. W. A Stabilization Mechanism of Zirconia Based on Oxygen Vacancies Only. Acta Materialia, v. 50, n. 20, p. 5171-5178, 2008.

FLINN, B.; RAIGRODSKI, A.; MANCL, L.; TOIVOLA, R.; KUYKENDALL, T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. The Journal of Prosthetic Dentistry, v. 117, n. 2, p. 303-309, 2017.

FREDEL, M. C. ORTEGA, P. BASTOS, E. Propriedades Mecânicas: Ensaios Fundamentais – Vol. 1. (Apostila) Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Departamento de Engenharia Mecânica– EMC, Laboratorio de Biomateriais compósitos e cerâmicos – CERMAT, 2018.

FRENCH, R. H.; GLASS, S. J.; OHUCHI, F. S.; XU, Y. N.; CHING, W. Y. Experimental and theoretical determination of the electronic-structure and optical-properties of 3 phases of ZrO2. Phys Rev B, v. 49, p. 5133–5141, 1994.

GARCIA, L. F. R.; CONSANI, S.; CRUZ, P. C.; SOUZA, F. C. P. P. Análise crítica do histórico e desenvolvimento das cerâmicas odontológicas. RGO, v. 59 p.67-73, 2011.

GOLVEIA, P. F. Caracterização de Resíduos de Zircônia de uso Odontológico Resultantes do processo de Fabricação CAD/CAM. Trabalho de Conclusão de Curso - TCC, Engenharia de Materiais, UFSC, 2016.

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; SWAIN, M. V.; IRONSIDE, J.M. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. Int J Prosthodont, v. 15, p. 339-346, 2002.

HAFF, A.; LOF, H.; GUNNE, J.; SJOGREN, G. A retrospective evaluation of zirconia-fixed partial dentures in general practices: An up to 13-year study. Dental Materials, v.31(2), p. 162-170, 2015.

HALLMANN, L.; ULMER, P.; REUSSER, E.; HAMMERLE, C. H. F. Effect of blasting pressure, abrasive particle size and grade on phase transformation and morphological change of dental zirconia surface. Surfac Coat Technol, v. 20 , p. 4293-4302, 2012.

HANNINK, R. H. J.; KELLY, P. M.; MUDDLE, B. C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, J. Am. Ceram. Soc, v. 83, n. 3 p. 461-487, 2000.

HEFFERNAN, M .J.; AQUILINO, S. A.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; HASELTON, D. R.; STANFORD, C. M.; VARGAS, M. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. J Prosthet Dent, v. 88, p. 4-9, 2002.

HIBBELER, R.C., Resistência dos materiais, 7ª ed., Pearson, São Paulo, 2010.

INOKOSHI, M.; SHIMIZU, H.; NOZAKI, K.; TAKAGAKI, T.; YOSHIHARA, K.; NAGAOKA, N.; ZHANG, F.; VLEUGELS, J.; MEERBEEK, B. V.; MINAKUCHI, S. Crystallographic and morphological analysis of sandblasted highly translucent dental zirconia. Dental materials, v. 34, n. 3, p. 508–518, 2018.

JOHNSTON, W. M.; MA, T.; KIENLE, B. H. Translucency parameter of colorants for maxillofacial prostheses. International Journal of Prosthodontics, v. 8, p.79-86, 1995.

KARAKOCA, S.; YILMAZ, H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. Journal of Biomedical Materials Research-Part B, Applied Biomaterials, v. 91, p. 930-937, 2009.

KERN, M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. J Adhes Sci Technol, v. 23, p. 1097-1111, 2009.

KERN, M. Bonding to oxide ceramics- laboratory testing versus clinical outcome. Dent Mater, v. 31 , p. 8-14, 2015.

KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater, v.14, pp. 64-71, 1998.

KIM, J.; DHITAL, S.; ZHIVAGO, P.; KAIZER, M. R.; ZHANG, Y. Viscoelastic finite element analysis of residual stresses in porcelain-veneered zirconia dental crowns**.** J Mech Behav Biomed Mater, v. 82, p. 202-209, 2018.

KLIMKE, L.; TRUNEC, M.; KRELL, A. Transparent tetragonal yttria-stabilized zirconia ceramics: influence of scattering caused by birefringence. J Am Ceram Soc, v. 94 , p. 1850-1858, 2011.

KOLAKARNPRASERT, N.; KAIZER, M. R.; KIM, D. K.; Zhang, Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. Dental Materials, v. 35, p. 797-806, 2019.

KOSMAC, T.; DAKSKOBLER, A.; OBLAK, P.; JEVNIKAR, P. The strength and hydrothermal stability of Y-TZP ceramics for dental applications. International Journal of Applied Ceramic Technology, v. 4 , p. 164-174, 2007.

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, V. 15, p. 426-433, 1999.

LEE, Y. K. Influence of scattering/absorption characteristics on the color of resin composites. Dent Mater, v. 23 ,p. 124–131, 2007.

MALISKA, A. M. Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise. (Apostila). Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Departamento de Engenharia Mecânica – EMC, Laboratorio de Materiais – LABMAT, Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens – LCMAI. 2018

MCLAREN, E.A,; LAWSON, N.; CHOI, J.; KANG, J.; TRUJILLO, C. New High-Translucent Cubic-Phase–Containing Zirconia: Clinical and Laboratory Considerations and the Effect of Air Abrasion on Strength. Compendium of Continuing Education in Dentistry, v. 38, p. 26-35, 2017.

MOON, K. E.; KIM, S. H.; LEE, J. B.; HAN, J. S.; YEO, I. S.; HA, S. R. Effects of airborne-particle abrasion protocol choice on the surface characteristics of monolithic zirconia materials and the shear bond strength of resin cement**.** Ceram Int, v. 42 , p. 1552-1562, 2016.

NAKAMURA, K.; HARA, A.; INAGAKI, R.; KANNO, T.; NIWANO, Y.; MILLEDING, P. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. Acta Odontol Scand, v. 73, p. 602-608, 2015.

Ö. MALKONDU, O.; N. TINASTEPE, N.; AKAN, E.; KAZAZOGLU, E. An overview of monolithic zirconia in dentistry Biotechnol Biotechnol Equip, v. 30, pp. 644-652, 2016.

OKADA, M.; TAKETA, H.; TORII, Y.; IRIE, M.; MATSUMOTO, T. Optimal sandblasting conditions for contional-type yttrua-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. Dental Materials, v. 35, n. 1, p.169-175.

OZCAN, M.; RENARA, M. M.; SOUZA, R. O . A.; MACHADO, J. P. B.; VALANDRO, L. F.; BOTTINO, M. A. Effect of air–particle abrasion protocols on the biaxial flexural strength, surface characteristics and phase transformation of zirconia after cyclic loading**.** Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v. 20, p. 19-28, 2013.

PANG, Z.; CHUGHTAI, A.; SAILER, I, ZHANG, Y. A fractographic study of clinically retrieved zirconia-ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses**.** Dent Mater, v. 31, p. 1198-1206, 2015.

PEREIRA, K.; GUILARDI, L.; DAPIEVE, K.; KLEVERLAAN, C.; RIPPE, M.; VALANDRO, L. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. Dental Materials, v. 85, p. 57-65, 2018.

PJETURSSON, B. E.; SAILER, I.; MAKAROV, N. A.; MAKAROV, M.; ZWAHLEN, D. S. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs**.** Dent Mater, v. 31, p. 624-639, 2015.

RAGAIN, J. C.; JOHNSTON, W. M. Accuracy of Kubelka–Munk reflectance theory applied to human dentin and enamel. J Dent Res, v. 80, p. 449–452, 2001

SAILER, I.; MAKAROV, N. A.; THOMA, D. S.; ZWAHLEN, M.; PJETURSSON, B. E. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs)**.** Dent Mater, v. 31, p. 603-623, 2015.

SANTOS, C. D.; ELIAS, C. N. Comparação das propriedades e biocompatibilidade de blocos de zircônia nacionais e importados para uso em prótese dentárias. [S.l.]. 2015.

SASSE, M.; ESCHBACH, M.; KERN, M. Randomized clinical trial on single retainer all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures: Influence of the bonding system after up to 55 months. J Dent, v. 40, p. 783-786, 2012.

SATO, H.; KIYOTAKA, Y.; PEZZOTTI, G.; NAWA, M.; BAN, S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment**.** Dental Materials Journal, v. 27, p. 408-414, 2008.

SMITH, R. L.; VILLANUEVA, C.; ROTHROCK, J. K.; GODOY, C. E. G.; STONER, B. R.; PIASCIK, J.R.; THOMPSON, J. Y. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. Dent Mater,v. 27, p. 779-785, 2011.

SORENSEN, J. A. The Lava system for CAD/CAM production of high-strength precition fixed prosthodontics. Quintessence Dent Technol, v. 26 , p. 57-67, 2003.

SOUZA, R. O. A.; VALANDRO, L. F.; RENATA, M. M.; MACHADO, J. P. B.; BOTTINO, M. A.; OZCAN, M. Air–particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v. 26, p. 115-163, 2013.

SOUZA, S. A. Ensaios mecânicos de materiais metálicos. 4ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, 1982.

SULAIMAN, T. A.; ABDULMAJEED, A. A.; DONOVAN, T. E.; RITTER, A. V.; VALLITTU, P. K.; NARHI, T. O.; LASSILA, L. V. Optical properties and light irradiance of monolithic zirconia at variable thicknesses. Dent Mater, v. 31, n. 10, p. 1180-1187, 2015.

SUN, T.; ZHOU, S.; LAI, R.; MA, S.; ZHOU, Z.; LONGQUAN, S. Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. J Mech Behav Biomed Mater, v. 35, p. 93-101, 2014.

TAIRA, M.; OKAZAKI, M.; TAKAHASHI, J. Studies on optical properties of two commercial visible-light-cured composite resins by diffuse reflectance measurements. J Oral Rehab.

THOMAS, M. B.; DOREMUS, R. H. Characterizing opacity of translucent ceramic materials. J Am Ceram Soc, v. 59, n. 5, p. 229-32, 1976.

THOMPSON, J. Y.; STONER, B. R.; PIASCIK, J. R.; SMITH, R. J. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? Dent Mater, v. 27, p. 71-82**,** 2011

TONG, H.; TANAKA, C. B.; KAIZER, M. R.; ZHANG, Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface área. Ceram Int, v. 42, p. 1077-1085, 2016.

TRUNEC, M.; CHLUP, Z. Higher fracture toughness of tetragonal zirconia ceramics through nanocrystalline structure. Scr Mater, v. 61, p. 56–59, 2009.

TZANAKAKIS, E. G. C.; TZOUTZAS, I.G.; KOIDIS, P. T. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. J Prosthet Dent, v. 115 , p. 9-19, 2016
UEDA, K.; GUTH, J. F.; ERDELT, K.; STIMMERLMAYR, M.; KAPPERT, H.; BEUER, F. K. Light transmittance by a multi-coloured zirconia material Dent Mater J, v. 34 , p. 310-314, 2015.

WANG, H.; ABOUSHELIB, M. N.; FEILZER, A. J. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. Dental Materials, v. 24 , p. 633-638, 2008.

WEIBULL, W. A statistical distribution function of wide applicability

WHITEHOUSE, D. J. Review article: surface metrology. Meas. Sci. Technol., n. 8, p. 955-972, 1997.

YANG, L.; KRUSE, B. Revised Kubelka–Munk theory I. Theory and application. J Opt Soc Am, v. 21, n. 10, p. 1933-41, 2004.

YANG, L.; MIKLAVCIC, S. J. Revised Kubelka–Munk theory. III. A general theory of light propagation in scattering and absorptive media. J Opt Soc Am, v. 2, n. 9, p. 1866-1873, 2005.

YUAN, K.; WANG, F.; GAO, J.; SUN, X.; DENG, Z. X.; WANG, H. Effect of zircon-based tricolor pigments on the color, microstructure, flexural strength and translucency of a novel dental lithium disilicate glass-ceramic. Journal of Biomedical Materials Research B: Applied Biomaterials, v. 102, n. 1, p. 98-107, 2014.

ZHANG, Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent**.** Dent Mater, v. 30, p. 1195-1203, 2014.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R.; REKOW, E. D.; THOMPSON, V. P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. Journal of Biomedical Materials Research Part B, Applied Biomaterials, v. 71B, pp. 381-386, 2004.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R. Novel zirconia materials in dentistry**.** J Dent Res, v. 97, p. 140-147, 2018.