

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**Amanda Maria de Oliveira Dal Piva**

**EFEITO DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO E DO  
SISTEMA DE FRESAGEM NA RUGOSIDADE SUPERFICIAL DE UMA CERÂMICA  
DE ZIRCÔNIA**

**João Pessoa  
2014**

P693e Piva, Amanda Maria de Oliveira Dal.

Efeitos de diferentes protocolos de envelhecimento e do sistema de fresagem na rugosidade superficial de uma cerâmica de zircônia / Amanda Maria de Oliveira Dal Piva. - - João Pessoa: [s.n.], 2014.

34f. : il.

Orientador: Robinson Viégas Montenegro.

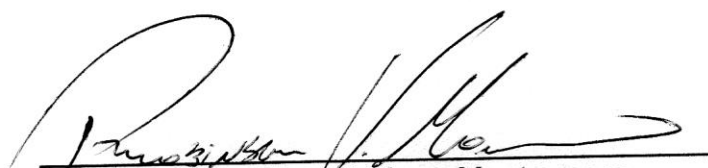
Monografia (Graduação) – UFPB/CCS.

1. Odontologia - Cerâmica. 2. Envelhecimento. 3.  
CAD-CAM

**AMANDA MARIA DE OLIVEIRA DAL PIVA**


Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Graduação  
em Odontologia, da Universidade  
Federal da Paraíba em cumprimento às  
exigências para conclusão.

Monografia aprovada em 27 / 08 / 2014



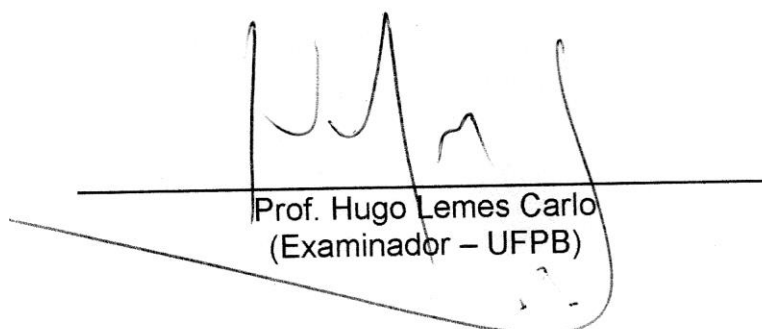
---

Prof. Robinson Viégas Montenegro  
(Orientador – UFPB)



---

Prof. André Ulisses Dantas Batista  
(Examinador – UFPB)



---

Prof. Hugo Lemes Carlo  
(Examinador – UFPB)

---

Prof.<sup>a</sup> Sheyla Christinne Lima Montenegro  
(Examinadora – UNIPÉ)

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho à Deus que me concedeu o dom da vida e das condições para execução de todas as minhas atividades.

À minha mãe querida que sempre deseja o melhor para mim, ao meu pai que espera ansiosamente por mais um passo dado em minha vida e, às minhas irmãs que sem dúvida estão felizes por mais um resultado de tanto esforço.

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de iniciar meus agradecimentos com o nosso maior mestre, aquele que dedicou sua vida e sabedoria na tentativa de melhorar o povo, de modificar padrões e nos mostrar como é possível evoluir. A Jesus Cristo, obrigada por ser minha fonte de inspiração, de calma, de sabedoria, de paciência, de compreensão. Obrigada por cada dificuldade passada durante a minha graduação, pois, foram úteis para me transformar em quem hoje sou; pelas oportunidades e pelas pessoas maravilhosas que independente da forma, contribuíram para o meu crescimento.

Agradeço aos meus pais, Vânia Maria de Oliveira e Clóvis Dal Piva, pela compreensão e apoio cedido. Principalmente pelo exemplo mais visível de uma vida profissional repleta de odontologia. Por me mostrarem as dificuldades e as felicidades do dia-a-dia, eu agradeço.

Não existe possibilidade de esquecer o suporte e estímulo cedido pelas minhas irmãs maravilhosas: Alice M<sup>a</sup> de O. Dal Piva, Ana Eliza de O. Dal Piva e, Maria Marchand Dal Piva. Elas me inspiraram e deram asas aos meus sonhos, mostrando-me as melhores maneiras de compreender como eu poderia ser feliz seguindo meus planos.

Aos meus colegas do grupo de pesquisa NEMOP, em especial ao meu orientador de pesquisa e de vida, professor Rodrigo Othávio de Assunção e Souza. Agradeço pela sua amizade, palavras de consolo e de aconselhamento, reclamações, dias de pesquisa nos laboratórios e, pelo meu desenvolvimento científico. Agradeço também aos meus amigos e companheiros de aventuras, Rafael, Maria Luiza, Laísa e Laudence, por todos os momentos alegres sejam eles dentro de um laboratório ou em uma viagem de congresso. A vocês eu agradeço muito a paciência e a amizade sincera.

Agradeço a meu orientador Robson V. Montenegro por me receber de braços abertos e me ajudar nesta conquista. Sem dúvidas sua orientação foi para mim, a melhor possível.

E, a todos que contribuíram indiretamente na minha vida acadêmica como funcionários, professores em geral, aos técnicos que possibilitaram minhas pesquisas e principalmente, aos meus colegas de curso e minha família maravilhosa, obrigada.

*“Dizem que a vida é para quem sabe viver, mas ninguém nasce pronto. A vida é para quem é corajoso suficiente para se arriscar e humilde o bastante para aprender.”*

*- Clarice Lispector*

## RESUMO

**Introdução:** A zircônia encontrou ampla aplicação na Odontologia devido à sua alta resistência mecânica e excelentes propriedades estéticas. No entanto, a degradação superficial sofrida em ambiente hidrotérmico é de grande preocupação. **Objetivo:** Avaliar a influência do sistema de fresagem e de protocolos de envelhecimento sobre a rugosidade superficial da cerâmica de zircônia. **Metodologia:** Um molde metálico fundido foi fabricado para se confeccionar os copings de zircônia padronizados para os dois sistemas de fresagem (N=40). Os copings foram divididos em 8 grupos (n=5), de acordo com os fatores: "envelhecimento" e "sistema de fresagem" (CAD/CAM-Neodent e MAD/MAM Zirkozahn): CADct e MADct (grupos controles); CADaut e MADaut (autoclave); CADph e MADph: ciclos de pH durante 8 dias. E, CADtc e MADtc: termociclagem entre 5° e 55°C (12.000 ciclos). Após os tratamentos, a rugosidade superficial (Ra) foi obtida através de um perfilômetro óptico digital e a análise de difração de raios-x foi realizada em duas amostras de cada grupo (n=16). **Análise de Dados:** Os dados (nm) obtidos foram analisados estatisticamente por ANOVA – 2 fatores. **Resultados:** Os protocolos de envelhecimento (p=0,5255) e os sistemas de fresagem (p=0,1126) não influenciaram significativamente a rugosidade superficial da cerâmica de zircônia. A média de rugosidade (nm) para os grupos experimentais (CADct, MADct, CADaut, MADaut, CADph, MADph, CADtc e MADtc) foram respectivamente: 1.0620<sup>A</sup>, 1.0780<sup>A</sup>, 1.0280<sup>A</sup>, 0.8060<sup>A</sup>, 0.8460<sup>A</sup>, 1.0340<sup>A</sup>, 1.020<sup>A</sup>, 1,0220<sup>A</sup>. **Conclusão:** Os envelhecimentos que simulam o meio bucal e os sistemas de fresagem não modificaram a rugosidade superficial da zircônia.

**Palavras-chave:** Cerâmica, Envelhecimento e CAD-CAM.

## ABSTRACT

**Introduction:** The zirconia has found wide application in dentistry due to its high mechanical strength and excellent aesthetic properties. However, the surface degradation suffered in hydrothermal environment is of great concern. **Purpose:** To evaluate the influence of milling and aging protocols on the surface roughness of ceramic zirconia system. **Methods:** A standard metal cast was made to prepared standardized zirconia crowns systems (N=40). The copings were divided into 8 groups (n=5), in accordance with the factors "aging" and "milling system" (CAD / CAM-Neodent and MAD / MAM Zirkonzahn) ": CADct and MADct (control groups); CADaut and MADaut (autoclave); CADph and MADph: pH cycling during eight days and CADtc and MADtc: thermal cycles between 5° and 55°C (12,000 cycles). After treatments, the surface roughness (Ra) was obtained through a digital optical profiler and analysis of x-ray diffraction was performed on two samples of each group (n=16). The data (nm) obtained were statistically analyzed by 2- Ways ANOVA. **Results:** aging protocols ( $p=0.5255$ ) and milling systems ( $p=0.1126$ ) did not influence the surface roughness of ceramic zirconia. Mean roughness (nm) for the experimental groups (CADct, MADct, CADaut, MADaut, CADph, MADph, CADtc and MADtc) were as follows: 1.0620<sup>A</sup>, 1.0780<sup>A</sup>, 1.0280<sup>A</sup>, 0.8060<sup>A</sup>, 0.8460<sup>A</sup>, 1.0340<sup>A</sup>, 1.020<sup>A</sup>, 1,0220<sup>A</sup>. **Conclusion:** The aging methods that simulate the oral environment and milling systems did not influenced the values of surface roughness.

**Key words:** Ceramic, aging protocols and CAD/CAM.



## SUMÁRIO

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO.....</b>                          | <b>9</b>  |
| <b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>               | <b>11</b> |
| <b>3 OBEJTIVOS.....</b>                           | <b>13</b> |
| 3.1 <i>Objetivos gerais.....</i>                  | 13        |
| 3.2 <i>Objetivos específicos.....</i>             | 13        |
| <b>4 MATERIAIS E MÉTODO.....</b>                  | <b>14</b> |
| 4.1 <i>Confecção do troquel metálico.....</i>     | 14        |
| 4.2 <i>Obtenção dos troqueis em gesso.....</i>    | 14        |
| 4.3 <i>Obtenção das coroas de zircônia.....</i>   | 15        |
| 4.4 <i>Grupos Experimentais.....</i>              | 16        |
| 4.5 <i>Protocolos de envelhecimento.....</i>      | 16        |
| 4.6 <i>Análise da rugosidade superficial.....</i> | 18        |
| 4.7 <i>Análise de Difração de Raios X.....</i>    | 18        |
| 4.8 <i>Análise Estatística.....</i>               | 19        |
| <b>5 RESULTADOS.....</b>                          | <b>20</b> |
| <b>6 DISCUSSÃO.....</b>                           | <b>27</b> |
| <b>7 CONCLUSÃO.....</b>                           | <b>30</b> |
| <b>8 REFERÊNCIAS.....</b>                         | <b>31</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

A utilização de materiais cerâmicos como uma alternativa para a confecção de próteses dentárias estéticas e com resistência comprovada em longo prazo, representam uma grande evolução nas técnicas restauradoras. As cerâmicas atuais apresentam inúmeras vantagens como excelentes propriedades mecânicas e estéticas, biocompatibilidade e estabilidade química (HENCH;WILSON, 1993; ABOUSHELIB et al., 2005; TEIXEIRA et al., 2007), o que garantem um ótimo desempenho clínico dessas restaurações.

Segundo Heffernan et al (2002), a zircônia pode se apresentar em três principais fases (monoclínica, tetragonal e cúbica), estáveis em diferentes faixas de temperatura. A fase monoclínica (m) refere-se à zircônia pura em temperatura ambiente e, mantém-se estável até 1.170°C. Elevando-se esta temperatura, a zircônia se transforma em fase tetragonal (t) podendo ser estabilizada em temperatura ambiente dependendo do tamanho de sua partícula e, com auxílio de algum óxido estabilizador. Acima de 2.370°C, a zircônia encontra-se na fase cúbica, a qual se estabiliza apenas em altíssimas temperaturas.

As cerâmicas à base de zircônia ( $ZrO_2$ ) estabilizadas com ítria ( $Y_2O_3$ ), também designadas Y-TZP, possuem combinações únicas de propriedades entre os materiais cerâmicos, tais como elevada tenacidade à fratura, alta dureza e resistência ao desgaste, estabilidade química e biocompatibilidade (DE AZA et al., 2002; GUAZZATO et al., 2004; MAEDA et al., 2007). Dentre as indicações da zircônia, as próteses fixas têm tomado um lugar de destaque nos procedimentos restauradores.

A elevada tenacidade desse material deve-se à transformação induzida por tensão da fase tetragonal para a fase monoclínica das partículas de zircônia, a qual é acompanhada de expansão volumétrica (3 a 6%). Essa transformação de fase absorve parte da energia necessária para a propagação da trinca, induzindo a um aumento da tenacidade à fratura (SOUZA et al., 2008).

A confecção de restaurações cerâmicas a base de zircônia pode ser realizada através de sistemas computadorizados denominados CAD/CAM (*Computer Aided Design* – Unidade Computadorizada Acessória/ *Computer Aided Machine* - Unidade Fresadora Acessória) ou de forma convencional através do sistema MAD/MAM

(*Manual Assisted Machine* – Unidade de Desenho Manual/ *Manual Assisted Desing- Unidade Fresadora Manual*), onde o bloco de zircônia é fresado com o auxílio manual. O sistema CAD/CAM realiza uma impressão óptica do preparo em modelos de gesso, utilizando scanners a laser (Cercon, Dentsply, Ceramco, USA), de infravermelho (Scanner inEos, Cerec inLab, Sirona, Bensheim, Alemanha) ou de contato (Procera, Nobel Biocare, Gotenborg, Suíça).

A imagem digitalizada é enviada a uma unidade computadorizada acessória (CAD), onde a restauração é confeccionada e, em seguida, enviada para a unidade acessória (CAM) para fresagem da restauração final a partir de blocos cerâmicos pré-fabricados. Como exemplo do sistema CAD/CAM para usinagem de blocos de zircônia, tem-se destacado o sistema Neo Shape/Neodent.

Dentre as vantagens dos sistemas CAD/CAM, destacam-se: rapidez nos procedimentos comparado às técnicas convencionais, dispensa a realização de modelos refratários, biocompatibilidade, ausência de fundição de metal, estética natural das restaurações, durabilidade, baixa taxa de fraturas devido à alta qualidade dos blocos cerâmicos que são confeccionados industrialmente, garantindo uma alta homogeneidade dos seus componentes e pouquíssimas porosidades internas nos blocos de cerâmica (MORIM, 2001; KURBAD; REICHEL, 2006). Já na tecnologia MAD/MAM, baseada em um enceramento prévio da estrutura de forma convencional, a infraestrutura de zircônia é fresada utilizando um sistema pantográfico. Através de um pantógrafo, e com o auxílio do guia manual, a peça cerâmica é fresada seguindo um modelo previamente confeccionado. O sistema Zirkozahn é exemplo do sistema MAD/MAM.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

A zircônia encontrou ampla aplicação na Odontologia devido à sua alta resistência mecânica e excelentes propriedades estéticas. No entanto, a degradação da zircônia causada pela transformação de fase que ocorre num ambiente hidrotérmico é de grande preocupação (KAWAI et al., 2011). O comportamento das cerâmicas de zircônia em longo prazo, quando submetidas a métodos de envelhecimento, ainda é desconhecido e poucos estudos ainda são disponíveis na literatura.

Kim et al. (2010) avaliaram o efeito da pressão em baixa temperatura (autoclave) na degradação da zircônia com e sem jateamento prévio com óxido de alumínio, e observaram que as superfícies usinadas inicialmente apresentavam uma resistência superior à degradação hidrotérmica, mas deteriorou-se em uma taxa mais rápida após tratamento prolongado em autoclave comparado com as amostras jateadas. Esta degradação hidrotérmica acelerada das superfícies da zircônia é atribuída aos danos da usinagem e à ausência de compressão das tensões de superfície no material totalmente sinterizado.

Kim et al. (2009), observaram que apesar da zircônia ter excelentes propriedades mecânicas, o fenômeno da diminuição do tempo de vida de zircônia resulta da diminuição da resistência à flexão após o envelhecimento em baixa temperatura. Então, investigaram a degradação da resistência à flexão de uma cerâmica Y-TZP após vários tratamentos de autoclave em baixa temperatura de envelhecimento (75, 100, 125, 150, 175, 200 e 225 °C durante 10 horas, em água destilada) e avaliaram a estabilidade de fase e micro mudança estrutural após o envelhecimento por meio de análise de difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O ponto de concentração monoclinica em que a resistência à flexão começa a diminuir foi entre 12% e 54% de 175 °C. Os resultados da análise de difração das amostras sem autoclave revelaram apenas a fase tetragonal. No entanto, os demais grupos indicaram vários tipos de fase tetragonal e monoclinica relacionados com a temperatura aplicada. O pico dominante da fase tetragonal foi em 30,18 °C. E a fase monoclinica aumentava ao mesmo tempo em que a temperatura era elevada. A proporção de fase monoclinica / tetragonal + monoclinica atingiu um patamar com cerca de 75% acima de 175 °C.

Existem três mecanismos que promovem a modificação de fase  $t \rightarrow m$ : carga ou fratura, jateamento com partículas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e, degradação em baixas temperaturas (*low temperature degradation - LTD*). Embora a modificação de fase seja uma característica marcante e já bem conhecida desse tipo de cerâmica, nem toda modificação de fase é benéfica, isto é, agindo de maneira a contribuir com a longevidade e resistência do material cerâmico. Mais recentemente, também foi relatado que esta degradação acontece mesmo quando a zircônia é submetida a uma temperatura de  $37^\circ\text{C}$  em meio aquoso (CORREIA et al, 2006).

Condições hidrotérmicas são conhecidas por provocar a transformação de fase ( $t \rightarrow m$ ) na zircônia. Quando a molécula de água quebra as ligações entre o oxigênio e a zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ) e/ou entre o oxigênio e o ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), promove a transformação de fase tetragonal para fase monoclinica ( $t \rightarrow m$ ), e assim, há um aumento dos grãos de zircônia e a consequente enucleação destes grãos, gerando um aumento na rugosidade superficial do material, além da diminuição significativa de sua resistência mecânica (CHEVALIER et al 2007).

Entretanto, o efeito de diferentes protocolos de envelhecimento na rugosidade superficial da zircônia ainda não está definido. Neste sentido, o presente estudo tem como objetivo avaliar o efeito de diferentes protocolos de envelhecimento na rugosidade superficial de cerâmicas a base de zircônia, variando o sistema de fresagem.

### **3 OBJETIVOS**

#### *3.1 OBJETIVO GERAL:*

Avaliar a rugosidade superficial da cerâmica de zircônia.

#### *3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:*

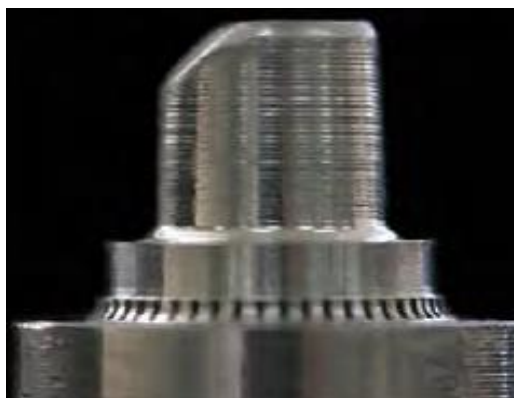
Avaliar a influência do sistema de fresagem na rugosidade superficial da cerâmica de zircônia.

Avaliar a influência de diferentes protocolos de envelhecimento na rugosidade superficial da cerâmica de zircônia.

## 4 MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1 Confeção do troquel metálico

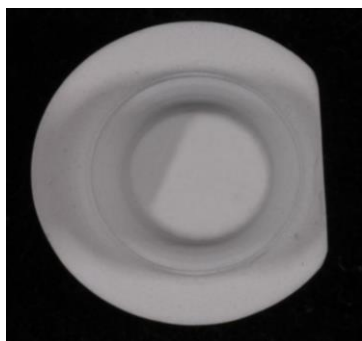
Para construção dos copings, foi confeccionado um troquel metálico padrão usinado em um forno mecânico modelo Emco T-120 com CNC Emcotronic T-1 (Fresadora Bridge Port EZ-Track II) a partir de uma barra de liga de alumínio aeronáutico (MAS, 4050F, SAE *Aerospace International Group*) (Figura 1). O objetivo do troquel é simular o preparo de coroas de paredes axiais lisas, altura, diâmetro e raios padronizados (altura: 5,5mm, Ø: 7,5 mm, conicidade: 6°). Na base do troquel foi preparada uma rosca para permitir o encaixe à haste vertical móvel de um delineador durante o procedimento de moldagem.



**Figura 1** – Troquel metálico

### 4.2 Obtenção dos troqueis em gesso

Quarenta impressões foram vazadas com gesso pedra dental tipo IV (Tipo IV, Tuff fórmula rocha 44, Talladium, Inc., Valencia, CA, USA), através da técnica de impressão simultânea (Panasil putty soft / Panasil contato inicial regular; Kettenbach GmbH & Co. KG, Eschenburg, Alemanha). Para padronizar a inserção e remoção do troquel, um delineador convencional (B2 Bioarte, Equipamentos Odontológicos Ltda, Brasil) foi modificado para se adaptar a nova haste e uma base com entalhe central para corrigir as impressões individuais.



**Figura 2** – Troquel, vista oclusal.



**Figura 3** – Troquel, vista lateral.

#### 4.3 Obtenção das coroas de zircônia

Sistema MAD/MAM – Zirkozahn: Primeiramente, realizou-se o enceramento manual das coroas dos grupos experimentais deste sistema utilizando uma resina composta do próprio sistema Zirkozahn. Após a polimerização e acabamento da resina e a partir do bloco de zircônia pré-sinterizada, os copings foram confeccionados na unidade acessória Zr-Zahn (*Zirkograph 025 ECO, Zirkozahn GmbH, Gais, Itália*). Em seguida, foi realizada sinterização das amostras em forno (*Zirkonofen 600 / V2, Zirkozahn GmbH, Gais, Itália*) a 500°C durante 8 horas. A espessura dos copings era aproximadamente de 1,0 mm.



**Figura 4** – Pantógrafo. Sistema MAD/MAM Zirkozahn.

Sistema CAD/CAM – Neodent: Primeiro, foi realizada a captura da imagem dos preparos, através do *scanner* óptico, em seguida, a imagem foi computadorizada na unidade acessória (CAD) onde foi desenhada virtualmente em três dimensões, a respectiva restauração. A obtenção dos *copings* foi realizada no bloco de zircônia



fixado na unidade fresadora (CAM) e, as coroas usinadas com o auxílio de pontas diamantadas.



**Figura 5** - Sistema CAD/CAM - Neodent.

#### 4.4 Grupos Experimentais

Após a obtenção dos 40 *copings*, estes foram divididos em oito grupos (n=5), de acordo com os fatores “sistema de fresagem” e “envelhecimento” (Tabela 1):

**Tabela 1-** Oito grupos experimentais (n=5), distribuídos conforme os fatores: “sistema de fresagem” e “envelhecimento”.

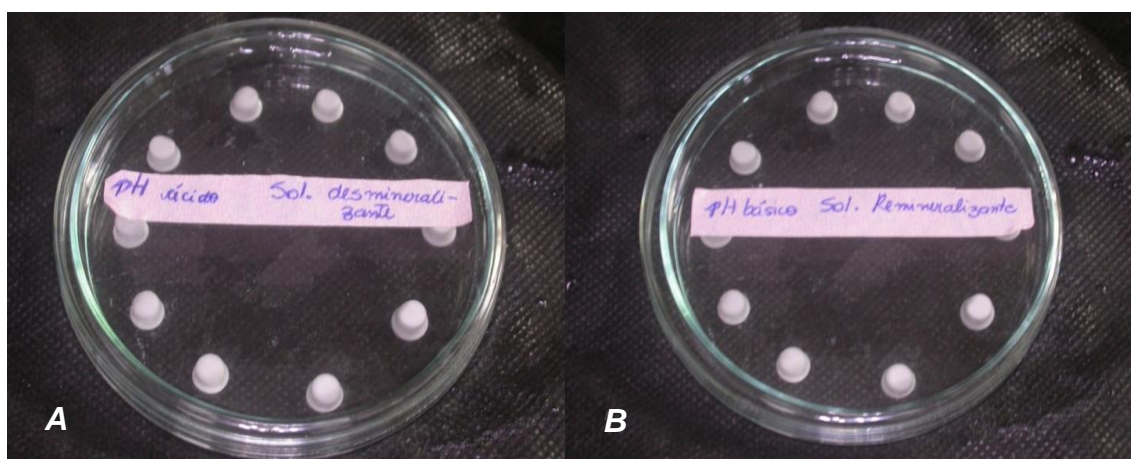
| <b>Grupo</b> | <b>Sistema de fresagem</b> | <b>Envelhecimento</b> |
|--------------|----------------------------|-----------------------|
| CADct        | CAD/CAM                    | -                     |
| MADct        | MAD/MAM                    | -                     |
| CADaut       | CAD/CAM                    | Autoclave             |
| MADaut       | MAD/MAM                    | Autoclave             |
| CADph        | CAD/CAM                    | Ciclagem de pH        |
| MADph        | MAD/MAM                    | Ciclagem de pH        |
| CADtc        | CAD/CAM                    | Termociclagem         |
| MADtc        | MAD/MAM                    | Termociclagem         |

#### 4.5 Protocolos de envelhecimento

As amostras foram submetidas aos protocolos de envelhecimento de acordo com o grupo experimental:

- Autoclave: CADaut e MADaut foram submetidos a 24 horas (18 ciclos) em autoclave (60 Hz, 1600VA, Gnatus – Brasil), com 122°C (+1°C) sob 2 bars de pressão. Segundo Chevalier (1999), se a energia de ativação térmica necessária para esta transformação de fase é de aproximadamente 106 kJ / mol, é possível estimar que 1 hora de tratamento em autoclave a vapor a 122°C sob 2 bars tem o mesmo efeito que um ano in vivo.

- Ciclagem de pH: CADph e MADph foram submetidos à ciclagem de pH. Iniciando o ciclo, as amostras foram imersas em 30 mL de solução desmineralizante (0,05mol /L de tampão acetato, 1,28mmol / LCa, 0,74mmol / LPi e 0,03ugde F /mL - pH5,0) por 4 horas, lavadas em água deionizada, secas e imersas em 30 mL de solução remineralizante (0,1 mol / L tampão Tris, 1,5 mmol / L Ca, 0,9 mmol / L P, 150 mmol / L de KCl, 0,05 ug de F / MI - pH 7,0), completando o ciclo de 24 horas. Decorrido este tempo, os copings foram removidos da solução remineralizante, lavados, secos e novamente imersos em solução desmineralizante por 4 horas, dando início a um novo ciclo. Sete ciclagens foram realizadas para cada grupo experimental e conduzidas por 7 dias. Todas as soluções foram renovadas diariamente (QUEIROZ et al., 2008).



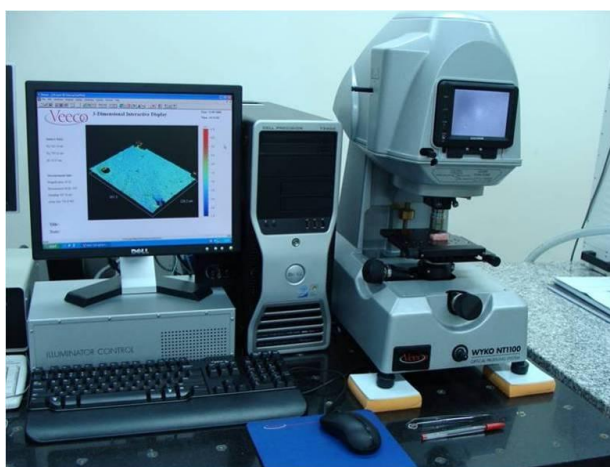
**Figura 6 (A-B):** Ciclagem de pH. a) Amostras imersas em solução desmineralizante. b) Amostras imersas em solução remineralizante.

- Termociclagem: CADtc e MADtc foram submetidos à ciclagem térmica (12.000 ciclos; 5°/55°C), com 30s em cada banho e 2s de transição entre os banhos

conforme metodologia utilizada nos trabalhos de Andreatta Filho (2003) e Valandro et al (2007).

#### 4.6 Análise da rugosidade superficial

Para análise quantitativa da geometria tridimensional (3D) da superfície da cerâmica após técnicas de envelhecimento, as amostras foram analisadas em perfilômetro óptico digital<sup>1</sup> (Wyko®, Modelo NT 1100, Veeco, USA), o qual é conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa Wyko Vision 32 (Wyko®, Veeco, USA) para análise dos dados. As medições dos parâmetros foram realizadas com um aumento de 20X e em uma área de 301,3 x 229,2  $\mu\text{m}$ . Os valores de rugosidade foram obtidos em  $\mu\text{m}$  (Ra).



**Figura 7. Perfilômetro óptico digital** (Wyko®, Modelo NT 1100, Veeco, USA), conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa Wyko Vision 32 (Wyko®, Veeco, USA) para análise dos dados.

#### 4.7 Análise de Difração de Raios X

Para determinar a porcentagem das possíveis transformações da zircônia (t $\rightarrow$ m) induzidas pelos protocolos de envelhecimento e/ou pelo sistema de fresagem,

foi realizada a análise de difração de Raios-X em dezesseis amostras, duas por grupo (n=2). A análise foi realizada utilizando um difratômetro de Raios- X (PHILIPS, PW, 1830).

As fases cristalinas presentes nas duas amostras de cada grupo foram identificadas, utilizando a radiação Cu-K $\alpha$  com varredura entre 20<sup>0</sup> e 60<sup>0</sup>, passo de 0,02<sup>0</sup> e velocidade de 1s / ponto de contagem. Os dados foram analisados por meio de gráficos, utilizando um programa computacional (Oring 5.0, Califórnia, USA).

#### 4.8 Análise Estatística

Os dados foram submetidos à análise estatística por meio da análise de variância (ANOVA – 2 fatores) e teste de comparação múltipla de Tukey, com níveis de significância de 5%.

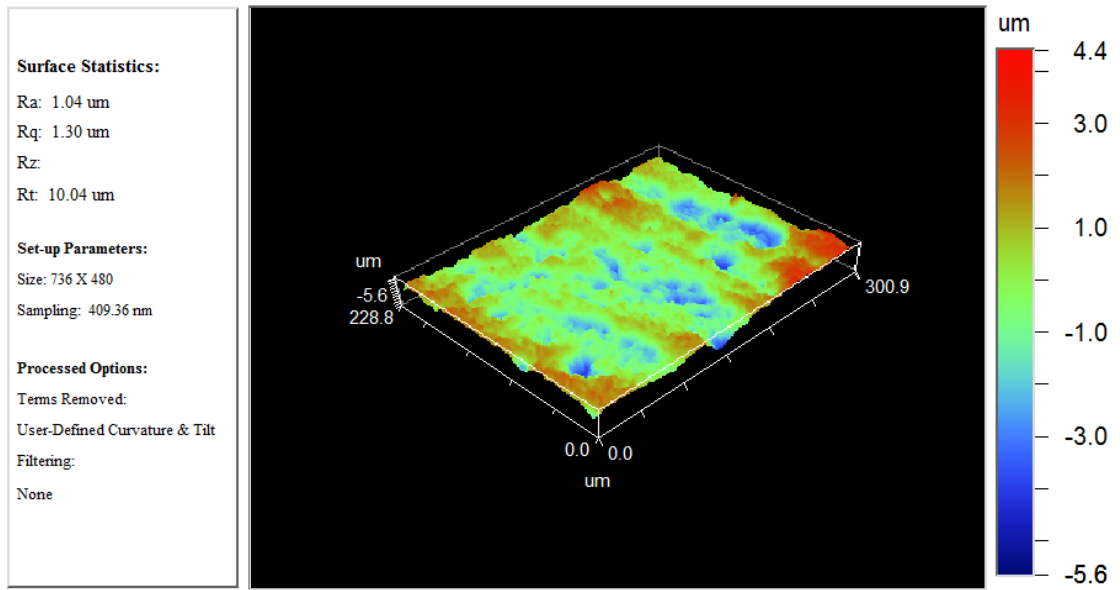
## 5 RESULTADOS

O teste ANOVA – 2 fatores – revelou que os protocolos de “envelhecimento” ( $p=0.5255$ ) e o “sistema de fresagem” ( $p=0.1126$ ) não influenciaram na rugosidade superficial da cerâmica de zircônia.

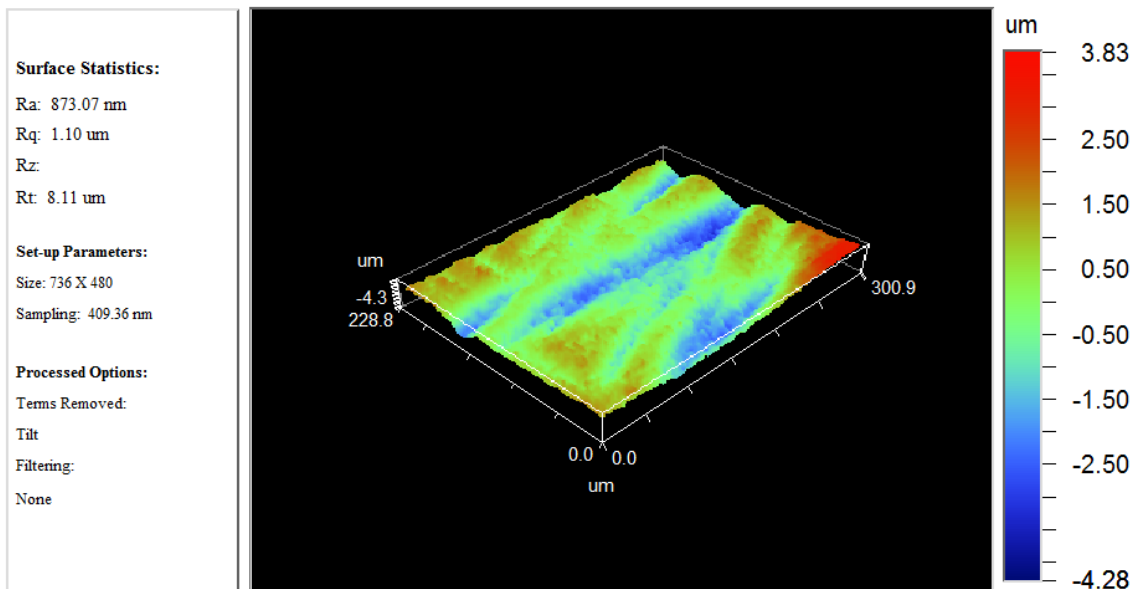
**Tabela 2:** Valores em Ra da rugosidade média ( $\pm$  desvio padrão).

| <b>Grupo</b>  | <b>Média</b> | <b><math>\pm</math>DP</b> | <b>Classificação</b> |
|---------------|--------------|---------------------------|----------------------|
| <b>CADct</b>  | 1.0620       | 0,18                      | A                    |
| <b>MADct</b>  | 1.0780       | 0,27                      | A                    |
| <b>CADaut</b> | 1.0280       | 0,21                      | A                    |
| <b>MADaut</b> | 0.8060       | 0,15                      | A                    |
| <b>CADph</b>  | 0.8460       | 0,18                      | A                    |
| <b>MADph</b>  | 1.0340       | 0,24                      | A                    |
| <b>CADtc</b>  | 1.020        | 0,18                      | A                    |
| <b>MADtc</b>  | 1.0220       | 0,18                      | A                    |

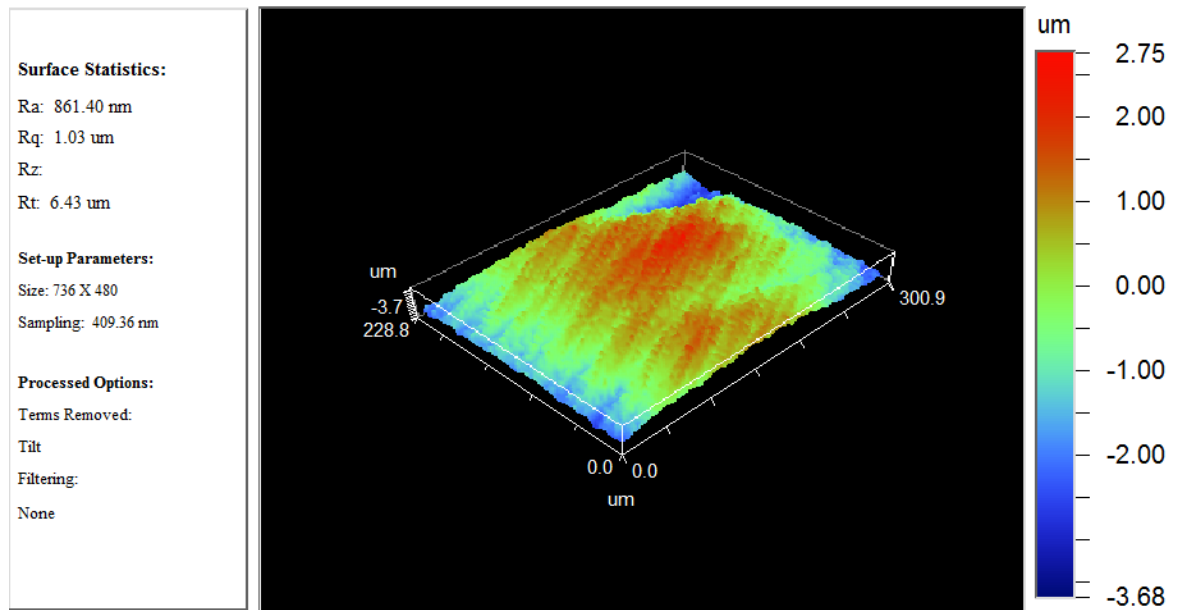
A perfilometria de uma amostra representativa de cada grupo estão representadas pelas figuras 8-15.



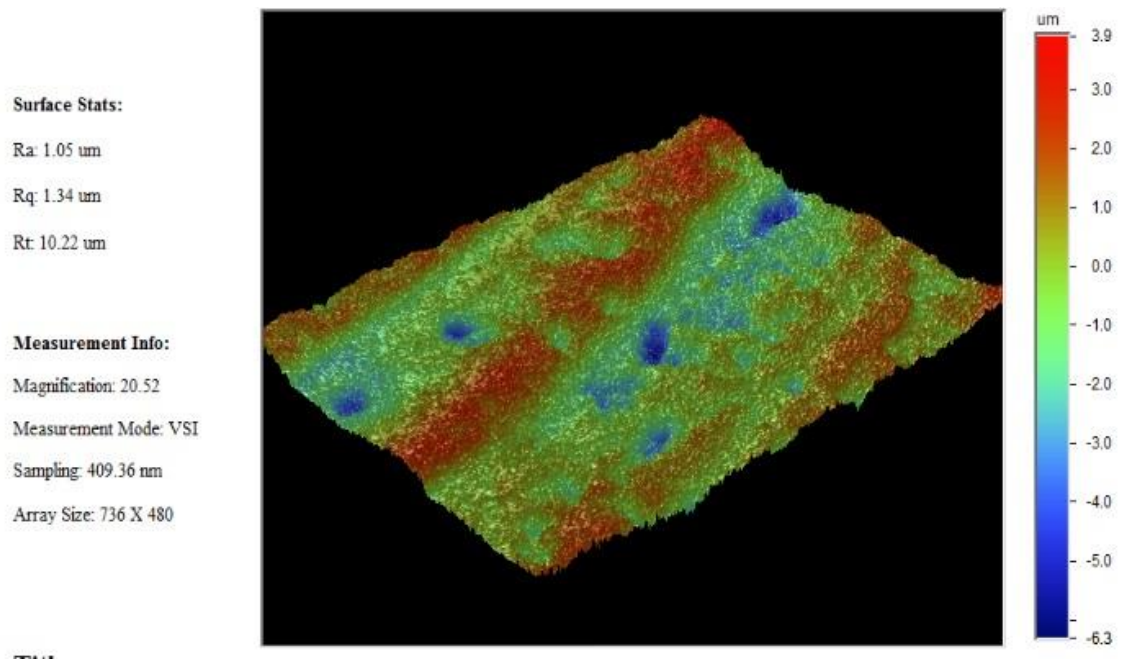
**Figura 8** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo CADct.



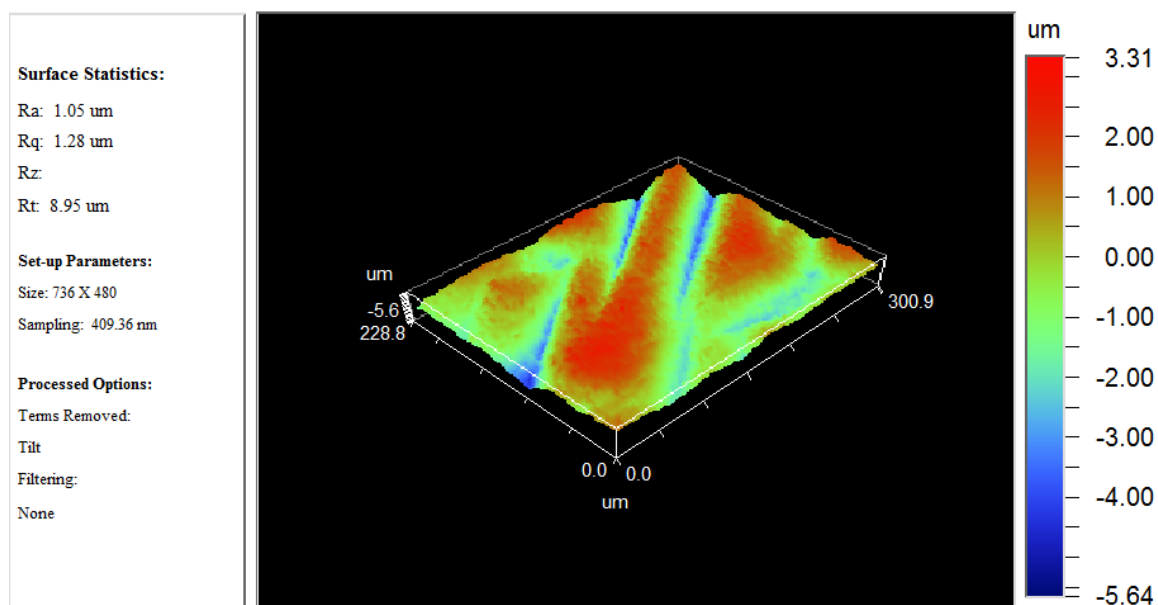
**Figura 9** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo CADaut.



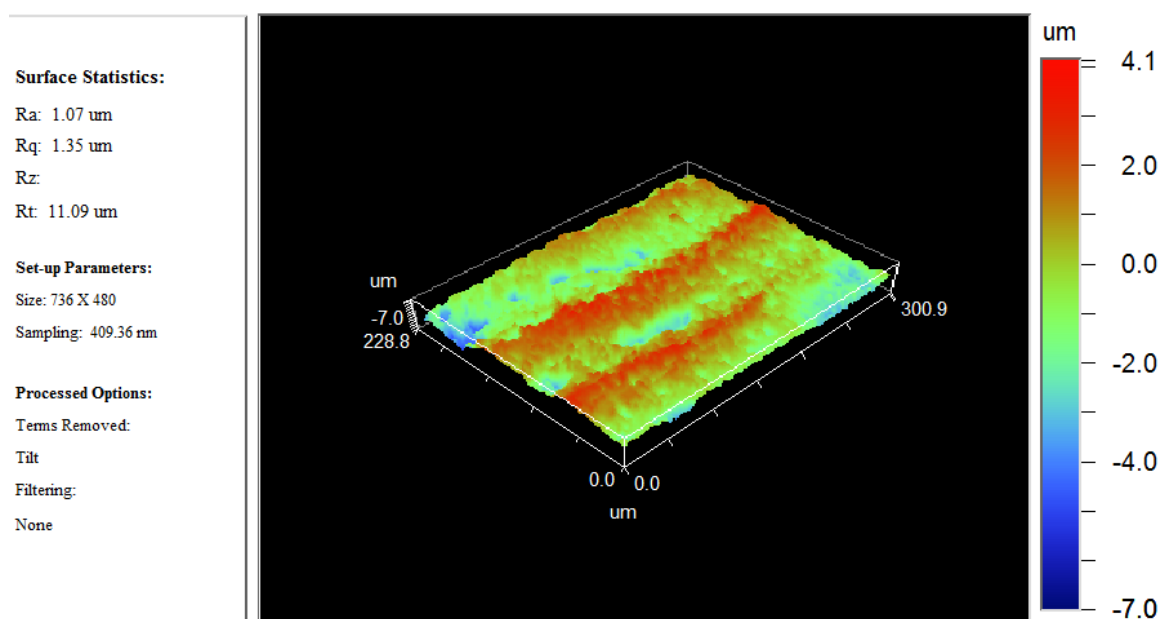
**Figura 10** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo CADph.



**Figura 11** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo CADtc.

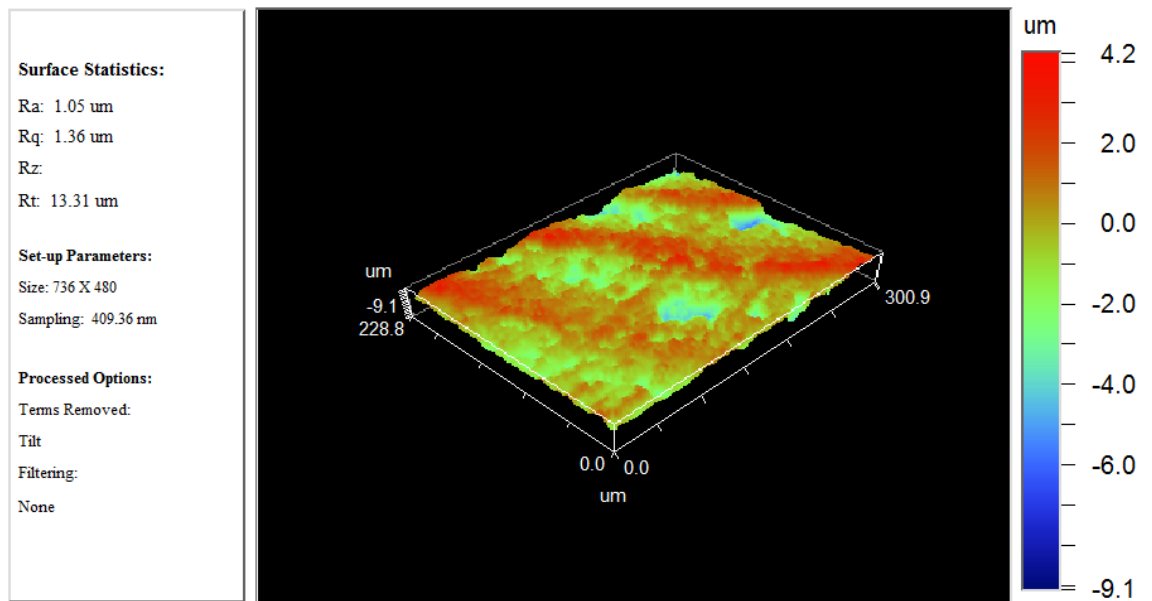


**Figura 12** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo MADct.

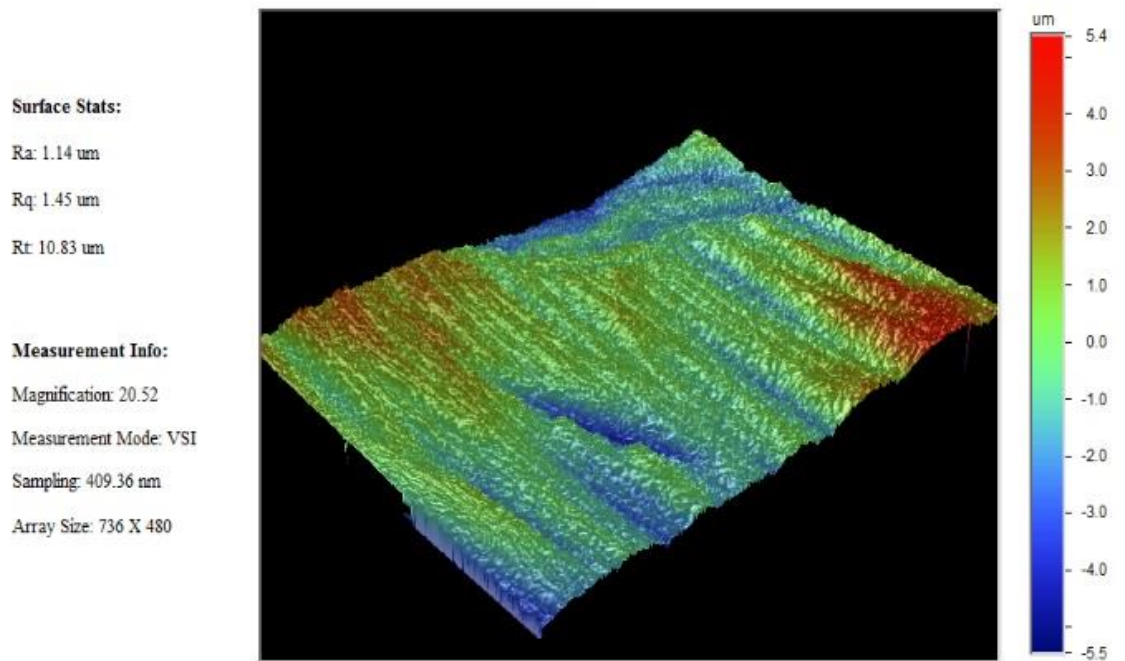


**Figura 13** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo MADaut.





**Figura 14** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo MADph.



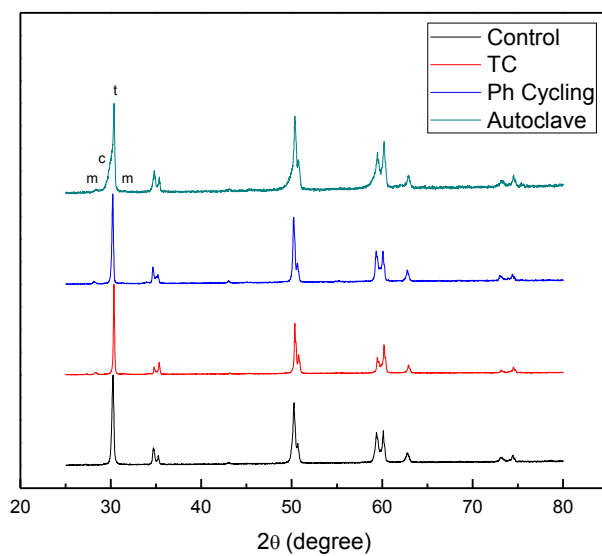
**Figura 15** – Perfilometria óptica digital de amostra representativa do grupo MADtc.

**Tabela 4:** Valores em percentual das fases estruturais da cerâmica de zircônia obtidos em duas amostras de cada grupo (n=16).

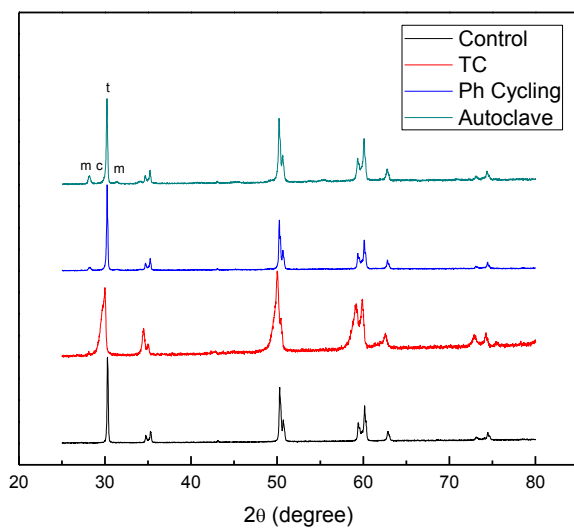
| <b>Grupos</b> | <b>Fase tetragonal(%)</b> | <b>Fase monoclínica(%)</b> | <b>Fase cúbica(%)</b> |
|---------------|---------------------------|----------------------------|-----------------------|
| CADct         | 67,86                     | 2,7                        | 29,43                 |
| CADct         | 68,83                     | 4,2                        | 26,96                 |
| MADct         | 83,79                     | 3,3                        | 12,8                  |
| MADct         | 79,81                     | 0,71                       | 19,46                 |
| CADaut        | 53,56                     | 6,4                        | 40,02                 |
| CADaut        | 60,95                     | 3,8                        | 35,19                 |
| MADaut        | 56,63                     | 21,88                      | 21,48                 |
| MADaut        | 55,94                     | 21,01                      | 23,04                 |
| CADph         | 59,92                     | 9                          | 31,04                 |
| CADph         | 61,1                      | 5,6                        | 33,25                 |
| MADph         | 67,27                     | 12,9                       | 19,75                 |
| MADph         | 69,96                     | 10,13                      | 19,89                 |
| CADtc         | 68,54                     | 10,2                       | 21,25                 |
| CADtc         | 60,45                     | 15,77                      | 23,77                 |
| MADtc         | 61,81                     | 1,5                        | 36,63                 |
| MADtc         | 59,7                      | 7,3                        | 32,9                  |

Através da tabela 4, podemos observar que o protocolo de autoclave diminuiu a porcentagem da fase tetragonal para os dois sistemas de fresagem. No sistema MAD/MAM, a autoclave também proporcionou uma maior porcentagem da fase monoclínica, diferentemente do sistema CAD/CAM, observado no grupo da termociclagem.

Os gráficos representativos obtidos após difração de Raios-X estão representadas pelos gráficos 1 e 2. Analisando-os, observamos diversos picos correspondentes à fase tetragonal da zircônia, em seguida, estes picos tendem a diminuir conforme se aumenta a angulação (20° a 60°) em todas as amostras.



**Gráfico 1:** Gráfico obtido após difração de Raios x realizada em amostras representativas confeccionadas a partir do sistema de fresagem CAD/CAM.



**Gráfico 2:** Gráfico obtido após difração de Raios x realizada em amostras representativas confeccionadas a partir do sistema de fresagem MAD/MAM.

## 6 DISCUSSÃO

Apresentando alta resistência à flexão de mais de 1000 Mpa (RAIGRODSKI, 2004) e uma dureza de cerca de 5 a 10 Mpa, a zircônia está inserida no grupo dos materiais com elevada resistência (CHEVALIER et al, 2007). No entanto, a transformação de fase ( $t \rightarrow m$ ) da cerâmica à base de zircônia, induzida pelo stress é acompanhada por uma expansão volumétrica que induz tensões de compressão (CHEVALIER et al, 1999).

Lawson et al. (1995) afirmaram que a cerâmica Y-TZP é susceptível a vários ambientes, tais como o ar húmido, vapor de água e de outros fluidos aquosos, em uma faixa de temperatura de 65-500°C, mas em soluções aquosas, o efeito é mais catastrófico a temperaturas mais baixas e em tempos mais curtos.

A transformação de fase ( $t \rightarrow m$ ) dos cristais de zircônia é ativada termicamente e acelerada pela presença da água (CHEVALIER et al, 2007; KIM et al, 2010). Os tratamentos a vapor da autoclave pode efetivamente induzir a transformação de fase, podendo ser utilizado como teste acelerado de degradação em baixas temperaturas. Isto poderia explicar os resultados encontrados, onde o protocolo de autoclave diminuiu porcentagens da fase tetragonal para os dois sistemas de fresagem.

Apesar do decréscimo na fase tetragonal, não houve um aumento significativo na concentração da fase monoclinica das amostras do sistema CAD/CAM (2,7% e 4,2%  $\rightarrow$  6,4% e 3,8%) após 24 hrs de envelhecimento em autoclave. Diferentemente do trabalho de Kim et al (2010) que avaliaram a relação entre tratamento de superfície e degradação hidrotérmica de uma cerâmica Y-TZP pré-sinterizada através do sistema CAD/CAM. Neste trabalho, apenas o grupo controle, após 2hrs de envelhecimento em autoclave não apresentava a fase monoclinica em sua superfície. Já após 20hrs, esta fase apresentou um aumento de 55%.

Para simular in vitro as variações de temperatura no meio bucal, realiza-se o procedimento denominado termociclagem a fim de verificar sua capacidade de afetar ou não alguma propriedade da zircônia (RAIGRODSKI, 2006).

Com o protocolo de autoclave a 134°C durante 5 hrs e, termociclagem (TC) em saliva por 30.000 ciclos, Perdigão et al. (2012) investigaram o efeito da simulação de baixa temperatura (s-LTD) e TC na degradação de três materiais dentários à base de zircônia. A DRX revelou que a fase monoclinica foi identificada

em todos os grupos e que a TC aumentou a fase monoclinica apenas para Lava. Sob o Campo de Emissão da Microscopia Eletrônica de Varredura (FESEM -Field-Emission Scanning Electron Microscopy), Lava não apresentou alterações sob baixas temperaturas, mas, mostrou áreas de corrosão até 60 µm de largura após a TC. Com isso, observou-se que a TC acelerou a degradação de Lava por meio de um aumento na fase monoclinica. No presente estudo, avaliamos a influência da termociclagem com 12.000 ciclos na rugosidade superficial da zircônia. Para isso, usamos Perfilometria Óptica Digital na qual observamos que não houve alteração significativa na superfície do material. Entretanto, na nossa análise de DRX a termociclagem aumentou a fase monoclinica apenas para o sistema CAD/CAM, não produzindo o mesmo efeito no sistema MAD/MAM. Isto provavelmente se deve ao fato do sistema de sinterização CAD/CAM, induzir microfissuras na superfície além de estresse compressivo (KIM et al, 2010). Essas microfissuras aceleram a degradação superficial, pois, promovem o aumento da passagem de água na superfície cerâmica (ANDREATA FILHO et al, 2003; CHEVALIER, 2006).

Queiroz et al (2008) utilizaram duas soluções para simular variações de pH que constantemente ocorrem em cavidade oral, as quais promovem os fenômenos de desmineralização e remineralização da estrutura do esmalte dental. Devido à falta de um protocolo padrão para a ciclagem de pH em cerâmica, utilizamos esta metodologia para observarmos se estas variações de pH afetariam a rugosidade superficial da zircônia. No entanto, os resultados demonstraram que a rugosidade superficial não foi modificada significativamente. Contudo, a ciclagem de pH elevou a concentração da fase monoclinica para o sistema MAD/MAM (3,3 ; 0,71 → 12,9 ; 10,13) o que pode ser justificado pela perda de material estabilizador assim como no trabalho de Turp et al (2012) onde armazenaram (37°C, 10 dias) amostras de zircônia em saliva artificial com diferentes valores de pH(3.5, 7, 10) e, observaram que os meios ácido e alcalino interferiram negativamente em propriedades mecânicas da zircônia, resultando na degradação do material, perda de material estabilizador e, aumentando a transformação de fase ( $t \rightarrow m$ ).

No presente trabalho, observamos que os três protocolos foram capazes de aumentar a fase monoclinica do material: no sistema MAD/MAM, o autoclave e a ciclagem de pH e no CAD/CAM, a termociclagem. Lilley (1990) observou através de DRX que a transformação de fase  $t \rightarrow m$  tem como consequência o aumento do volume do material, assim como, a rugosidade superficial do material pôde ser

observada através de microscopia eletrônica de varredura, devido ao aumento dos grãos de zircônia e sua posterior enucleação (microfissuras) (CHEVALIER, 2006). Porém, esta mudança de fases, não foi significativa na rugosidade superficial, o que pode ser observado nas imagens de perfilometria, exibindo picos e vales e, na tabela 2 dos resultados, na qual está descrito que a rugosidade superficial da zircônia foi estatisticamente semelhante entre os grupos.

Desta forma, por não existir uma padronização nos protocolos de envelhecimento da cerâmica de zircônia, estudos avaliando sua relação com a superfície do material tornam-se necessários para viabilizar comparações entre os resultados dos diferentes estudos e aprofundamento dos conhecimentos sobre a influência desses fatores na resistência e rugosidade dos materiais cerâmicos à base de zircônia.

## **7 CONCLUSÃO**

Os sistemas de fresagem não influenciaram significativamente nos valores de rugosidade superficial da cerâmica de zircônia, assim como, os protocolos de envelhecimento que simulam o ambiente oral não modificaram a superfície da cerâmica de zircônia. No entanto, ainda não existe embasamento científico suficiente para determinar a relação entre degradação superficial da zircônia e situações clínicas nas quais é inevitável sua exposição ao meio bucal.

## REFERÊNCIAS

- ABOUSHLIB, M. N.; NIEK, J.; CORNELIS, J. K.; FEILZER, A.J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. **Dent Mater**; v. 21, p. 984-991. 2005.
- ANDREATA FILHO, O. D.; GALHANO, G. A. P.; BOTTINO, M. A.; CAMARGO, F. P.; VALANDRO, L. F.; NISHIOKA, R. S. Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica aluminizada e um cimento resinoso submetidos à ciclagem térmica. **Cienc Odontol Bras**; v. 6, n. 3, p. 32-9, Jul./Set. 2003.
- CHEVALIER, J.; CALES, B.; DROUIN, J. M. Low-temperature aging of Y-YTZP ceramics. **J Am Ceram Soc**; v. 82, p. 2150-2154. 1999.
- CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials**, v. 27, p. 535-43. 2006
- CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L.; DEVILLE, S. Low-Temperature Degradation of Zirconia and Implications for Biomedical Implants. **Annu. Rev. Mater. Res**; v. 37, p. 1-3. 2007.
- CORREIA, A. R. M.; SAMPAIO FERNANDES, J. C. A.; CARDOSO, J. A. P.; DA SILVA, C. F. C. L. CAD-CAM: a informática a serviço da prótese fixa. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 35, n. 2, p. 183-89. 2006.
- DE AZA, A. H.; CHEVALIER, J.; FANTOZZI, G.; SCHEHL, M.; TORRECILLAS, R. Crack growth resistance of alumina, zircônia and zircônia toughened alumina ceramics for joint protheses. **Biomaterials**, v.23, p. 937-945. 2002.
- GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; RINGER, S. P.; SWAIN, M. V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dent Mater**, v. 20, p. 449-456, 2004.
- HEFFERNAN, M. J.; AQUILINO, S. A.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; HASELTON, D. R.; STANFORD, C. M.; VARGAS, M. A. Relative translucency of six all-ceramic restorative systems. Part I: Core materials. **J Prosthet Dent**; v. 88, p. 4–9. 2002.
- HENCH, L. L.; WILSON, J. Na introduction to Bioceramics, advanced series in ceramics, **World Scientific**; Singapura, p. 1-23. 1993.



KAWAI, Y.; UO, M.; WANG, Y.; KONO, S.; OHNUKI, S.; WATARI, F. Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation. **Dent Mater J**; v.30, n.3, p.286-292, Maio. 2011.

KIM, J. W.; COVEL, N. S.; GUESS, P. C.; REKOW, E. D.; ZHANG, Y. Concerns of hydrothermal Degradation in CAD/CAM Zirconia. **J Dent Res**; v. 89, n. 1, p. 91-95. 2010.

KIM, H. T.; HAN, J. S.; YANG, J. H.; LEE, J. B.; KIM, S. H. O efeito da temperatura de envelhecimento baixo sobre a estabilidade propriedade mecânica e fase de Y-TZP cerâmica. **J Adv Prosthodont**; v. 1, n.3, p. 113-117. Nov. 2009.

KURBAD, A.; REICHEL, K. Multicolored ceramic blocks as an esthetic solution for anterior restorations. **Int J Comput Dent**; v. 9, p. 69-82. 2006.

LAWSON, S.; Environmental degradation of zirconia ceramics. **J Eur Ceram Soc**; v. 15, p. 485-502. 1995.

LILLEY, E. Review of low temperature degradation in Y-TZPs. **Ceram. Trans**; v.10, p.387-406. 1990.

MAEDA, L. D. et al. Efeito da adição de biovidro na resistência à fratura dos compósitos biocerâmicos ZrO<sub>2</sub> – Biovidro. **51º Congresso Brasileiro de Cerâmica**. Salvador – BA, 2007.

MORIM, M. Cerec: the power of technology. **Compendium**, v. 22 (suplem.), p. 27-9, 2001.

PERDIGÃO, J.; PINTO, A. M.; MONTEIRO, R. C. C.; BRAZ FERNANDES, F. M.; LARANJEIRA, P.; VEIGA, J. P. Degradation of dental ZrO<sub>2</sub>-based materials after hydrothermal fatigue. Part I: XRD, XRF, and FESEM analyses. **Dental Materials Journal**, v.31, n.2, p. 256-265. 2012.

QUEIROZ, C. S.; HARA, A. T.; PAES LEME, A. F.; CURY, J. A. pH-Cycling Models to Evaluate the Effect of Low Fluoride Dentifrice on Enamel De- and Remineralization. **Braz Dent J**; v. 19, n.1, p. 21-27. 2008.

RAIGRODSKI A. J. Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. **Dent Clin North Am**; v.48, p.531-44. 2004.

RAIGRODSKI A. J.; CHICHE, G. J.; POTIKET, N.; HOCHSTEDLER, J. L.; MOHAMED, S. E.; BILLIOT, S.; *et al.* The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. **J Prosthet Dent**; v. 96, p. 237-244. 2006.

SOUZA, R. C.; SANTOS, C.; BARBOZA, M. J. R.; BAPTISTA, C. A. R. P.; STRECKER, K., ELIAS, C. N. Performance of 3Y-TZP Bioceramics under Cyclic Fatigue Loading. **Materials Research**, v. 11, n, p. 1-10. 2008.

TEIXEIRA, L. H. P. et al. Sinterização e propriedades mecânicas do compósito Y-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ . **Cerâmica**, v. 53, n. 527. 2007.

TURP, V.; TUNCELLI, B.; SEN, D.; GOLLER, G. Evaluation of hardness and fracture toughness, coupled with microstructural analysis, of zirconia ceramics stored in environments with different pH values. **Dental Materials Journal**, v. 31, n. 6, p. 891–902. 2012.

VALANDRO, L. F.; OZCAN, M.; AMARAL, R.; LEITE, F. P.; BOTTINO, M. A. Microtensile bond strength of a resin cement to sílica-coated and silanized In-Ceram Zircônia before and after aging. **Int J Prosthodont**; v. 20, n. 1, p. 70-2, Jan-Fev. 2007.