

Efeito do protocolo de jateamento de cerâmicas a base de Zircônia na translucidez de próteses dentárias

(Effect of the blasting on Zirconia based ceramics on the translucency of dental prostheses)

Rosa, G.O.¹; Quintino, M.N.¹; Alves, M.F.R.P.²; Ribeiro, S.²; Silva, C.L.M.³; C. Santos¹

¹Faculdade de Tecnologia Campus Regional de Resende – UERJ – Rodovia Presidente Dutra km 298, Pólo Industrial – Resende-RJ

²Escola de Engenharia de Lorena – USP – Estrada Municipal do Campinho, s/n - Pte. Nova, Lorena – SP

³ Centro Universitário de Volta Redonda Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, 1325 - Três Poços, Volta Redonda – RJ

Resumo

Os efeitos do protocolo de jateamento na translucidez de cerâmicas a base de Zircônia estabilizada com ítria foram avaliados. Amostras de Zircônia com 3%mol ou 5%mol de Y₂O₃ foram compactadas em diferentes espessuras (0,5-1,5 mm) e sinterizadas a 1500°C por 2h. Posteriormente, os grupos foram lixados, polidos e em seguida caracterizados por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e Densidade Relativa. Parte das amostras foram submetidas a jateamento utilizando partículas de Al₂O₃ ou Rocatec[®] conforme protocolo de preparação dentária para uso de próteses. Três diferente grupos (polido, polido/jateado com Al₂O₃, polido/jateado com Rocatec[®] foram submetidos a espectrofotometria para avaliação do parâmetro de translucidez e razão de contraste. Os resultados demonstram que a translucidez de zircônias dentárias majoritariamente tetragonais é mais sensível aos protocolos de jateamento que as zircônias majoritariamente cúbicas, especialmente para espessuras menores.

Palavras chave: cerâmicas dentárias, zircônia, translucidez, protocolos de jateamento abrasivo.

Abstract

The effects of the blasting protocol on the translucency of yttria stabilized zirconia ceramics were evaluated. Zirconia doped with 3 mol% or 5 mol% Y₂O₃ were compacted in different thicknesses (0.5-1.5 mm) and sintered at 1500 °C for 2h. Subsequently, the groups were polished and then characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and Relative Density. Part of the samples were blasted using Al₂O₃ or Rocatec[®] particles according to the dental preparation protocol for the use of prostheses. Three different groups (polished, polished/sandblasted with Al₂O₃, or polished/sandblasted with Rocatec[®] were subjected to spectrophotometry to evaluate the translucency parameter and contrast ratio. The results demonstrate that the translucency of mostly tetragonal dental zirconia is more sensitive to the protocols of blasting than the mostly cubic zirconia, especially for smaller thicknesses.

Keywords: Zirconia, dental ceramic, translucency, abrasive blasting protocol.

INTRODUÇÃO

A Zircônia tetragonal estabilizado com 3% em mol de ítria (3Y-TZP) tem sido utilizado como material estrutural para fabricação de próteses dentárias há mais de uma década [1-2], devido à maior estabilidade química, biocompatibilidade, estabilidade de cor, baixa condução térmica, baixo acúmulo de placa, resistência à abrasão. Porém seu caráter estético, em particular, sua translucidez, ainda pode ser ajustada para mimetizar de forma adequada as características dos dentes naturais. De uma forma geral, sua baixa translucidez inviabiliza a reprodução do esmalte dentário por parte desta cerâmica, exigindo a aplicação de uma camada de porcelana de recobrimento, com propriedades mecânicas muito inferiores às do núcleo de 3Y-TZP, sendo conseqüentemente, uma região muito suscetível a falhas prematuras [3]. Somado a isto, a porcelana de recobrimento geralmente utilizada é aplicada manualmente, implicando em um processo demorado e de pouca replicabilidade [4-5,6].

Novas maneiras de fabricar próteses dentárias foram avaliadas para que se propusessem parâmetros que aprimorassem a translucidez dos materiais. Com isso buscou-se desenvolver novos grupos de zircônia estabilizadas com ítria e uma série de estudos apostam no maior desenvolvimento de fase cúbica, devido ao seu índice de refração diferenciado e ao isomorfismo característico aos grãos desta fase [3-4], por meio da estabilização da zircônia com 5% mol de Y_2O_3 ou mais.

Todavia, esses esforços desconsideram o efeito do processo prático de jateamento - que consiste em promover condições de ancoramento mecânico (por meio do aumento da rugosidade) e adesividade a nível químico (por meio da impregnação de partículas na superfície da peça) - aplicado nas restaurações dentárias. Este estudo busca compreender e quantificar para zircônias com diferentes concentrações de Y_2O_3 (3Y- TZP e 5Y-TZP), possíveis impactos do processo de jateamento em sua translucidez.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais e processamento dos corpos de prova

Nesse trabalho, foram utilizados pós de partida de 3Y-TZP e 5Y-TZP, adquiridos pela empresa TOSOH Corp. (Japão). A tabela I apresenta as características químicas e físicas informadas pelo fabricante.

Tabela I – Especificações dos pós de ZrO₂ segundo informações do fabricante

	Zpex (Zr3)	Smile (Zr5)
Tamanho de cristalito (nm)	40	40
Área superficial (m ² /g)	13 ± 2	10 ± 1
Massa específica (g/cm ³)	6,04	6,08
Y ₂ O ₃ (% peso)	5,2	9,3

Corpos à verde foram confeccionados com o auxílio de uma prensa uniaxial, Marca BOVENAU modelo P10000, usando pressão de compactação de 100 MPa, por 30s, visando a obtenção de 3 grupos de corpos de prova com espessura distintas, aproximadamente 0,5, 1,0, 1,5 mm, após sinterização. As amostras foram sinterizadas com taxa de aquecimento de 5°C/Min, a temperatura final de 1500°C por duas horas, utilizando um forno com resistências elétricas de MoSi₂, marca MAITEC modelo F1650.

Caracterizações

As amostras foram submetidas ao ensaio de Arquimedes, utilizando balança de precisão, marca Ohaus modelo Discovery, para determinação da massa específica dos corpos de prova sinterizados. A densidade relativa foi estabelecida por meio da comparação com a massa específica aferida por meio do método de Arquimedes e a densidade teórica disponibilizada pelo fabricante.

As amostras foram condicionadas por preparação ceramográfica com lixas diamantadas de 45µm e 15 µm e posteriormente polidas com suspensões diamantadas de 9µm e 6µm. As amostras foram então jateadas com uma pistola de ar modelo mini air da marca Bioart com pressão de 2,5 bar (35psi) utilizando partículas de Al₂O₃ e Rocatec Soft (Al₂O₃-SiO₂). O processo de jateamento ocorreu por um período de 10 segundos para cada uma das amostras e com ângulo de ataque de 45°.

Os corpos de prova foram analisados quanto à translucidez com o auxílio de espectrofotômetro de refletância, marca X-Rite® modelo CF57/CA, de geometria 45/0, seguindo as orientações da norma ISO 2471:2008. O equipamento foi alimentado com uma fonte de luz baseada nos padrões da Comissão internacional de iluminação (CIE), de denominação D65.

A razão de contraste foi obtida em função da razão entre os valores de refletância espectral, obtidos a partir dos valores de luminância medidos sobre o fundo preto e sobre o fundo branco, de acordo com as Equações A e B [7-8-9]. Os valores da razão de contraste vão de 0 (transparência máxima) a 1 (totalmente opaco).

$$RC = \frac{Yp}{Yb} \quad (A)$$

$$Y = \left(\frac{L+16}{116}\right) \cdot Yn \quad (B)$$

Onde: “RC” = razão de contraste; “YP” = refletância espectral, medida sobre fundo preto; “YB” = refletância espectral, medida sobre fundo branco; “L” = luminância; “Yn” = valor de refletância espectral para luz refletida por um difusor com reflexão perfeita, iluminado pela mesma fonte de luz do objeto = 100.

O parâmetro de translucidez é a diferença de cor de um material sobre um fundo branco e sobre um fundo preto, quanto maiores forem os valores deste parâmetro, maior será a translucidez [7-9]. O parâmetro de translucidez foi calculado de acordo com a Equação C.

$$Pt = \sqrt{[(Lp - Lb)^2 + (ap - ab)^2 + (bp - bb)^2]} \quad (C)$$

Onde: “PT”= parâmetro de translucidez; “Lp”= luminância sobre fundo preto; “Lb”= luminância sobre fundo branco; “ap”= coordenada “a*” sobre fundo preto; “ab”= coordenada “a*” sobre fundo branco; “bp”= coordenada “b*” sobre fundo preto; “bb”= coordenada “b*” sobre fundo branco.

Foram identificadas as fases cristalinas presentes nas amostras sinterizadas, via difração de raios X, utilizando difratômetro da marca Panalytical - modelo Empyrium, com fonte de radiação de Cu-K α (1,5405Å), detector PIXcel 3D, programado para realizar varreduras com 2 θ variando entre de 10 a 90°, passo de 0,01° e tempo de contagem de 100 segundos.

Com a finalidade de revelar os contornos de grão, as amostras foram submetidas a ataque térmico, com taxa de aquecimento de 20°C/min até a temperatura de 1400°C durante 15 minutos e resfriadas a taxa de 10°C/min. O tamanho médio dos grãos foi medido a partir das imagens adquiridas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), MEV-FEG marca JEOL modelo JSM 7100FT. O software ImageJ foi utilizado para determinação do tamanho médio dos grãos, por meio do tamanho médio de Feret.

A quantificação da fase monoclinica foi obtida a partir das equações propostas por Toraya [11]. Para isto as intensidades integradas dos picos principais da fase monoclinica (-111)_M e (111)_M e do pico principal da fase tetragonal (101)_T foram analisadas de acordo com as equações (D) e (E):

$$F_m = \frac{1,311X_m}{1+0,311X_m} \quad (D)$$

$$X_m = \frac{(-111)_M + (111)_M}{(-111)_M + (111)_M + (101)_T} \quad (E)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela II apresenta os percentuais de fase obtidos por meio da regra da alavanca, utilizando diagrama de fases ZrO_2 - Y_2O_3 como referência, e a densidade relativa dos corpos de prova sinterizados.

Tabela II – Percentual das fases cristalinas presentes e densidade relativa das amostras sinterizadas.

Amostras	Regra da alavanca (%)		Densidade relativa (%)
	ZrO_2 -Tetragonal (%)	ZrO_2 Cúbica (%)	
Zr3 (ZrO_2 -3mol% Y_2O_3)	68	32	99,36±0,04
Zr5 (ZrO_2 -5mol% Y_2O_3)	25	75	99,13±0,06

As amostras de zircônia dos grupos Zr3 e Zr5 apresentaram valores de densificação próximos, estando ambos em condição de densificação total. Os percentuais das fases presentes no material foram obtidos por meio da regra da alavanca, levando em conta o diagrama de fases do sistema ZrO_2 - Y_2O_3 proposto por Scott [10].

A Figura 1 apresenta as micrografias das amostras sinterizadas a 1500°C. É possível observar uma microestrutura coesa em ambos os materiais, contudo, as amostras de Zr3 (a) apresenta grãos nitidamente menores do que as amostras de Zr5 (b). Também é possível observar que a morfologia dos grãos de maiores dimensões nas amostras ZrO_2 -5% Y_2O_3 tende a não apresentar morfologia isotrópica, ao contrario dos grãos de pequenas dimensões nas amostras ZrO_2 -3% Y_2O_3 .

A Figura 2 apresenta as distribuições dos tamanhos de grão, obtidas com auxílio do software ImageJ, referente as microestruturas apresentadas na Figura 1. Os resultados aferidos para a distribuição dos tamanhos de grão apontam para uma distribuição monomodal nas amostras de ZrO_2 -3mol% Y_2O_3 (a), com $D_{50} \approx 0,47 \mu m$ e $D_{90} \approx 0,82 \mu m$. Esses resultados encontram-se dentro do intervalo ótimo de transformabilidade da fase tetragonal metaestável, entre 0,1 μm e 1 μm , sugerindo que o material possui um forte mecanismo de tenacificação por transformação martensítica.

Já as amostras Zr5 apresentaram uma distribuição bimodal, com $D_{50} \approx 1,28 \mu m$ e $D_{90} \approx 2,32 \mu m$, desta forma, o D_{50} aferido para essas amostras é cerca de 2,5 vezes maior do que o das amostras Zr3. A grande fração de fase cúbica, de menor índice de refração devido a sua característica isotrópica, associada ao maior tamanho médio de grão, aponta para uma redução da densidade de contornos de grão e um teórico aumento da transmitância do material.

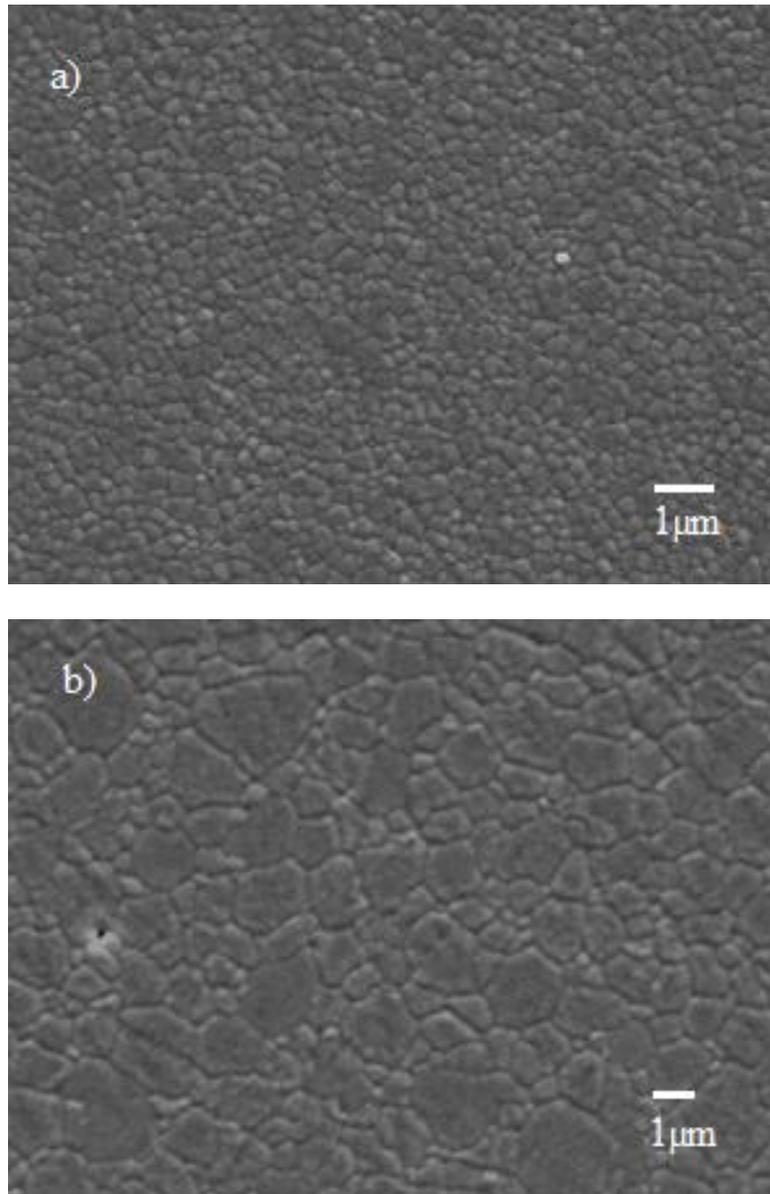


Figura 1 – Micrografias das amostras sinterizadas a 1500°C por 120 minutos: a) amostra $ZrO_2-3mol\% Y_2O_3$, b) amostra $ZrO_2-5mol\% Y_2O_3$.

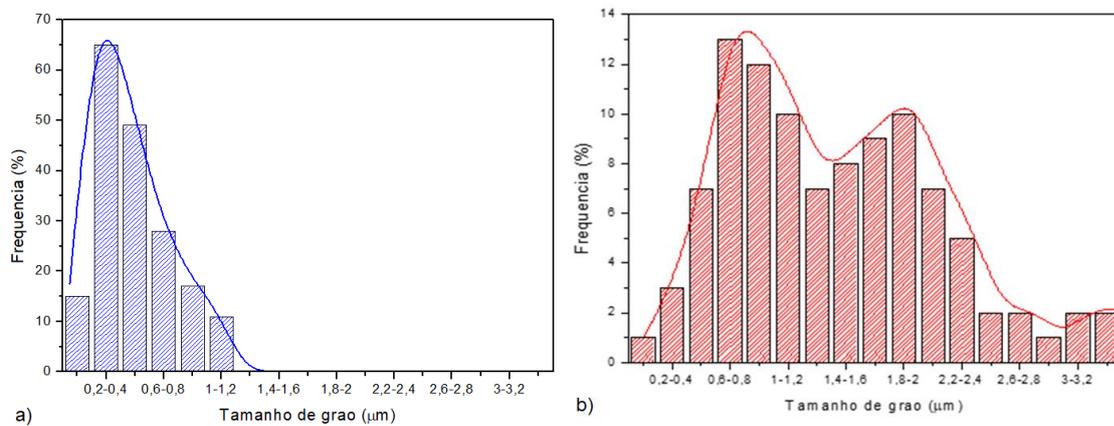


Figura 2 – Distribuição dos tamanhos de grãos para: a) amostra Zr3, $ZrO_2-3mol\% Y_2O_3$, b) amostra Zr5, $ZrO_2-5mol\% Y_2O_3$.

A Figura 3 apresenta as difrações de raios X para as amostras ZrO_2 -3mol% Y_2O_3 e ZrO_2 -5mol% Y_2O_3 , com diferentes tipos de condicionamento superficial: polidas, jateada com Al_2O_3 e com Rocatec.

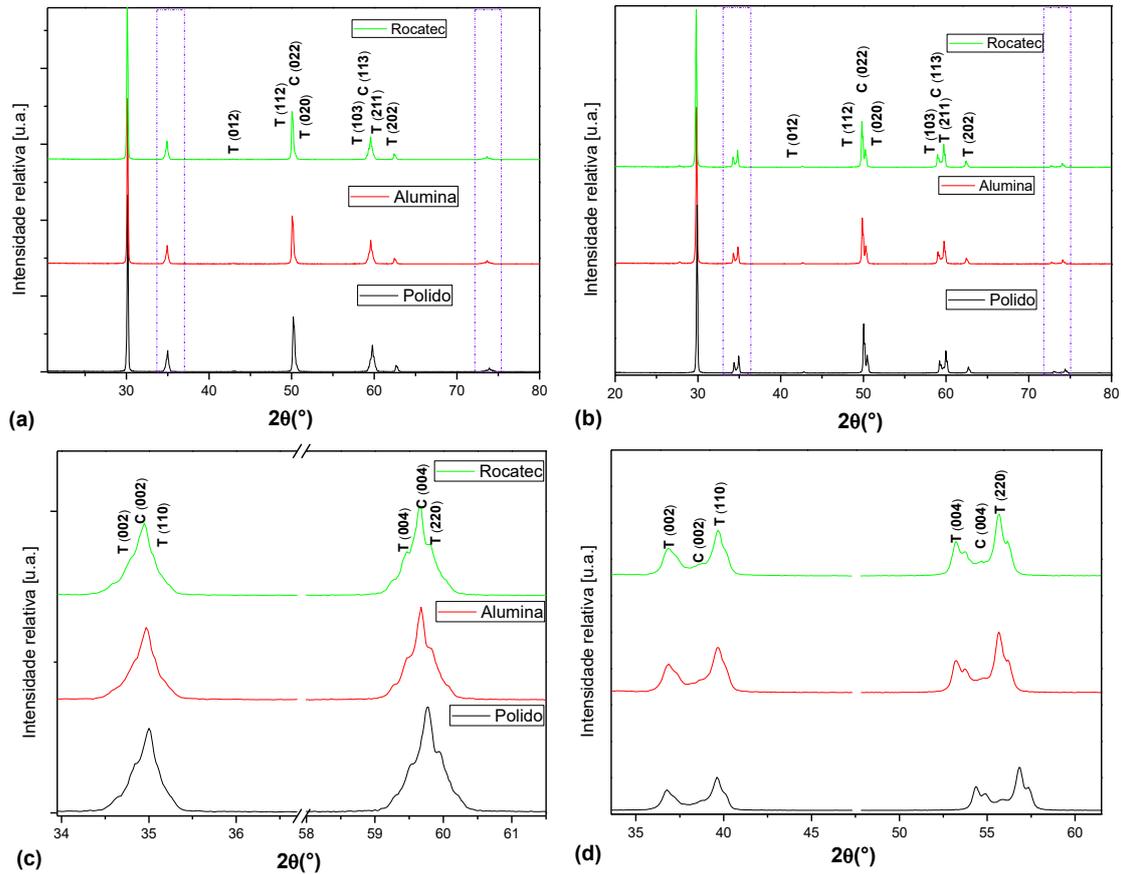


Figura 3 – Difratoogramas obtidos para as amostras submetidas a diferentes acabamentos superficiais, onde: (a) amostra Zr3, (b) amostra Zr5. (c) Região dos planos de fase cúbica na amostra Zr5, (d) Região dos planos de fase cúbica na amostra Zr3.

As Figuras 3(a) e 3(b) apresentam os difratogramas obtidos para as amostras de Zr3 e Zr5, devido a grande semelhança dos parâmetros cristalográficos estruturais das fases cúbica e tetragonal, estes apresentam apenas a variação de um parâmetro de rede e de forma discreta, os perfis de difração dos materiais Zr3 e Zr5 são muito semelhantes. As principais variações observadas entre os materiais analisados estão relacionadas à intensidade relativa dos planos de cada fase, pois, como exposto na Tabela I, a amostra Zr5 apresenta 75% de fase cúbica enquanto a amostra Zr3 apresenta apenas 32% da mesma fase, e estes dados são condizentes com a variação da intensidade relativa dos planos observada para as figuras 3(c) e 3(d).

A Figura 4 apresenta detalhes da região dos picos principais de fase monoclinica para ambos os materiais, em função da condição de acabamento superficial.

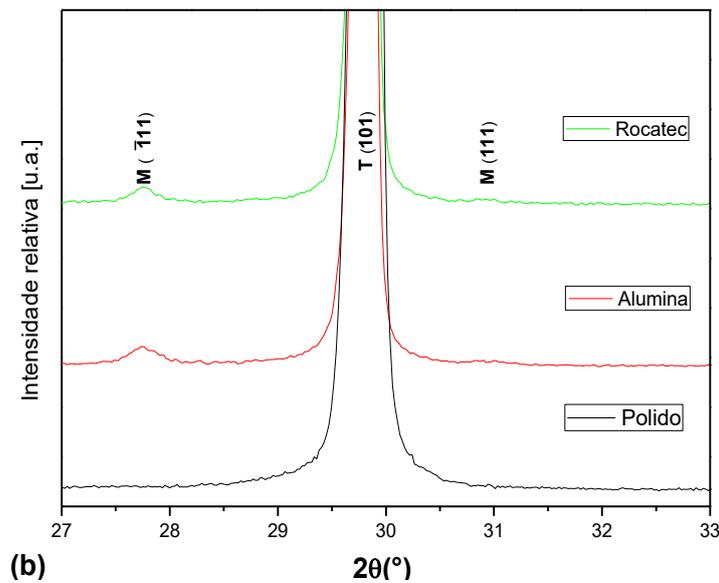
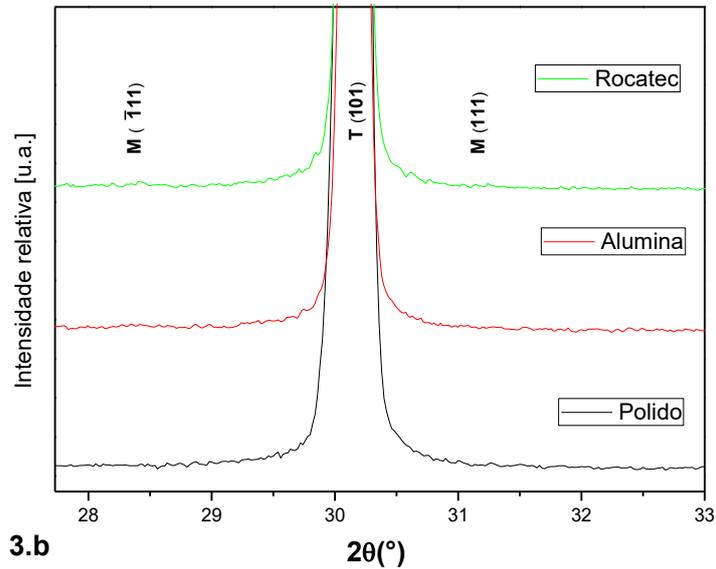


Figura 4 – Difratomogramas obtidos para as amostras submetidas a diferentes acabamentos superficiais, ampliados para região dos picos principais da fase monoclinica, onde: (a) Zr5, (b) Zr3.

Na Figura 4(a) não é possível identificar a presença de traços de fase monoclinica em nenhum dos difratogramas, esse comportamento pode estar associado a uma série de fatores, como a menor concentração de fase tetragonal nas amostras Zr5, cerca de 25% em peso, ao limite de detecção do aparelho, cerca de 3% em volume, e ao maior tamanho médio das partículas de fase cubica. Uma vez que a difração de raios X possui um volume de análise associado à profundidade de penetração do feixe de raios X no material, é provável que a fração de fase monoclinica no volume analisado é inferior ao limite de detecção do equipamento.

Já os difratogramas da Figura 4(b) apresentam uma pequena fração de fase monoclinica nas amostras submetidas a jateamento, induzida pela colisão das partículas abrasivas jateadas com a superfície dos corpos de prova. Utilizando o método proposto por Toraya [11] foi

possível determinar as frações de fase monoclínica para cada material, estando na ordem de 1,5 a 1,8% para as amostras jateadas com Rocatec e Al_2O_3 respectivamente.

A Figura 5 apresenta os resultados de parâmetro de translucidez e razão de contraste para as amostras Zr3 e Zr5, submetidas a diferentes tipos de acabamento superficial.

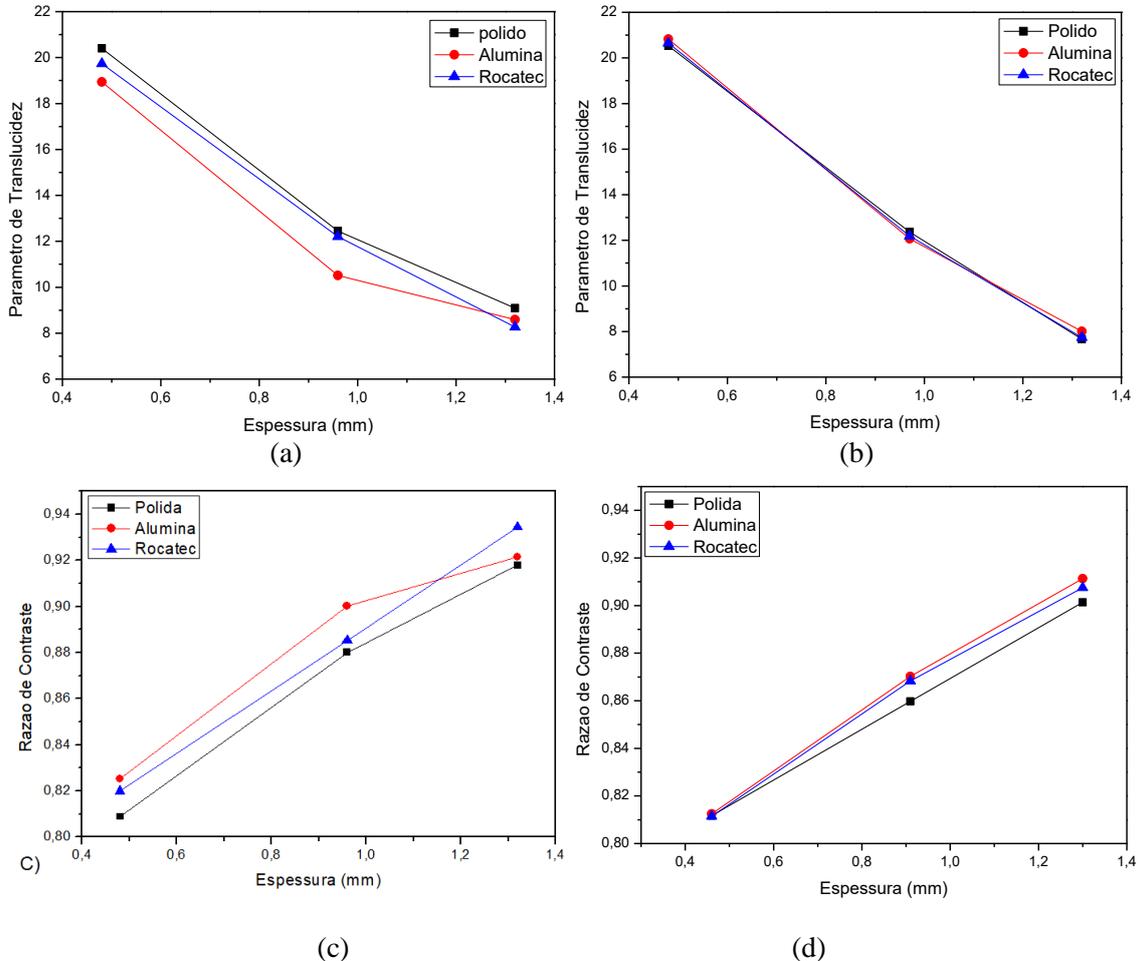


Figura 5 – Parâmetro de translucidez e razão de contraste das amostras de zircônias obtidos para as amostras submetidas a diferentes acabamentos superficiais, onde: (a) (c) Zr3, (b) (d) Zr5.

Os valores calculados para o parâmetro de translucidez indicam que, ao terem uma das superfícies jateadas, as amostras de menor espessura do grupo (A), grupo Zr3, se tornam menos translúcidas (comparativamente na ordem de 7-9%) frente às amostras polidas, contudo, as amostras do grupo (B), grupo Zr5, não apresentaram o mesmo comportamento, mantendo a mesma tendência para diferentes condições de acabamento superficial. Na medida que o jateamento é realizado para amostras com maior espessuras, este efeito se torna desprezível, independente do tipo de zircônia estudada.

É possível que esta diferença apresentadas para menores espessuras das amostras Zr3, esteja associada à presença de uma quantidade de grãos de fase monoclínica na superfície das

amostras jateadas uma vez que esta fase apresenta perfil anisotrópico e o processo de transformação martensítica tende a promover a formação de microtrincamentos ao redor do grão transformado, e estes tendem a promover interações de espalhamento com feixes luminosos, reduzindo a fração total transmitida.

Por outro lado, ao analisar a razão de contraste é possível observar que as amostras do grupo (D) submetidas ao jateamento também demonstram uma leve redução de translucidez, isto se deve a característica da análise de razão de contraste avaliar isoladamente o parâmetro de luminância, retornando resultados mais precisos do que o parâmetro de translucidez. Em paralelo, observa-se que em todos os grupos analisados o parâmetro de espessura impacta a translucidez de forma exponencialmente maior do que o parâmetro de acabamento superficial.

CONCLUSÕES

As análises de translucidez realizadas em cerâmicas densas de $ZrO_2-3\%Y_2O_3$ ou $5\%Y_2O_3$, indicam que as amostras contendo $3\%Y_2O_3$, grupo Zr3, são menos translucidas que as amostras do grupo Zr5. Isso se deve a menor concentração de fase cúbica presente nesse grupo, fase essa de características isotrópicas, que permitem maior passagem de luz. Ambos os grupos indicam perda de translucidez com aumento da espessura. Isso se deve a relação de aumento do número de contornos de grão com o aumento da espessura das amostras, que atuam como espalhadores de luz, promovendo barreiras parciais a passagem de luz. Ao serem jateadas com partículas abrasivas, as amostras menos espessas de amostras do grupo Zr3 apresentam perda de translucidez da ordem de 10% frente as amostras polidas devido possivelmente a transformação superficial tetragonal→monoclínica (T-M) a qual esses materiais são submetidos. As amostras Zr5, por serem majoritariamente cúbicas, não possuem alta transformação de fases T-M. Com isso esse efeito é pouco pronunciado, e portanto, esse material é pouco influenciado pelo protocolo de jateamento abrasivo, dentro dos grupos de espessura das peças de zircônia estudado nesse trabalho.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPERJ e ao CNPq pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- [1] Zhang, H., Li, Z., Kim, B. N., Morita, K., Yoshida, H., Hiraga, K., Sakka, Y. Effect of alumina dopant on transparency of tetragonal zirconia. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1.
- [2] Zhang, Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dental Materials*, 2014, v. 30, n. 10, p. 1195–1203.
- [3] Camposilvan, E., Leone, R., Gremillard, L., Sorrentino, R., Zarone, F., Ferrari, M., Chevalier, J. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dental Materials*, 2018, 34(6), 879-890.
- [4] Kaplan, M.; Öztürk, A.; Park, J. Production and Characterization of Yttria Stabilized Zirconia Ceramic Blocks for Dental Applications. *Immc*, 2016, p. 324–327.
- [5] Chevalier, J., Deville, S., Münch, E., Jullian, R., Lair, F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*, 2004, 25(24), 5539-5545.
- [6] Chevalier, J., Gremillard, L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, 2009, 29(7), 1245-1255.
- [7] Schanda, J. *Colorimetry Understanding the CIE*. Canada: John Wiley & Sons, Inc, 2007
- [8] Shevell, S. K. *The Science of Color*. 2nd. Elsevier, 2003
- [9] Nogueira, A. D.; Della Bona, A. The effect of a coupling medium on color and translucency of CAD-CAM ceramics. *Journal of Dentistry*, 2013, v. 41, n. SUPPL. 3, p. e18–e23.
- [10] Scott, H. G. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *Journal of Materials Science*, 1975, v. 10, n. 9, p. 1527–1535.
- [11] Toraya, H., Yoshimura, M., Somiya, S. Calibration curve for quantitative analysis of the Monoclinic-Tetragonal ZrO₂ system by X-ray diffraction. *Journal of the American Ceramic Society*, 1984, 67(6), C-119.