KELLI NUNES MONTEIRO

Efeito da coloração nas propriedades mecânicas e ópticas de cerâmicas odontológicas à base de zircônia

São Paulo

2016

KELLI NUNES MONTEIRO

Efeito da coloração nas propriedades mecânicas e ópticas de cerâmicas odontológicas à base de zircônia

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia Oral) para obter o título de Mestre, em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

São Paulo

2016

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

Catalogação-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Monteiro, Kelli Nunes.

Efeito da coloração nas propriedades mecânicas e ópticas de cerâmicas odontológicas à base de zircônia / Kelli Nunes Monteiro ; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2016.

83 p. : ilus., tab.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Biomateriais e Biologia Oral. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Zircônia. 2. Coloração. 3. Propriedades mecânicas. 4. Propriedades ópticas. I. Cesar, Paulo Francisco. II. Título.

Monteiro K.N Efeito da coloração nas propriedades mecânicas e ópticas de cerâmicas odontológicas à base de zircônia Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas

Aprovado em: 15/04/2016

Banca Examinadora

Prof(1) ._____

Instituição: _____Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a)._____

Instituição: _____Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a)._____

Instituição: _____Julgamento: _____

DEDICATÓRIA

Primeiramente a **Deus**, quem tornou e torna tudo possível. Por abençoar e guardar meus caminhos, dentro e fora da pós-graduação.

Aos meus pais **Izabel Cristina** e **Antônio Carlos** que, na segurança de um lar bem estruturado, esculpiram a minha personalidade e meu caráter, além do amor incondicional. Dedico a vocês mais do que este trabalho, dedico a minha vida e minha eterna gratidão. A vocês tudo de melhor, todo o meu melhor e sempre.

A minha irmã **Christiane**, amiga, companheira e colega de profissão obrigada pelo apoio e a certeza de ter com quem contar. “Você é a melhor ponte com o meu passado e quem sempre me apoiará no futuro”. Você me inspira a ser sempre melhor a cada dia, a fazer o meu melhor. A minha vitória é a sua também.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar** pela orientação, paciência, disponibilidade e amizade no decorrer destes anos. Sou grata pelos ensinamentos e apoio nos momentos em que precisei. Conviver com o senhor foi um experiência ímpar. Essa convivência me surpreendeu dia após dia, o senhor terá minha admiração e seus ensinamentos serão levados comigo pelo resto da minha vida.

Ao professor **Prof. Dr. Luis Antônio Genova**, minha eterna gratidão pela confiança, apoio, paciência e pelo exemplo de pesquisador e profissional. Por ter me dado todos os subsídios para que fosse possível essa pesquisa, compartilhando conhecimento e a valiosa colaboração na realização da parte experimental, sem a qual não seria possível este trabalho.

Aos meus pais e maiores incentivadores **Izabel Cristina** e **Antônio Carlos**, pela paciência, compreensão e apoio em todos os meus momentos difíceis, de prova física e mental, que passei durante todo esse processo. Vocês foram a calmaria e o alicerce sempre que precisei. São os meus amores. E essa conquista sem dúvidas pertence à vocês.

A minha irmã **Christiane**, que mesmo de longe, sempre esteve presente comigo. Obrigada pelos conselhos e orientações. É confortante tê-la comigo nessa jornada.

Ao **João Felipe**, cunhado e amigo, que sempre teve palavras de incentivo e inspiração para comigo, meu muito obrigada.

Aos Professores do Departamento de Biologia Oral e Biomateriais Dentários da FOUSP, **Rosa Miranda Grande**, **Alyne Simões Gonçalves**, **Antônio Muench**, **Carlos Eduardo Francci**, **Fernando Neves Nogueira**, **Igor Studart Medeiros**, **Josete Barbosa Cruz Meira**, **Leonardo Elloy Rodrigues Filho**, **Paulo Eduardo Capel Cardoso**, **Rafael Yagüe Ballester**, **Roberto Ruggiero Braga, Walter Gomes Miranda Jr.** e **Victor Elias Arana-Chavez,** por tudo que acrescentaram para meu desenvolvimento profissional.

Aos funcionários e amigos do Departamento de Biologia Oral e Biomateriais Dentários da FOUSP, **Rosa Cristina Nogueira (Rosinha)**, **Antônio Carlos Lascala, Douglas, Elidamar Bastos (Eli) e Dona Fran** obrigado pelo apoio, por toda ajuda, pelo carinho, amizade e pelas boas conversas.

Aos meus queridos amigos "Filhos de Francisco" que contribuíram direta e indiretamente para a realização deste trabalho: **Stéphanie Favero,** uma das responsáveis pelo meu ingresso na iniciação científica no departamento, só tenho a agradecer pela amizade em todos os momentos desta jornada, sei que terá um futuro brilhante, acredito e torço muito pelo seu sucesso; **Erick de Lima**, obrigada pelo companheirismo, amizade e ajuda nos momentos em que precisei você é um excelente pesquisador e dono de uma generosidade admirável; **Lucas Hian,** exemplo de pesquisador, obrigada por dividir seu conhecimento, pelas conversas, conselhos e momentos de descontração. Desejo a você um futuro brilhante e fico muito honrada em tê-lo na minha banca. À **Karen Fukushima** obrigada pela convivência durante esses anos, conversas e pela ajuda, meus sinceros agradecimentos. Ao **Ranulfo Miranda,** obrigada pela ajuda e pela convivência. Às alunas de iniciação **Yasmin Correa** e **Sahar Riman** obrigada pela colaboração.

Aos colegas que conheci durante a Pós-Graduação **Pedro Albuquerque**, **Alexander Nishida**, **Ezequias Rodriques**, **André De Vito**, **Bruno Lopes**, **Ana Carolina Romero**, **Yvete Salazar**, **Lívia Natale**, **Mariel Mass, Mariana Cavalcante** e **Carina Tanaka** obrigada pela amizade, companheirismo e inspiração.

Andrea Rodas pela análise de citotoxicidade.

À **Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo – FOUSP,** pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao **Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN)** pela oportunidade de estudo e uso de suas instalações

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

À **3M ESPE** pela doação das soluções de tingimento utilizadas neste estudo.

“Comece fazendo o que é necessário, depois o que é possível, e de repente você estará fazendo o impossível.”

São Francisco de Assis

RESUMO

Monteiro KN. Efeito da coloração nas propriedades mecânicas e ópticas de cerâmicas odontológicas à base de zircônia dissertação São Paulo, Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2016 Versão Original.

Os objetivos deste trabalho foram avaliar o efeito da aplicação de sete soluções de tingimento e de três diferentes pós de partida comerciais (TZ-3YSB-E, Zpex, TZ-3Y20AB), sobre o parâmetro de translucidez, a resistência à flexão e análise de citotoxicidade de cerâmicas policristalinas à base de zircônia. As seguintes hipóteses foram testadas: (1) não há efeito da solução de tingimento ou do pó de partida nas propriedades ópticas das cerâmicas policristalinas; (2) não há efeito da solução de tingimento, do pó de partida e do envelhecimento hidrotérmico nas propriedades mecânicas das cerâmicas policristalinas; (3) não há efeito da solução de tingimento ou do pó de partida na citotoxicidade das cerâmicas policristalinas. Material e métodos: foi realizada a análise química das soluções de tingimento (FRX), caracterização dos pós cerâmicos (MEV-FEG), estudo de compactação e sinterização e análise térmica. As pastilhas cerâmicas foram confeccionadas utilizando os três pós cerâmicos. A compactação foi feita uniaxialmente com posterior prensagem isostática a frio. Após pré-sinterização, as pastilhas foram imersas nas diferentes misturas das soluções de tingimento comerciais (de acordo com a especificação do fabricante), com posterior secagem e sinterização final. Os materiais foram testados quanto às propriedades ópticas (parâmetro de translucidez (PT) e coordenadas colorimétricas), quanto à resistência à flexão em três pontos antes e após tratamento para degradação hidrotérmica (5 horas a 134°C, sob pressão de 2 bar) e análise de citoxicidade.

(Resultados: Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento e de diferentes pós de partida sobre o parâmetro de translucidez, foi possível notar que o material interfere nos parâmetros de translucidez, sendo que o Zpex (PT = 11,2 ± 5,4) foi o material mais translúcido. Para o efeito do uso das soluções de tingimento, a mistura das soluções para a obtenção das cores B1 (9,5 ± 7,0) e B3 (8,7 ± 9,7) resultaram em espécimes mais translúcidos e a cor D3 (1,9 ± 0,7) apresentou espécimes com menor translucidez. Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento, dos três pós de partida e do envelhecimento sobre a resistência à flexão, foi possível notar que o material interfere na resistência à flexão das cerâmicas policristalinas, sendo que a maior média de resistência foi obtida para o TZ-3YB-E

(605,8 ± 106,4 MPa). O envelhecimento causou uma diminuição dos valores de resistência, porém ao se observar cada grupo individualmente, essa queda não foi estatisticamente significativa para nenhum deles. O uso das soluções de tingimento afetou as médias de resistência, sendo que as cores A2 (614,9 ± 120,2 MPa) e C2 (625,0 ± 97,6 MPa) resultaram em resistência maior do que aquelas medidas para as cores A3 (497,0 ± 109,1 MPa) e C3 (529,5 ± 134,9 MPa). Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento e dos três diferentes pós de partida sobre a citotoxicidade, foi possível notar que ambos os fatores afetaram os valores de viabilidade celular. Entretanto, para todos os grupos analisados, a viabilidade celular obtida ficou acima de 90% e, portanto, todos os grupos apresentaram uma excelente biocompatibilidade. Conclusão: o material e as soluções de tingimento afetaram o parâmetro de translucidez e as coordenadas colorimétricas permitindo rejeitar a primeira hipótese testada. As soluções de tingimento e os materiais influenciaram a resistência à flexão das cerâmicas policristalinas, entretanto a queda de resistência no envelhecimento não foi significativa, portanto, a hipótese de que não haveria efeito do pó de partida, solução de tingimento e envelhecimento sobre a resistência à flexão foi parcialmente rejeitada A hipótese de que não haveria efeito do pó de partida e da solução de tingimento sobre a citotoxicidade foi rejeitada, mas todos os grupos testados não se apresentaram citotóxicos.

Palavras-chave: Zircônia. Coloração. Propriedades mecânicas. Propriedades Ópticas.

ABSTRACT

Monteiro KN. Coloring effect on the mechanical and optical properties of dental ceramics to zirconia base dissertation São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2016 Versão Original.

The objectives of this study were to evaluate the effect of the application of seven coloring solutions and three different starting powders (TZ 3YSB-E, Zpex, TZ-3Y20AB) on the translucency parameter, flexural strength and cytotoxicity of zirconia-based polycrystalline ceramics. The following hypotheses were tested: (1) there is no effect of the coloring solution or the starting powder on the optical properties of the ceramics tested; (2) there is no effect of the coloring solution, of the starting powder and of hydrothermal aging on the mechanical properties of the materials; (3) there is no effect of the coloring solution or the starting powder in the cytotoxicity of the ceramics tested. Material and methods: we performed a chemical analysis of the coloring solutions (FRX), characterization of ceramic powders (SEM-FEG), study of compaction, sintering and thermal analysis. The ceramic discs were made using the three ceramic powders. Compression was made uniaxiallly with subsequent cold isostactic pressure. After pre-sintering, the discs were immersed in different mixtures of commercial coloring solutions (according to manufacturer's specifications) with subsequent drying and final sintering. The materials were tested for optical properties (translucency parameter, TP), and biaxial flexural strength before and after hydrothermal degradation protocol (5 hours at 134°C under 2 bar pressure) and cytotoxicity analysis (evaluation cell viability). Results: With regard to the effect of applying the coloring solutions and the effect of the different starting powders on the translucency parameter, it was observed that the material interfered significantly with the light transmission parameters, and the Zpex (TP=11.2 ± 5.4) was the morst translucent material. With regards to the effect of the coloring solutions on TP, mixing the solutions to obtain the shades B1 (9.5 ± 7.0) and B3 (8.7 ± 9.7) resulted in more translucent specimens and shade D3 (1.9 ± 0.7) resulted in the lowest translucency. With respect to the effect of applying the coloring solutions, the three starting powders and aging on the flexural strength, it was observed that the material interfered with the flexural strength of polycrystalline ceramics, being the highest mean strenght obtained for the TZ-3YB-E

(605.8 ± 106.4 MPa). Aging caused a decrease in resistance values, but when considering each group individually, this decrease was not statistically significant for any of them. The use of coloring solutions affected the average strength, as shades A2 (614.9 ± 120.2 MPa) and C2 (625.0 ± 97.6 MPa) resulted in greater strength than those measured for shades A3 (497.0 ± 109.1 MPa) and C3 (529.5 ± 134.9 MPa). With respect to the effect ofthe coloring solutions and the powders on the cytotoxicity, it was observed that both factors affected cell viability values. However, for all groups, the obtained cell viability was above 90% and therefore all of them showed an excellent biocompatibility. Conclusion: the material and coloring solutions affected the translucency parameter and the colorimetric coordinates allowing for rejection the first hypothesis tested. The coloring solutions and the starting powder influenced the flexural strength of polycrystalline ceramics, however, the decrease in strength after aging was not significant; therefore, the second hypothesis was partially accepted. The hypothesis that there would be no effect of the starting powder and the coloring solution on the cytotoxicity was rejected, but all tested groups were not cytotoxic.

Keywords : Zirconia. Coloring. Mechanical properties Optical properties

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 15
2 REVISÃO DA LITERATURA 19
2.1 ZIRCÔNIA TETRAGONAL ESTABILIZADA POR ÍTRIA (Y-TZP) 19
2.2 DEGRADAÇÃO A BAIXAS TEMPERATURAS 20
2.3 RESTAURAÇÕES MONOLÍTICAS 21
2.4 PROPREIDADES ÓPTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS 22
2.5 PIGMENTOS UTILIZADOS NOS MATERIAIS CERÂMICOS 26
2.6 ANÁLISE DE CITOTOXIDADE 26
3 PROPOSIÇÃO 28
4 MATERIAL E MÉTODOS 29
4.1 MATERIAL 29
4.2 MÉTODOS 31
4.2.1 Análise química das soluções de tingimento 31
4.2.2.CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS CERÂMICOS 32
4.2.2.1 Microscopia eletrônica de varredura 32
4.2.2.2 Estudo de compactação 32
4.2.2.3 Análise térmica 32
4.2.2.4 Estudo de sinterização 33
4.2.3 Confecção dos espécimes cerâmicos 33
4.2.4 Pigmentação dos espécimes cerâmicos 35
4.2.5 Sinterização final 37
4.2.6 Propriedades ópticas 37
4.2.7 Ensaio mecânico 38
4.2.7.1 Resistência à flexão (biaxial) 39
4.2.8 Degradação hidrotérmica 40
4.2.9 Análise da citotoxicidade 42
4.2.10 Análise dos resultados 43
5 RESULTADOS 43
5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL 43
5.2 ESTUDO DE COMPACTAÇÃO 47

5.3 ESTUDO DE SINTERIZAÇÃO 48
5.4 ANÁLISE TÉRMICA 48
5.5 ANÁLISE QUÍMICA DAS SOLUÇÕES DE TINGIMENTO 50
5.6 PROPRIEDADES ÓPTICAS 51
5.6.1 Parâmetro de translucidez (PT)..... 51
5.6.2 Coordenadas colorimétricas L*, a* e b*..... 56
5.7 RESISTÊNCIA À FLEXÃO (BIAXIAL) 61
5.8 ANÁLISE DA CITOTOXICIDADE..... 69
6 DISCUSSÃO 73
7 CONCLUSÕES 78
REFERÊNCIAS..... 80

1 INTRODUÇÃO

O uso das restaurações dentárias de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) em substituição às restaurações metálicas teve início no final do século XX. Atualmente, esse material cerâmico tem sido o foco de muitos estudos clínicos e laboratoriais nas áreas de biomateriais e prótese dentária. As principais características que favorecem a utilização da Y-TZP como um biomaterial são a excelente biocompatibilidade, alta estabilidade dimensional, baixa condutividade térmica, alta resistência mecânica, e alta tenacidade à fratura, principalmente em relação a outros grupos cerâmicos usados na Odontologia (2, 3).

A Y-TZP é considerada um tipo de cerâmica única, pois apresenta propriedades mecânicas muito superiores em comparação com outros tipos de cerâmicas dentárias. Tal fato permite que esse material possa ser indicado para a confecção de próteses parciais fixas posteriores relativamente extensas (até cinco elementos) e “abutments” sobre implantes (4). Os altos valores de tenacidade à fratura e a elevada resistência à flexão apresentados pela Y-TZP estão associados ao seu mecanismo de tenacificação por transformação de fase. Para garantir a estabilidade da fase tetragonal da zircônia em temperatura ambiente, dopantes são adicionados ao material, sendo o mais utilizado o óxido de ítrio (Y_2O_3) a 3% em mol (12,13).

O mecanismo de transformação de fase na Y-TZP é deflagrado quando tensões de tração se acumulam em um defeito microestrutural do material (por exemplo, uma microtrinca). Esse acúmulo de tensão estimula a transformação de cristais tetragonais em monoclínicos (T-M). A estrutura cristalina monoclínica apresenta maior volume do que a tetragonal, o que gera uma expansão de 3 a 5% em volume (7-9). Essa expansão no volume induz tensões de compressão localizadas na ponta da trinca, evitando assim a sua propagação (6).

A principal limitação para a utilização da zircônia é a possibilidade da transformação da estrutura tetragonal para a monoclínica poder ser induzida pela presença da água ou vapor de água. Esse processo é comumente chamado de envelhecimento ou degradação a baixas temperaturas (“low temperature degradation”, LTD), e pode ser particularmente crítico para uma aplicação na qual o material se encontra permanentemente em contato com a umidade, como ocorre no

ambiente bucal. A transformação de fases provoca o surgimento de microtrincas na superfície do material, que se propagam com o tempo, reduzindo as propriedades mecânicas da estrutura (5-9).

O processo de LTD se inicia com a transformação de fase (T-M) dos grãos superficiais da Y-TZP em contato com a água; as microtrincas formadas com esta transformação permitem a penetração da água pelas mesmas, atingindo grãos mais internos, que também se transformam, provocando a propagação das microtrincas para camadas mais internas, reduzindo assim o sucesso clínico em longo prazo de peças protéticas produzidas com esse material cerâmico. Embora esse mecanismo ainda não seja totalmente conhecido, acredita-se que grupos OH- sejam os responsáveis por degradar as ligações atômicas presentes nos grãos do material, deflagrando assim a transformação de fase (10).

A cerâmica Y-TZP é um material de alta opacidade com coloração esbranquiçada. Dessa forma, para que possa ser utilizado como uma restauração monolítica, esse material precisa sofrer modificações microestruturais que o deixem mais translúcido e com maior variação de cor para poder propiciar um resultado mais apropriado em termos de mimetização dos tecidos dentais (11, 12). Uma forma de produzir Y-TZPs mais translúcidas é por meio da modificação da sua microestrutura (tamanho e distribuição de grãos e poros) e composição química. Para que o material apresente maior translucidez, é preciso utilizar pós cerâmicos que apresentem reduzido tamanho de partícula e uniformidade na distribuição dos grãos após a sinterização. A presença da alumina na estrutura do material diminui a translucidez, pois a alumina possui um índice de refração diferente do índice da zircônia, o que gera maior espalhamento da luz e, portanto, uma redução da translucidez (13).

Estudos clínicos mostram que, além do problema da LTD, existe outra desvantagem relacionada ao uso das restaurações de Y-TZP em comparação com as restaurações metalocerâmicas, que é o problema da alta incidência de lascamento da porcelana de recobrimento. Uma forma de se contornar o este problema apresentado pelas cerâmicas de recobrimento em próteses de Y-TZP é utilizar restaurações no formato monolítico, a qual dispensa a aplicação de uma camada de porcelana sobre a peça protética (14).

Para conseguir que o material apresente outras colorações diferentes da branca,pode-se adicionar pigmentos inorgânicos à Y-TZP (11, 15). Normalmente estes pigmentos que interferem na cor do produto final são elementos químicos (por

exemplo, metais de transição como Fe, Co, Ni, Cr, etc., e terras raras: Ce, Er, Nd, entre outros) adicionados em pequenas quantidades, de forma isolada ou associada. Entretanto a adição destes pigmentos à Y-TZP pode afetar, além de suas características ópticas, o seu comportamento mecânico, já que o aditivo pode, durante a sinterização, reagir de diferentes formas com a zircônia (formar uma segunda fase cristalina por exemplo), interferindo na microestrutura final (por exemplo, provocando o crescimento exagerado de grãos) e comprometendo as propriedades mecânicas e a estabilização da fase tetragonal (16).

O ajuste da cor e da translucidez das cerâmicas Y-TZP é um desafio tecnológico. Para se produzir uma restauração que tenha o mesmo aspecto do dente natural, a luz deverá ser transmitida e refletida no material de modo a mimetizar os mesmos fenômenos ópticos observados na dentição natural (17). As propriedades ópticas podem ser influenciadas pela microestrutura e composição do material, como o tamanho dos grãos, nível de porosidade, fases cristalinas presentes e ocorrência de transformação de fase. Quando a cor de uma restauração é combinada com a translucidez apropriada, a restauração consegue mimetizar a estrutura dos dentes adjacentes (13, 18-20).

Duas técnicas de fabricação são comumente utilizadas para a produção de restaurações de Y-TZP pigmentadas. Na primeira técnica de coloração, o pigmento (na forma de óxido, hidróxido ou de um sal) é adicionado ao pó da zircônia, que é posteriormente conformado e sinterizado. A segunda técnica para pigmentar a Y-TZP envolve impregnação da mesma, em seu estado a verde ou pré-sinterizada (com estrutura de poros abertos), por uma solução contendo os íons de interesse. Essa solução é adicionada à peça de Y-TZP em seu estado a verde, penetrando na mesma por meio de difusão por entre os seus poros (11, 21). A efetiva pigmentação de uma peça Y-TZP irá depender do tipo de pigmento utilizado e da sua estabilidade em altas temperaturas, uma vez que a peça precisa ser levada a um forno para ser sinterizada a aproximadamente 1.500°C (11, 16, 22).

Um aspecto importante relacionado à produção de blocos de Y-TZP usináveis em sistemas CAD-CAM (“Computer aided-design/Computer aided manufacturing”) é a etapa de compactação do pó. A compactação do pó consiste na prensagem do pó em um molde, o que origina um corpo no formato desejado e com resistência mecânica suficiente para a sua manipulação. A compactação é necessária para aproximar ao máximo as partículas do pó, criando os contatos necessários para

ocorrer a difusão da matéria durante a sinterização, o que irá propiciar uma alta densidade final. Entre os diversos tipos de prensagem para conformação de blocos, existem as prensagens uniaxial (unidirecional) e isostática (23, 24). A prensagem uniaxial consiste na aplicação da carga em um único eixo sobre uma matriz contendo o pó cerâmico. As vantagens dessa técnica incluem o melhor controle dimensional da estrutura prensada devido ao fato das paredes da matriz serem fixas. Já na prensagem isostática, o bloco é inserido em uma câmara contendo um fluido que transmite a pressão de forma uniforme em todos os eixos ao redor da estrutura que está sendo prensada (25-27).

Os resultados de densidade aparente, retração, dureza e resistência à flexão de blocos de Y-TZP pré-sinterizados indicam que as propriedades dos blocos produzidos são sensíveis às condições de compactação aplicadas, à temperatura de pré-sinterização e às características do pó (28). A pressão de compactação é um fator primordial para a qualidade final do bloco que está sendo produzido, pois quando a mesma é insuficiente, o corpo não atinge uma alta densidade final. Por outro lado, uma pressão excessiva pode introduzir defeitos na microestrutura do material e também induzir uma não uniformidade da densidade ao longo do bloco. Existem evidências na literatura mostrando que defeitos originados durante a prensagem são frequentemente a origem da fratura de estruturas de Y-TZP para uso dentário (31-36). Defeitos de processamento típicos são relacionados às regiões porosas e aos defeitos gerados durante a compactação do pó ou durante a sinterização (37). Outros defeitos dos blocos também são identificados como origem das fraturas em peças de Y-TZP como os aglomerados, microtrincas, ranhuras e defeitos produzidos durante usinagem no CAD-CAM (35).

A temperatura de sinterização também é importante para que se obtenham peças de Y-TZP com propriedades otimizadas. Essa temperatura determina as características microestruturais do material, como o nível de porosidade, forma e tamanho dos grãos. O tamanho dos grãos é um fator importante a ser considerado, pois afeta diretamente, além das propriedades mecânicas, a forma como a transformação martensítica (T-M) ocorrerá no material (25, 29).

O presente estudo teve como objetivo geral compreender os efeitos das soluções de tingimento nas propriedades ópticas e mecânicas de cerâmicas policristalinas à base de zircônia.

REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ZIRCÔNIA TETRAGONAL ESTABILIZADA POR ÍTRIA (Y-TZP)

Nos últimos anos, os materiais restauradores cerâmicos têm atraído um interesse considerável na odontologia, as restaurações apresentam excelentes propriedades mecânicas, boa biocompatibilidade, e, potencialmente, estética superior e excelente capacidade de carga (30).

A Y-TZP é considerada um tipo de cerâmica única, pois apresenta propriedades mecânicas muito superiores em comparação com outros tipos de cerâmicas dentárias. Tal fato permite que esse material possa ser indicado para a confecção de próteses parciais fixas posteriores relativamente extensas e “abutments” sobre implantes (4).

Os altos valores de tenacidade à fratura e a elevada resistência à flexão apresentados pela Y-TZP estão associados ao seu mecanismo de tenacificação por transformação de fase. A zircônia pode assumir três fases cristalográficas, dependentes da temperatura: fases monoclínica, tetragonal e cúbica (30). Para garantir a estabilidade da fase tetragonal da zircônia em temperatura ambiente, dopantes são adicionados ao material, sendo o mais utilizado o óxido de ítrio a 3% em mol (11, 14) A quantidade de estabilizador é controlada para determinar a estabilidade da fase, transformação e as propriedades mecânicas (30).

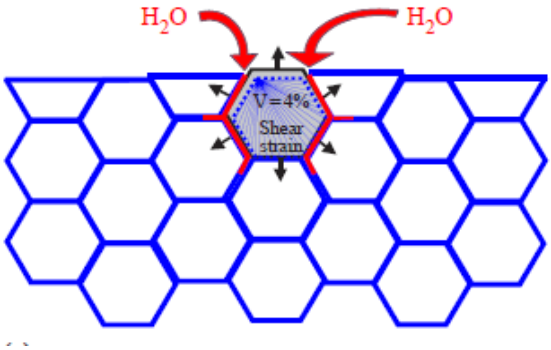
As Y-TZP também podem conter uma matriz de alumina em sua composição, que devido a sua incompatibilidade de expansão térmica com cristais de zircônia pode propiciar a estabilidade da zircônia, o que resulta na melhora da resistência do material (31).

O mecanismo de transformação de fase na Y-TZP é deflagrado quando tensões de tração se acumulam em um defeito microestrutural do material. Esse acúmulo de tensão estimula a transformação de cristais tetragonais em monoclínicos (6). A estrutura cristalina monoclínica apresenta maior volume do que a tetragonal, o que gera uma expansão de 3 a 5% em volume (6, 7).

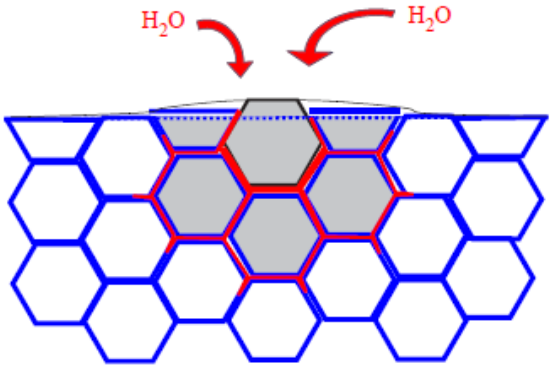
2.2 DEGRADAÇÃO A BAIXAS TEMPERATURAS

A transformação da estrutura tetragonal para a monoclínica também pode ser induzida na presença da água ou vapor de água, com influência da temperatura. Esse processo é comumente chamado de envelhecimento ou degradação a baixas temperaturas (low temperature degradation, LTD), e consiste em uma deficiência apresentada pela Y-TZP. Neste caso, o consequente aumento de volume dos cristais resulta no surgimento de microtrincas na superfície do material, o que aumenta a rugosidade superficial e reduz significativamente a sua resistência (5-7, 9).

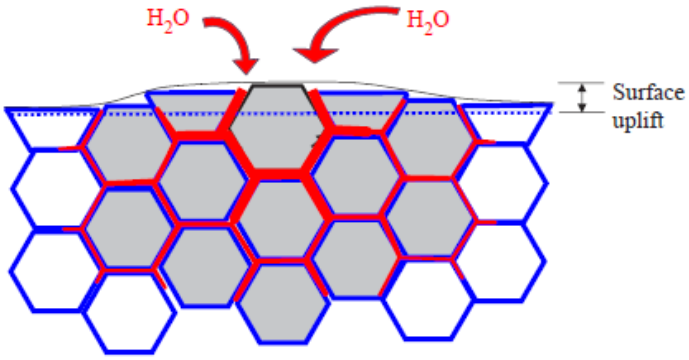
O processo de LTD se inicia com uma transformação na superfície de grãos tetragonais para os grãos monoclínicos e se propaga para os grãos adjacentes e mais profundos. As trincas geradas por esse processo permitem que a água penetre na estrutura da Y-TZP A figura 2.1 apresenta o esquema deste envelhecimento. Embora esse mecanismo ainda não seja totalmente conhecido, acredita-se que grupos hidroxila (OH) sejam os responsáveis por degradar as ligações atômicas dos grãos do material, deflagrando assim a transformação de fase (10). Nesta situação, o surgimento de uma grande quantidade de fase monoclínica na Y-TZP é prejudicial, pois gera muitas microtrincas, que afetam as propriedades mecânicas da Y-TZP e consequentemente diminuem o sucesso clínico em longo prazo de peças protéticas produzidas com esse material (3, 5, 9).



(a)



(b)



(c)

Figura 2.1- Esquema de envelhecimento hidrotérmico (a) Nucleação dos grãos de superfície, que predispõe ao microtrincamento e tenciona os grãos adjacentes; (b) Transformação dos grãos,ilustrados em cinza e o caminho da água representado em vermelho, a penetração da água é possível devido a formação do microtrincamento; (c) Crescimento da zona de transformação (32).

2.3 RESTAURAÇÕES MONOLÍTICAS

Profissionais e pacientes almejam o uso de restaurações que possuam durabilidade e que atendam aos requisitos estéticos da biomimetização da estrutura dental. As cerâmicas de Y-TZP possuem compatibilidade, alta resistência mecânica e excelente capacidade de carga o que permite que este material atenda a primeira característica proposta acima. Estudos prospectivos provaram a confiabilidade de

próteses fixas parciais de três e quatro elementos, com estruturas de Y-TZP. Dentre os problemas encontrados relacionados às restaurações foram: a fratura da porcelana de recobrimento, chamado de *chipping*;. é a complicação de maior incidência. Para contornar o lascamento da porcelana de recobrimento em restaurações de Y-TZP tem sido proposto o uso de restaurações de zircônia de formato anatômico (restaurações monolíticas), pois esse tipo de restauração dispensa o uso de porcelana sobre a peça protética. (14). Também foi observado que restaurações com a porcelana de recobrimento apresentaram uma diminuição significativa na resistência em comparação as restaurações monolíticas. Esse comportamento é esperado visto que a resistência da restauração é dependente do componente que apresenta maior fragilidade a qual, nesta situação é atribuída à porcelana (33).

Para a produção de restaurações monolíticas de Y-TZP é necessário que o material cerâmico apresente alta translucidez, o que atribui uma melhoria estética a essas restaurações. (34). A cerâmica Y-TZP é um material que apresenta alta opacidade com coloração esbranquiçada. Dessa forma, para que possa ser utilizado como uma restauração monolítica, esse material precisa sofrer modificações microestruturais que o deixem mais translúcido e com maior variação de cor a fim de propiciar um resultado mais apropriado em termos de mimetização dos tecidos dentais (12).

Uma forma de produzir Y-TZPs mais translúcidas é por meio da modificação da sua microestrutura (tamanho e distribuição de grãos e poros) e composição química. Para que o material apresente maior translucidez, é preciso utilizar pós-cerâmicos que apresentem reduzido tamanho de partícula e uniformidade na distribuição dos grãos após a sinterização. A presença de dopantes como a alumina na estrutura do material, embora eficaz para inibir o crescimento exagerado de grãos, é responsável pela diminuição da translucidez, pois ao possuir um índice de refração diferente da zircônia, promove o aumento do espalhamento da luz e, portanto uma redução da translucidez do material (13, 34).

2.4 PROPREIDADES ÓPTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

A cor é uma das principais propriedades a ser considerada a fim de atingir a estética da dentição natural. A maioria das zircônias disponíveis no mercado indicadas para uso em restaurações monolíticas apresenta coloração branca. A avaliação de cor é considerada como um processo psicofisiológico complexo sujeita a inúmeras variáveis. A dentina é considerada fonte primária para a coloração atribuída aos dentes, o que é modificado pela espessura apresentada pela dentina e a translucidez do esmalte sobrejacente. A cor percebida na dentição natural é um resultado da luz refletida na superfície do esmalte e ao efeito da dispersão da luz dentro de esmalte e dentina. Clinicamente, é importante que as restaurações cerâmicas reproduzam a translucidez e a cor dos dentes naturais (35).

Propriedades ópticas, tais como transmissão de luz e reflectância têm papéis importantes na estética de restaurações e a translucidez do material pode assegurar uma aparência natural para a restauração (17). A translucidez das restaurações cerâmicas é um fator importante que afeta a aparência final da restauração, pois a dentição natural possui alta translucidez (36). À medida que a dispersão e a reflectância da luz aumenta, o material apresentará maior opacidade, assim como a maior transmissão da luz resultará em um material mais translúcido. A translucidez de estruturas de cerâmica afeta a estética global destas restaurações, e tem sido mostrado que a translucidez de cerâmicas dentárias pode ser afetada por ciclos de queima, estruturas cristalinas, assim como a espessura da restauração (17).

A quantidade de luz absorvida pelo material é dependente da quantidade de cristais, natureza química e tamanho da partícula do material. Assim materiais que possuem maior conteúdo cristalino apresentam maior opacidade (35). Tem sido observado que o tamanho de partícula semelhante ao comprimento de onda da luz seria a razão mais importante ao evento de espalhamento, Enquanto que as partículas maiores reduzem o número total de partículas num dado volume e diminuem o efeito de dispersão. Partículas de zircônia apresentam um tamanho um pouco maior que o comprimento da luz visível, essas partículas podem dispersar a luz através da matriz o que poderá atribuir o efeito de opacidade ao material, o fato da partícula de zircônia apresentar-se opaca e esbranquiçada, aparência indesejável para as restaurações, por essa razão a coloração da zircônia é realizada na tentativa da correspondência de cor favorável a estética da restauração (17).

A aparência natural das restaurações é um aspecto desafiador para a Odontologia. A escolha da cor comparada com a dentição natural se torna difícil, pois

a dentição natural possui características ópticas complexas, o que torna também complexo o manuseio dos materiais restauradores e a obtenção da excelência estética. A seleção de cores para a correspondência da dentição natural conta com sistemas de seleção de cores, guias e dispositivos eletrônicos os quais auxiliam nessa tarefa estética (36). Os guias de cores disponíveis aos profissionais são organizados pelas diferentes matizes, ou seja, a cor dominante de um objetivo qual se refere ao comprimento de onda dominante. As matizes são representadas por letras maiúsculas: A, B, C e D onde A=marrom-avermelhado, B=amarelo-avermelhado, C=cinza, e D=cinza–avermelhado) seguidos pelo valor 1 a 4 mais claro ao mais escuro) (37).

O sistema de cores CIELab* utilizado para medição de cor foi desenvolvido pela Commision Internationale de l'Eclairage (CIE) em meados de 1976 e 1978 quando, pela primeira vez, foi possível expressar a cor através de números e calcular as diferenças entre elas de modo que correspondesse a percepção visual. A cor então passou a ser expressa por três coordenadas: valor L* ou grau de luminosidade do objeto, também conhecido como escala de cinza, sendo os valores mais altos referentes às cores mais claras e os mais baixos mais escuras tendo como extremos o branco e o preto. E finalmente os parâmetros a* e b*, os quais indicam as cores + a* vermelho, -a* verde , +b* amarelo e –b* azul (36, 38). Os componentes de um espaço de cor podem ser visualizados na figura 2.2.

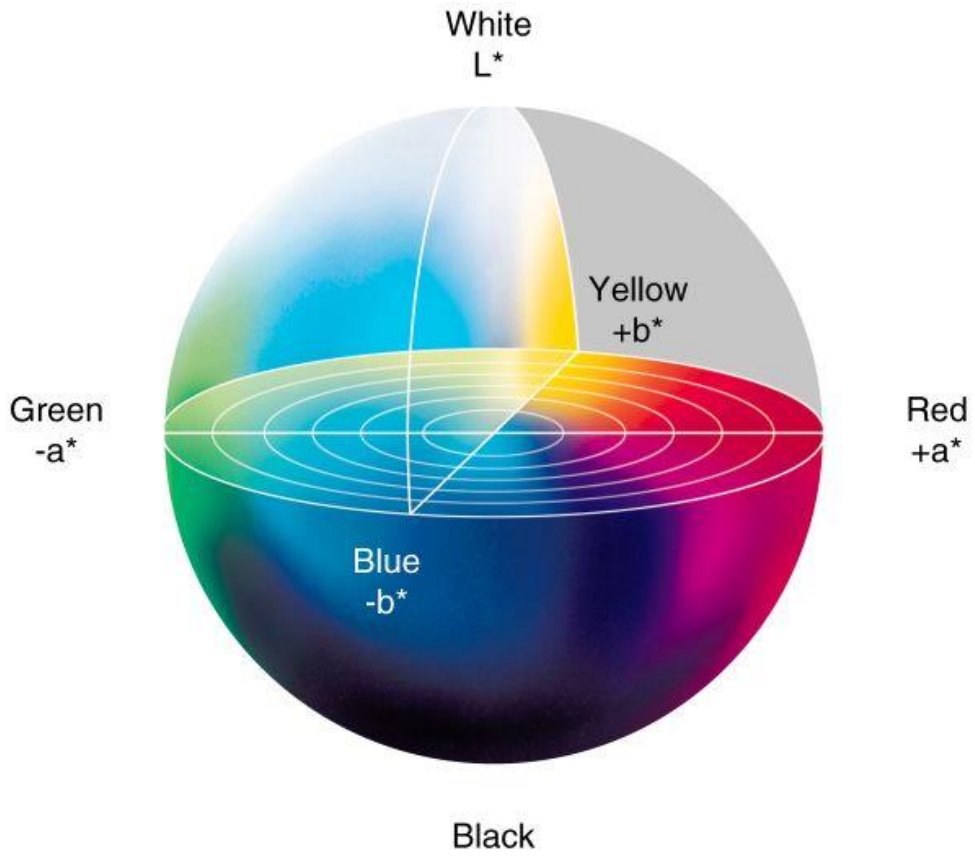


Figura 2.2 - Arranjo de cores CIE L*, a* e b* Fonte Konica Minolta 2004

Para o cálculo da translucidez de um material podemos utilizar um método padronizado através do parâmetro de translucidez (PT), que pode ser estabelecido como a diferença de cor apresentada pelo material sob fundo preto (Yb) e branco (Yw). Com a utilização das coordenadas de cor L*, a* e b* é possível calcular a diferença de cor, através seguinte da fórmula (39):

$$\Delta E = \left[\left(L_p^* - L_b^*\right)^2 + \left(a_p^* - a_b^*\right)^2 + \left(b_p^* - b_b^*\right)^2\right]^{1/2}$$

As diferenças encontradas para os valores de ΔE, podem ser derivadas das diferentes composições e microestruturas apresentadas pelos materiais. Fatores como o tamanho da partícula, natureza, forma, fase cristalina secundária e

porosidade influenciam diretamente o valor do parâmetro de translucidez (PT). Portanto quanto maior for à quantidade de luz que passa através do material maior será a sua translucidez.

2.5 PIGMENTOS UTILIZADOS NOS MATERIAIS CERÂMICOS

Em sistemas cerâmicos convencionais e nas cerâmicas odontológicas a pigmentação ocorre a partir da combinação de um pigmento ou vários pigmentos. Os pigmentos utilizados nos sistemas geralmente consistem em cristais refratários que possuem centro de cor, que são produzidos por íons cromóforos geralmente metais de transição (como Co, Cr, Fe, Mn, Ni, e V). A cor é fornecida por esses pigmentos, porém é regulada pela estrutura cristalina do material, à medida que esses metais são incorporados na estrutura do material.

A distribuição dos pigmentos nos sistemas cerâmicos pode ser observada no limite do contorno dos grãos, o que pode vir a influenciar na transformação estrutural frente a tensão e, assim, interferindo na não transformação do crack. Em zircônias coloridas foram evidenciadas a não transformação frente à um defeito microestrutural (40).

As cerâmicas podem ser coloridas essencialmente de duas formas: através da adição dos pigmentos metálicos no processo de granulação dos pós cerâmicos e, neste processo, obtém-se grânulos homogêneos e de tamanhos reduzidos com distribuição homogênea dos pigmentos Outra forma é o método de imersão no qual a concentração do pigmento se dá na superfície do material e o pigmento interage na porosidade do mesmo, no seu estado á verde (41).

O pigmento pode ser depositado ao redor dos limites do grão da zircônia, o que pode consequentemente influenciar a não transformação de fase na região de deposição visto que o pigmento impede a propagação da transformação (42).

2.6 ANÁLISE DE CITOTOXICIDADE

O órgão internacional de padronização internacional (International Standard Organization-ISO), recomenda que o teste de citotoxicidade *in vitro* seja realizado para avaliar qualquer material ou dispositivo biomédico através de vários métodos padronizados a fim de avaliar a toxidade dos materiais. Culturas celulares são colocadas diretamente ou indiretamente em contato com os materiais a serem avaliados e, posteriormente, a alteração celular é verificada como, por exemplo, com a interação de corantes vitais. O método de avaliação comumente utilizado é viabilidade celular com o auxílio de corantes vitais no qual a distinção se verifica pela intensidade da cor da cultura celular entre células vivas, danificadas e morta (43).

Para os materiais cerâmicos odontológicos, especificamente as Y-TZP, é atribuída excelente biocompatibilidade, sendo raro a identificação de subprodutos oriundos da decomposição das mesmas que apresentem toxicidade. Estes resultados parecem indicar que, a partir do ponto de vista biológico, as cerâmicas de Y-TZP são ótimas alternativas como material restaurador (44).

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo geral compreender os efeitos das soluções de tingimento nas propriedades ópticas e mecânicas de cerâmicas policristalinas à base de zircônia.

Os objetivos específicos foram:

1) Avaliar o efeito de sete diferentes soluções de tingimento e de três diferentes pós de partida (TZ-3YSB-E, Zpex, 3Y20AB) sobre o parâmetro de translucidez e as coordenadas colorimétricas de cerâmicas policristalinas à base de zircônia. A hipótese testada foi a de que não há efeito da solução de tingimento ou do pó de partida nas propriedades ópticas das cerâmicas policristalinas.

2) Avaliar o efeito de sete diferentes soluções de tingimento, de três diferentes pós de partida e do envelhecimento por meio de degradação hidrotérmica sobre a resistência à flexão de cerâmicas policristalinas à base de zircônia. A hipótese testada foi a de que não há efeito da solução de tingimento, do pó de partida e do envelhecimento nas propriedades mecânicas das cerâmicas policristalinas.

3) Avaliar o efeito de sete diferentes soluções de tingimento e de três diferentes pós de partida (TZ-3YSB-E, Zpex, TZ-3Y20AB) sobre a citotoxicidade de cerâmicas policristalinas à base de zircônia. A hipótese testada foi a de que não há efeito da solução de tingimento ou do pó de partida na citotoxicidade (viabilidade celular) das cerâmicas policristalinas.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Para a confecção dos espécimes, foram utilizados três tipos de pós granulados comerciais de zircônia produzidos pela Tosoh Corporation Inc. As composições e características fornecidas pelo fabricante dos tipos de pós são apresentadas na tabela 4.1

Tabela 4.1 - Características e composições dos materiais utilizados no estudo, informações fornecidas pelo fabricante.

Tipo de pó	**Y_2O_3**	**Al_2O_3**	**Na_2O**	**SiO_2**	**FeO_2O_3**	**Tamanho da partícula (µm)**	**Área de superfície específica (m^2/g)**	**Densidade (g/cm^3)**
	% em massa							
Zpex	5.35	≤ 0.1~ 0.4	≤0.04	≤0.02	≤ 0.01	0.04	13 ± 3	6,08
TZ-3YSB-E	5.20	≤ 0.1~ 0.4	≤0.06	≤0.02	≤ 0.01	0.09	7 ± 2	6,05
TZ-3Y20AB	5.05	20	≤0.04	≤0.02	≤ 0.01	0.04	15 ± 3	5,50

Para a pigmentação monocromática dos espécimes, foram utilizadas sete diferentes soluções de tingimento comerciais da marca Lava Frame Shade (3M ESPE), figura 4.1. Essas soluções foram misturadas em porcentagem em peso seguindo-se a orientação do fabricante, para a obtenção da distribuição de cores correspondentes à escala VITA Classical (Vita Zahnfabrik), figura 4.3 e tabela 4.2.

Figura 4.1 - Frascos dos pigmentos Lava Frame Shade

Tabela 4.2 - Porcentagem em massa dos pigmentos para as soluções, e as respectivas cores.

Cores	**Pigmentos (%)**							
	FS1	**FS2**	**FS3**	**FS4**	**FS5**	**FS6**	**FS7**	**H_20**
W1	10	----	----	----	----	----	----	90
W2	30	----	----	----	----	----	----	70
W3	50	----	----	----	----	----	----	50
A1	70	30	----	----	----	----	----	----
A2	----	50	50	----	----	----	----	----
A3	----	----	100	----	----	----	----	----
A3,5	----	----	----	30	----	70	----	----
A4	----	----	----	60	----	40	----	----
B1	100	----	----	----	----	----	----	----
B2	70	----	----	----	----	----	30	----
B3	----	----	60	----	----	----	40	----
B4	----	----	----	----	50	---	50	----
C1	70	----	----	----	----	30	----	----
C2	30	----	----	----	----	70	----	----
C3	----	----	----	----	----	100	----	----
C4	----	----	----	----	----	50	50	----
D2	----	----	----	----	----	----	100	----
D3	----	----	50	----	----	50	----	----
D4	----	----	30	----	----	70	----	----

Figura 4.3 – Escala Vita Classical (Vita Zahnfabrik)

4.2 METÓDOS

4.2.1 Análise química das soluções de tingimento

As soluções foram analisadas por meio da técnica analítica de espectroscopia de fluorescência por raio X (FRX), a qual consiste no uso de um espectrômetro de fluorescência de raios X por Energia Dispersiva Modelo EDX-720 (Shimadzu Scientific Instruments). As sete soluções de tingimento foram testadas, sendo que os elementos comumente utilizados como pigmentos para materiais cerâmicos (ferro (Fe), érbio (Er) e cobalto (Co)) foram quantificados. A análise quantitativa foi obtida através da irradiação por feixe de raios X na qual os átomos presentes na solução geraram raios X característicos (raios X “fluorescentes”) que possuem comprimento de onda e energia específica característicos (comprimento de onda especifico) para cada elemento.

4.2.2 Caracterização dos pós cerâmicos

Os pós foram caracterizados quanto a sua morfologia, tamanho e estabilidade térmica. Foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG), estudo de compactação, análise térmica e estudo de sinterização.

4.2.2.1 Microscopia eletrônica de varredura

Os pós comerciais foram analisados por microscopia eletrônica, sendo que para a caracterização da morfologia e tamanho das partículas utilizou-se um MEV-FEG (Quanta-600 FEG-FEI Company); já para a caracterização do tamanho e morfologia dos aglomerados destes materiais (secos em spray-dryer) utilizou-se um microscópio eletrônico de bancada (TM-3000 Hitachi Tabletop Microscope).

4.2.2.2 Estudo de Compactação

Para avaliação da compactabilidade dos grânulos dos pós cerâmicos, os mesmos foram compactados inicialmente com prensa uniaxial na forma de cilindros com pressão de 50 MPa, sendo posteriormente compactados em prensa isostática a frio (National Farge) sob diferentes pressões (69, 138, 207 e 310 MPa), medindo-se a densidade a verde obtida para cada material com relação à pressão aplicada

4.2.2.3 Análise térmica

Para avaliar a estabilidade térmica do material, foi realizada uma análise termogravimétrica (TGA), (equipamento Netzsch STA 409-E), que possibilita o registro da variação de massa em função da temperatura ou do tempo; no caso

específico dos pós cerâmicos analisados é possível observar a quantidade de material orgânico presente (na forma de ligantes, plastificantes) e em quais temperaturas estes orgânicos são eliminados. Uma análise térmica diferencial (DTA) também foi realizada, podendo-se determinar em quais temperaturas ocorreram reações que liberam ou absorvem calor (reações exotérmicas ou endotérmicas, respectivamente)

4.2.2.4 Estudo de sinterização

A preparação dos espécimes consistiu na compactação isostática a 207 MPa, de espécimes na forma de cilindros de diâmetro 7 mm e altura em torno de 10 mm; o ensaio foi realizado em dilatômetro (DIL 402 E/7 Netzsch) que registra a variação dimensional linear do corpo conforme é submetido ao tratamento térmico, ou seja, para o estudo em questão, registra o comportamento dos espécimes durante a sinterização. Nestes ensaios, os espécimes foram aquecidos até 1600ºC, com uma taxa de aquecimento e resfriamento de 5°C/minuto.

4.2.3 Confecção dos espécimes cerâmicos

Os pós cerâmicos foram compactados por prensagem uniaxial e posteriormente prensagem isostática. Para a compactação uniaxial foi utilizada uma matriz de carbeto de tungstênio com 15 mm de diâmetro (figura 4.2) em equipamento de prensagem uniaxial composto por uma prensa manual, uma célula de carga e um leitor digital. A quantidade do pó depositada foi calculada utilizando-se a densidade dos pós fornecidos pelo fabricante (tabela 4.1). Para a obtenção de pastilhas de 2,0 mm de espessura, os pós foram pesados em balança analítica de precisão ao nível de 0,01 g (Mettler, H3311). Uma pressão de 112 MPa foi utilizada para a prensagem uniaxial e o tempo de manutenção nesta pressão foi de 30 segundos. Após a prensagem uniaxial, as pastilhas foram compactadas em prensa isostática a frio

(National Farge) a uma pressão de 200 MPa. Para realizar essa prensagem, as pastilhas foram colocadas em embalagem hermeticamente fechada, as quais foram posteriormente imersas em um vaso de pressão com fluido pressurizado em temperatura ambiente.

(a)

(b)

Figura 4.2 - (a) matriz de carbeto de tungstênio e espécime após prensagem uniaxial;(b) pastilha obtida após prensagem.

Tabela 4.3 - Quantidade de pó utilizado para a prensagem de cada espécime para os diferentes tipos de materiais

Quantidade de pó (g)	
TZ-3YSB-E	1,095
ZPEX	1,160
TZ-20AB	1,069

Após prensagem uniaxial e isostática, as pastilhas foram pré-sinterizadas com parâmetros apresentados na tabela 4.4, no forno N1100 (Jung).

Tabela 4.4 – Ciclo de pré-sinterização, válido para todos os materiais utilizados no estudo.

Temperatura (°C)	900
Tempo de queima (horas)	2
Taxa de aquecimento (°C/min.)	5

4.2.4 Pigmentação dos espécimes cerâmicos

Os espécimes, ainda em estado pré-sinterizado, foram imersos em solução de tingimento. As pastilhas cerâmicas foram imersas de modo a ficarem totalmente cobertas pelo líquido de tingimento por um tempo de 2 minutos.

As soluções foram preparadas de acordo com a orientação do fabricante, para a obtenção das 19 cores utilizadas para avaliação das propriedades ópticas. Todas as cores recomendadas pelo fabricante foram testadas (tabela 4.2 e figuras 4.3, 4.4 e 4.5).

Para avaliar a resistência à flexão e a análise citotoxicológica, foram avaliadas 8 cores e o grupo controle (figura 4.6). O critério adotado para a escolha dessas cores foi a presença dos seguintes elementos nas soluções: Fe, Er e Co. Portanto, foram selecionadas as cores em que as misturas possuíam na sua composição os elementos citados acima (tabela 4.4).

Tabela 4.5 - Relação de misturas dos líquidos de tingimento em % em volume para obtenção da cor, porcentagens recomendadas pelo fabricante, cores selecionadas para resistência à flexão e análise citotoxicológica.

Cor	**Porcentagem da mistura das soluções**	
A2	50% FS2	50% FS3
B2	70 % FS1	30 % FS7
C2	30 % FS1	70 % FS6
D2	100 % FS7	----
A3	100 % FS3	----
B3	60 % FS3	40 % FS7
C3	100 % FS6	----
D3	50 % FS3	50 %FS6

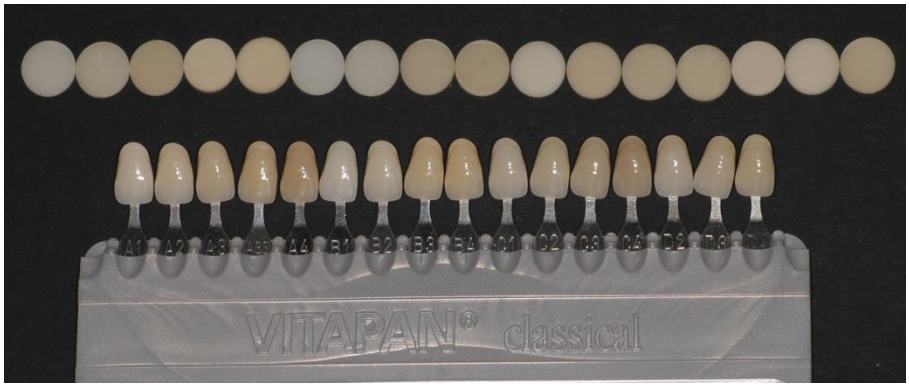
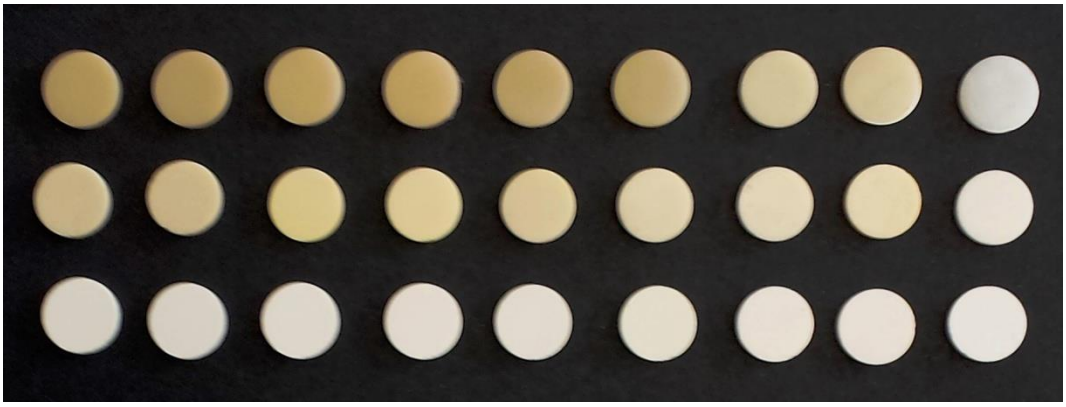


Figura 4.3 – Espécimes após imersão em solução de solução de tingimento - Zpex ,cores utilizadas para a avaliação das propriedades ópticas

Figura 4.4 – Espécimes após imersão em solução de solução de tingimento –TZ-3Y20AB ,cores utilizadas para a avaliação das propriedades ópticas

Figura 4.5 – Espécimes após imersão em solução de solução de tingimento –TZ-3YB-E ,cores utilizadas para a avaliação das propriedades ópticas



(A)

(B)

(C)

Figura 4.6 – Espécimes após imersão em solução de solução de tingimento (A) Zpex (B) TZ-3YB-E e (C) TZ-3Y20AB,cores utilizadas para a avaliação das resistência à flexão e análise citotoxicológica

4.2.5 Sinterização Final

Posteriormente a imersão nos pigmentos os espécimes foram sinterizados, o ciclo utilizado é apresentado pela tabela 4.6 realizada em forno Hot Spot 110 (Zircar).

Tabela 4.6 – Ciclo de sinterização, válido para todos os materiais utilizados no estudo.

Temperatura (°C)	1500
Tempo de queima (horas)	1
Taxa de aquecimento (°C/min.)	8

4.2.6 Determinação das propriedades ópticas

Para a avaliação do comportamento óptico dos materiais confeccionados, foi utilizado o espectrofotômetro CM 3700d (Konica Minolta) que opera na faixa de comprimento de onda de luz visível (400 a 700nm).

Foram testadas as 19 cores recomendadas pelo fabricante correspondentes à escala VITA Classical, além de espécimes sem pigmento totalizando (n=40) para cada um dos pós utilizados no estudo (Zpex,TZ-3YBE e TZ-20AB). Os espécimes tiveram sua superfícies polidas em politriz semi-automática (Buehler,Ecomet 3) com sequências de discos diamantados de 45, 15, 6 e 3 µm.

Foram obtidos valores de reflectância sobre um fundo branco (Yw) e sobre um fundo preto (Yb). A partir da obtenção desses dados, foi possível obter valores de parâmetro de translucidez (PT) do material.

O parâmetro de translucidez (PT) que determina a capacidade de mascaramento do material foi obtido por meio da medição do parâmetro de diferença de cor (ΔE), o qual, por sua vez, resultou da medição dos parâmetros L*, a* e b* do material sobre os fundos branco e preto sucessivamente.

O valor do ΔE foi determinado pela equação (1):

$$\Delta E = \left[\left(L_p^* - L_b^*\right)^2 + \left(a_p^* - a_b^*\right)^2 + \left(b_p^* - b_b^*\right)^2\right]^{1/2} \qquad \textbf{(1)}$$

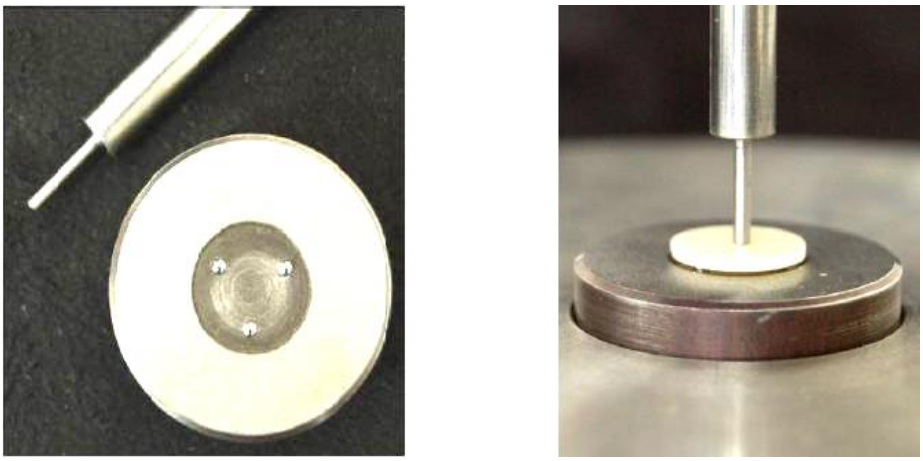
onde os subscritos p* (preto) e b* (branco) indicam cor do fundo sobre o qual o espécime foi colocado no momento da medição no espectrofotômetro. O comportamento óptico do material também avaliado a partir dos valores obtidos pela medição dos parâmetros L*; a* e b* do material sobre o fundo branco.

4.2.7 Ensaio mecânico

Para o ensaio de resistência à flexão biaxial, foram avaliados os espécimes produzidos nas oito cores descritas anteriormente (tabela 4.5), além do grupo controle sem adição de nenhum tipo de pigmento.

4.2.7.1 Resistência à flexão biaxial

Foram fraturadas pastilhas (n=5) para os nove diferentes grupos avaliados em ensaio de flexão de biaxial, utilizando-se um dispositivo do tipo pistão sobre 3 esferas (figura 4.7) em máquina de ensaio universal (EMIC- DL 20000).



(a) **(b)**

Figura 4.7 - Dispositivo de flexão biaxial (a) e espécime posicionado no dispositivo (b)

Os espécimes foram fraturados imersos em água destilada com sistema de aquecimento para a manutenção da temperatura a 37°C, com uma taxa de carregamento de 0,5 mm/min. A resistência à flexão foi calculada pela equação (2) da norma ASTM F 394 -78 (45)

$$\sigma_f = \frac{-0{,}2387\ F\ (X - Y)}{w^2} \qquad \textbf{(2)}$$

onde σ_f é a resistência à flexão biaxial, *F é* a carga no momento da fratura*, w* é a espessura do espécime e *X e Y*são determinados pelas seguintes equações 3 e 4

$$X = (l + v).\ \ln\left(\frac{B}{C}\right)^2 + \left(\frac{l - v}{2}\right).\left(\frac{B}{C}\right)^2 \qquad \textbf{(3)}$$

$$Y = (l + v)\left[1 + ln\left(\frac{A}{C}\right)^2\right] + (1 - v).\left(\frac{A}{C}\right)^2 \qquad \textbf{(4)}$$

onde v é o coeficiente de Poisson, A é o raio do círculo formado pelas esferas de apoio (4 mm), B é o raio da ponta do pistão (1,7 mm) e C é o raio do espécimes.

4.2.8 Degradação hidrotérmica

Toda a caracterização mecânica descrita acima foi realizada para os espécimes sinterizados produzidos a partir dos diferentes tipos de pós analisados nas 8 cores selecionadas apresentadas na tabela 4.5 (n=45 para cada diferente tipo de pó) após ensaio de degradação (envelhecimento acelerado) em autoclave AHMC-10 (SERCON). O experimento teve duração de 5 horas a 134°C, sob pressão de 2 bar (46).

4.2.9 Análise de citotoxicidade

A análise de citotoxicidade foi realizada de acordo com a recomendação da norma ISO 10993-5 (Biological evaluation of medical devices -- Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity) por método indireto, testando a sobrevida de uma monocamada celular por meio de um corante vital. O teste colorimétrico CellTiter96® AQueous, foi utilizado para determinar o número de células viáveis.

Foi utilizada uma linhagem celular Balb/c e um reagente. A linhagem celular utilizada foi Balb/c adquirida na ATCC sob código CRL-163. O corante vital utilizado foi o MTS, um componente do kit CellTiter96® AQ_{ueous} Non – Radioactive Cell Proliferation Assay (Promega Corporation).

O corante vital (MTS), quando biorreduzido, resulta no formazan, sendo a conversão do MTS em formazan executada pela enzima desidrogenase, encontrada em células metabolicamente ativas. A quantidade do produto de formazan como medida da quantidade de absorbância a 490 nm é diretamente proporcional ao número de células viáveis em cultura.

Após imersão das pastilhas no estado após sinterização final , as 8 cores (tabela 4.5) e o grupo controle foram avaliados para os três diferentes pós utilizados no estudo. Os espécimes foram lavados com álcool isopropílico por 5 minutos no ultrassom, secos e esterilizados por calor úmido (121ºC por 20 minutos). A concentração do meio de cultura utilizado foi 6 cm^2/mL. A imersão no meio de cultura teve a duração de 72 horas a 37ºC.

O valor da viabilidade celular foi calculado pela equação (5):

$$VC(\%) = \left(\frac{ODsample}{ODcontrol}\right)x100 \qquad \textbf{(5)}$$

onde: VC = viabilidade celular, OD sample = densidade óptica do extrato, ODcontrol = densidade óptica do controle de células do teste.

4.2.10 Análise dos resultados

Para os resultados obtidos nas análises: óptica e citotoxicológica foi utilizada análise de variância de dois fatores e teste de Tukey com nível global de significância de 5%. Os resultados de flexão biaxial foram avaliados por análise de variância de três fatores e teste de Tukey com nível global de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Com a observação das fotomicrografias obtidas com MEV-FEG, foi possível analisar o tamanho das partículas dos três pós de partida utilizados no estudo. Foi constatado que o pó Zpex (figura 5.1) apresenta partículas menores do que as dos demais pós. Todos os pós apresentaram-se compostos por partículas com tamanhos relativamente uniformes (figuras 5.1, 5.2 e 5.3). Dentre eles, o pó TZ-3Y20AB foi o que apresentou maior estado de aglomeração (figura 5.2).

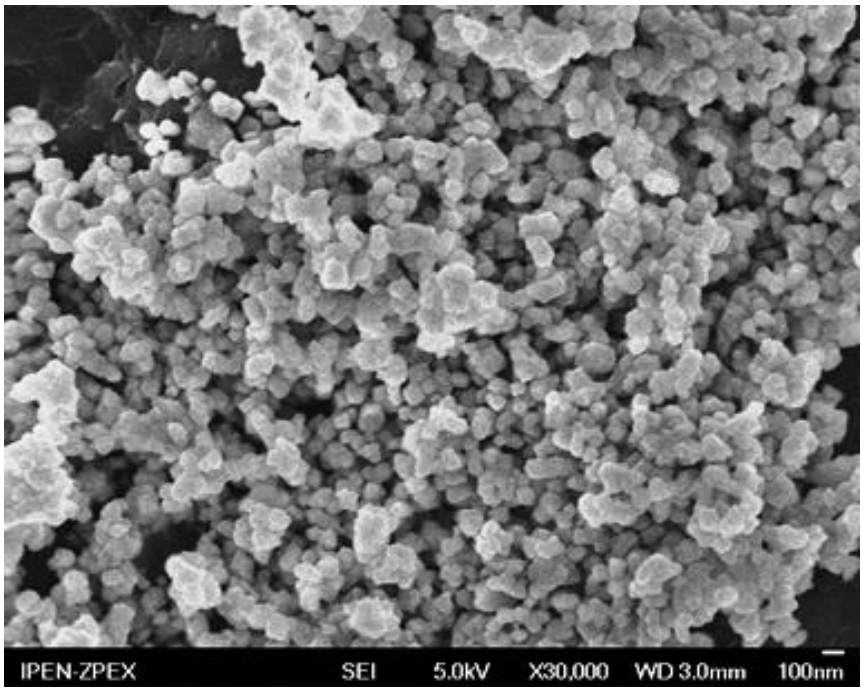


Figura 5.1 – Fotomicrografia por meio de MEV-FEG do pó Zpex.Imagem que evidencia o tamanho de partícula do material.

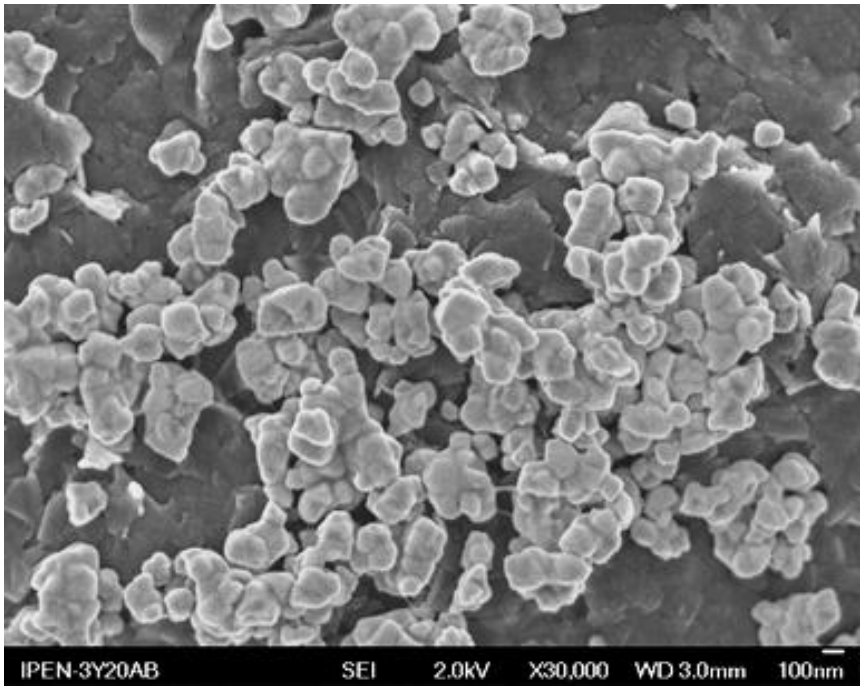


Figura 5.2 – Fotomicrografia por meio de MEV-FEG do pó TZ-3Y20AB .Imagem que evidencia o tamanho de partícula do material.

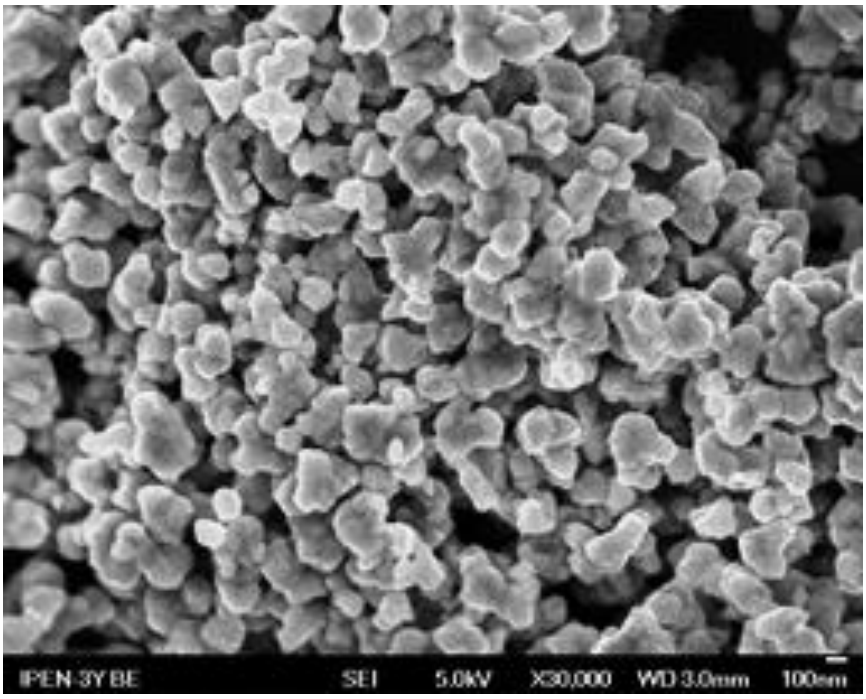
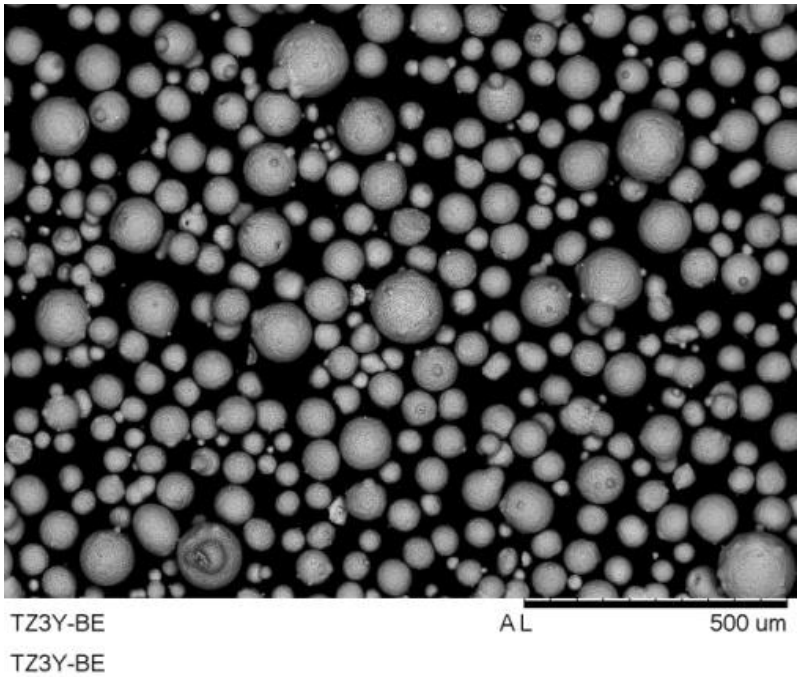
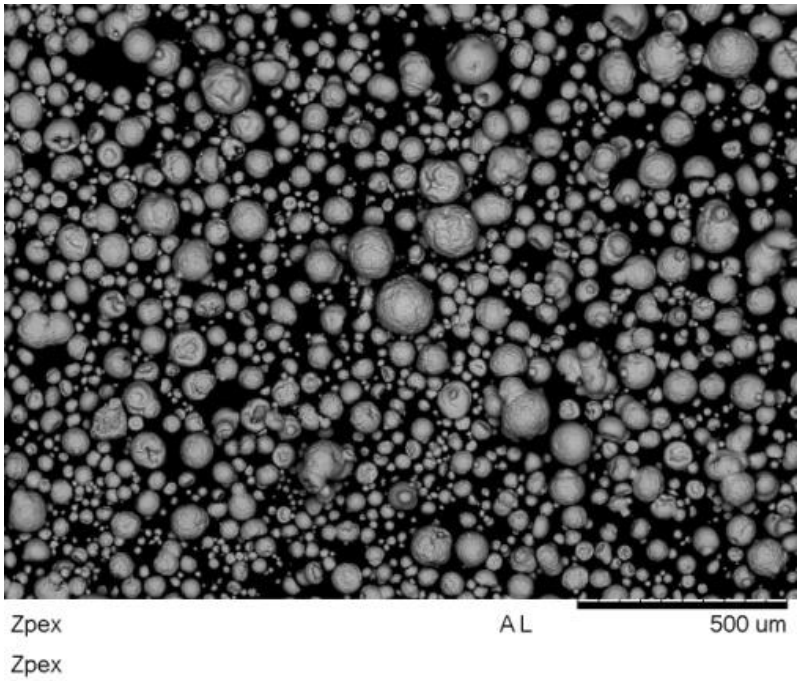


Figura 5.3 – Fotomicrografia por meio de MEV-FEG do pó TZ-3YBE .Imagem que evidencia o tamanho de partícula do material.

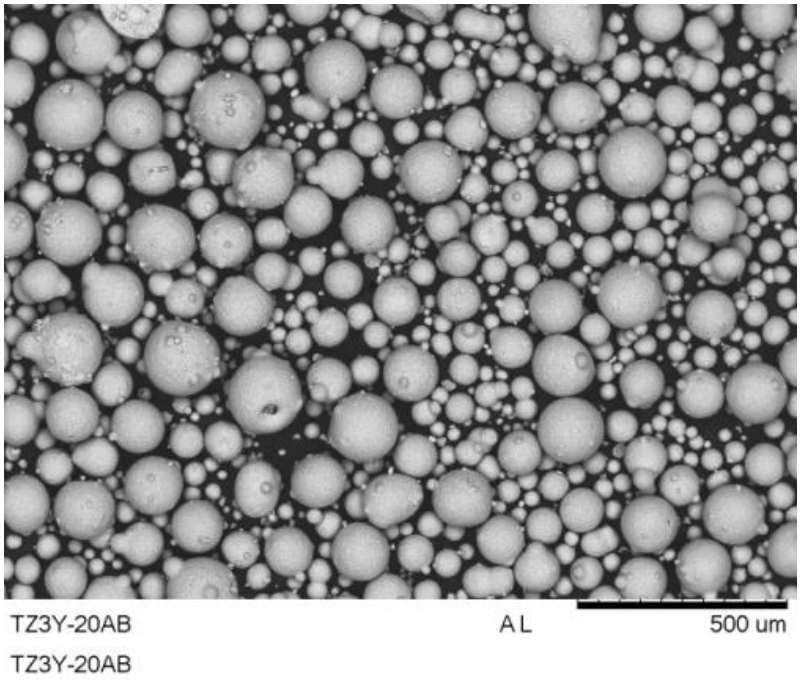
Na figura 5.4 estão apresentadas as micrografias dos grânulos dos pós utilizados. Nota-se uma significativa irregularidade dos grânulos do pó Zpex em relação aos dos outros pós. Com relação ao tamanho dos grânulos, pode-se afirmar que os grânulos de Zpex apresentam uma maior fração de finos.



TZ-3YBE (A)



Zpex (B)



TZ-3Y20AB (C)

Figura 5.4 - Micrografia dos grânulos dos pós de partida utilizados no estudo onde : (A) TZ-3YBE(B)Zpex e (C) TZ-3Y20AB avaliadas por Table Top.

5.2 ESTUDO DE COMPACTAÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da pressão de compactação na densidade a verde da peça obtida. Na figura 5.5 pode-se observar uma linearidade na relação entre a pressão aplicada e a densidade atingida. A partir da pressão de 138 MPa, a maior densidade a verde foi atingida pelo pó TZ-3Y20AB, seguida pelos pós Zpex e TZ-3YBE em ordem decrescente.

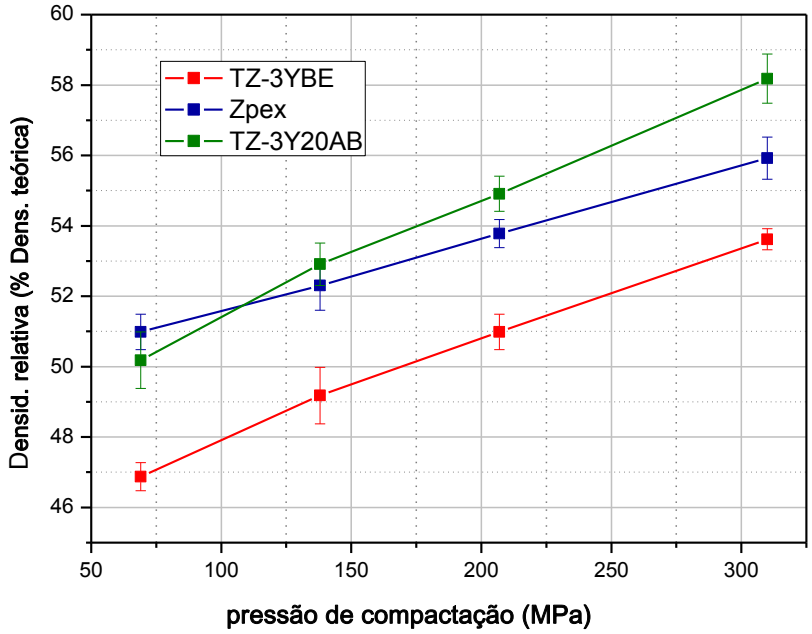


Figura 5.5 – Relação entre a pressão de compactação isostática aplicada e a densidade à verde atingida para as diferentes matérias-primas estudadas.

5.3 ESTUDOS DE SINTERIZAÇÃO

Na figura 5.6 são apresentadas as curvas de retração linear dos pós estudados em função da temperatura de sinterização. Pode ser observado que o pó TZ-3YBE é o mais reativo, ou seja, apresenta maior retração (e consequentemente maior densificação) em temperaturas menores em comparação com os outros pós.

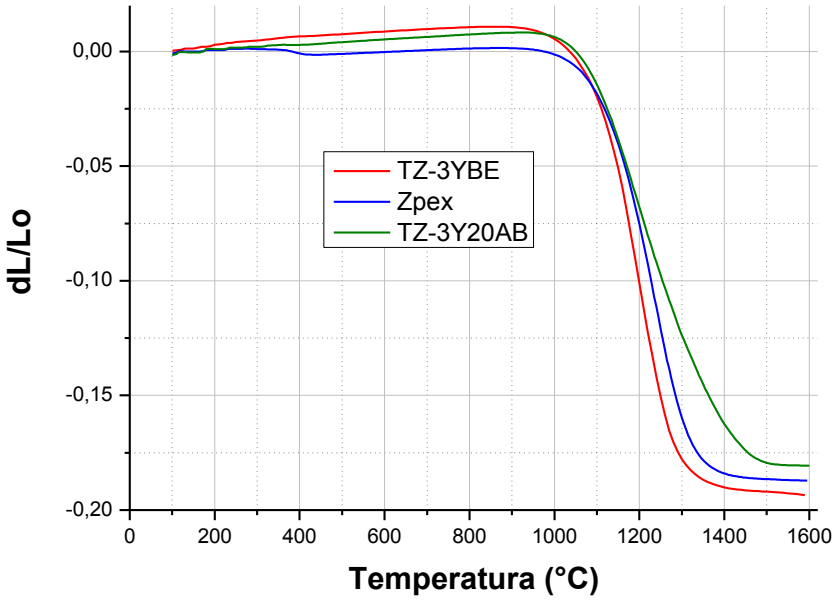


Figura 5.6- Curva de retração linear obtida durante a sinterização

5.4 ANÁLISE TÉRMICA

Na figura 5.7 são apresentadas as curvas obtidas por análise termo-gravimétrica dos pós. Nota-se que TZ-3YBE e TZ-3Y20AB apresentaram valores similares de perda de massa (3%), assim como perfis de curva semelhantes. Já para o Zpex, a perda de massa foi maior (4%) indicando que o material possui teor mais elevado de aditivo orgânico. Considerando-se também os resultados de análise termo-diferencial (figura 5.8), no qual se observam as temperaturas de degradação da fase orgânica (flechas pretas), pode-se afirmar que as composições TZ-3YBE e TZ-3Y20AB apresentam o mesmo composto orgânico como ligante, e no teor de 3%; já o pó Zpex apresenta um ligante diferente, e com o teor de 4%. Com isso, pode-se esperar que estes materiais apresentem comportamento distinto durante a compactação

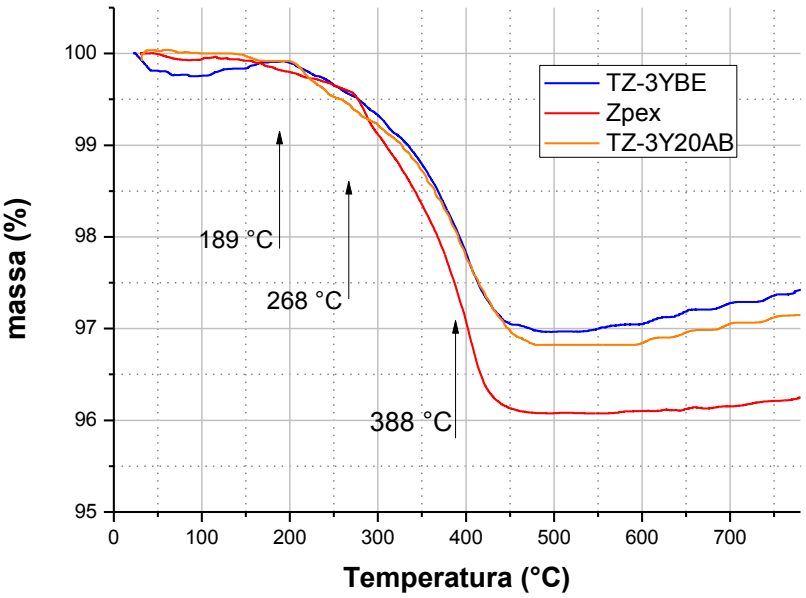


Figura 5.7 – Curva de análise termogravimétrica dos pós estudados.

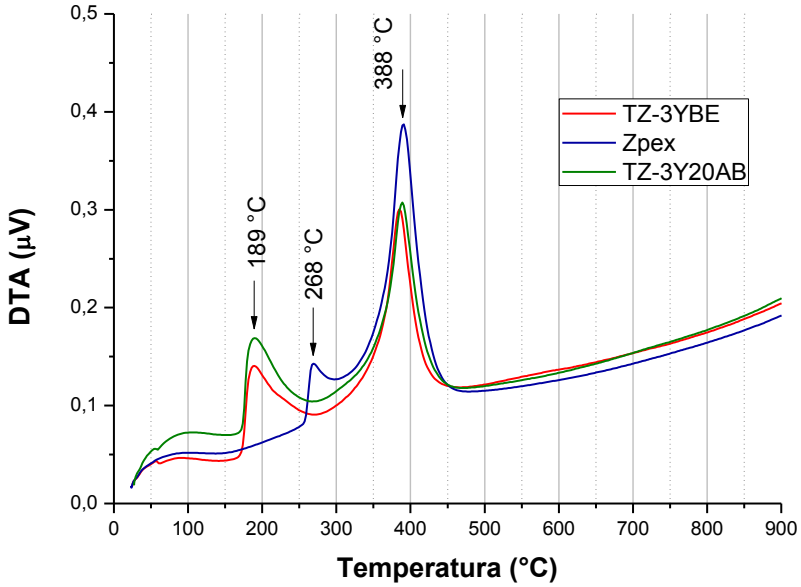


Figura 5.8 Curva de análise termo- diferencial

5.5 ANÁLISE QUÍMICA DAS SOLUÇÕES DE TINGIMENTO

Para a identificação dos elementos presentes nas soluções de pigmento, foi realizada espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX), na qual foi detectada a presença de Fe, Er e Co, elementos de interesse comumente utilizados na coloração de materiais cerâmicos, como visto na tabela 5.1.

O elemento Fe foi encontrado em todas as soluções analisadas, sendo que a sua porcentagem em massa variou de 9,7 a 55,4%. Para o elemento Er, a variação foi de 72,4 a 90,3% nas diferentes soluções. A solução FS6 apresentou em sua composição a maior quantidade de Fe (55,4%), e foi a única que apresentou Co (44,6%).

Tabela 5.1 - Porcentagem em massa obtida a partir da análise semi-quantitativa realizada por espectroscopia por fluorescência de Raios X das soluções de tingimento utilizadas para a pigmentação dos materiais.

Elemento Químico	**Solução comercial de tingimento**						
	FS1	**FS2**	**FS3**	**FS4**	**FS5**	**FS6**	**FS7**
Fe	9,7	14,2	9,9	13,2	27,6	55,4	15,7
Er	90,3	85,8	90,1	86,8	72,4	----	84,3
Co	----	----	----	----	----	44,6	----

5.6 PROPRIEDADES ÓPTICAS

5.6.1 PARÂMETRO DE TRANSLUCIDEZ (PT)

Para os resultados dos parâmetros de translucidez (PT) foi realizada uma análise de variância de dois fatores (tabela 5.2). Ambos os fatores e a interação entre eles foram estatisticamente significativos.

Tabela 5.2 - Tabela da análise estatística, análise de variância de dois fatores.

Fonte de variação	GL	QM	SQM	F	P
Material	2	2190,4	1095,21	140,85	0,000*
Cor	20	474,1	23,70	3,05	0,001*
Material x Cor	40	617,8	15,44	1,99	0,009*

Os valores médios de parâmetro de translucidez (PT) em função do material estão apresentados na tabela 5.3 e figura 5.2. Foram encontradas diferenças significativas entre as médias de PT dos três materiais testados. O menor valor de PT indica maior capacidade de mascaramento do material. Sendo assim, nota-se que o material TZ-3Y20AB teve maior capacidade de mascaramento e o Zpex apresentou a menor capacidade de mascaramento

Tabela 5.3 - Valores de PT obtidos e seus respectivos desvios padrão, após medição dos espécimes sobre o fundo branco e preto em função do material valor com a mesma letra indicam semelhança estatística ($p > 0,05$)

Material	Parâmetro de translucidez (PT)
Zpex	11,2 ± 5,4 [A]
TZ-3YB-E	4,0 ± 3,0 [B]
TZ-3Y20AB	1,4 ± 1,3 [C]

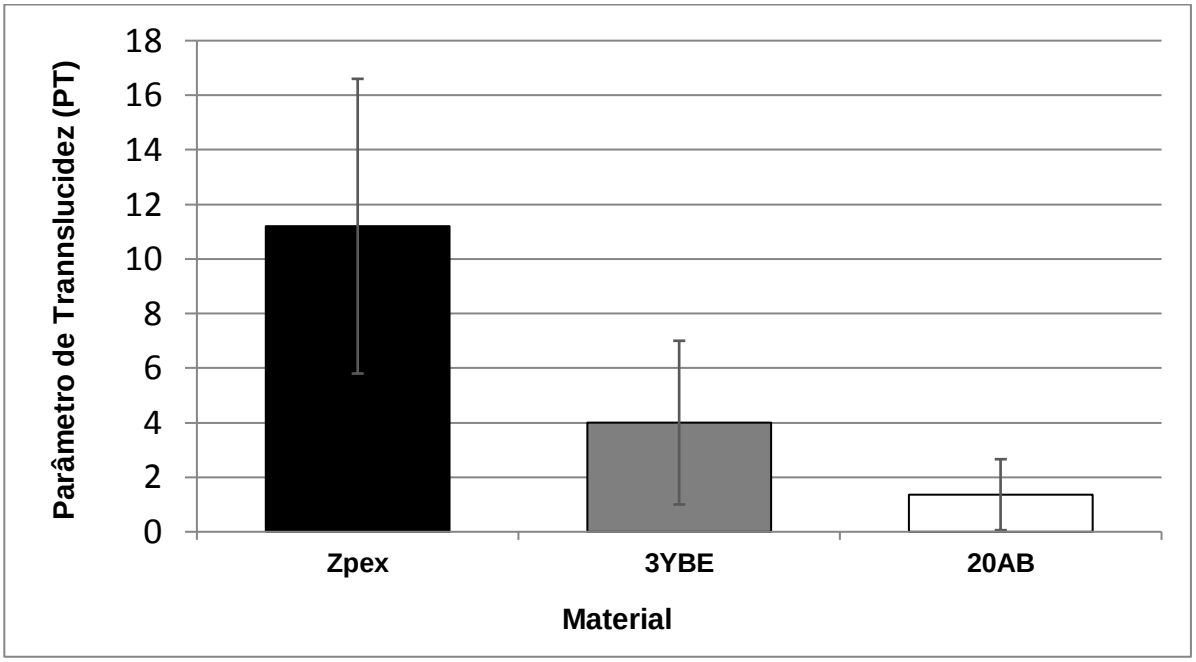


Figura 5.2 - Parâmetro de translucidez (PT), em função do material utilizado na confecção do espécime.

A tabela 5.4 e a figura 5.3 mostram os resultados de PT para o fator cor. Os valores de PT das cores B1 e B3 foram estatisticamente semelhantes e significativamente maiores do que os valores de PT das cores A3,5 e D3, as quais foram semelhantes entre si. As demais cores e o grupo controle apresentaram valores de PT semelhantes. A menor média de PT foi encontrada para a cor D3 (1,9 ± 0,7) e a maior média de PT foi obtida para a cor B1 (9,5 ± 7,0).

Tabela 5.4 - Médias de PT e seus respectivos desvios-padrão em função do fator cor. Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Cor	Parâmetro de translucidez (PT)
Controle	4,2 ± 5,4 ^{A,B,C,D}
W1	5,0 ± 5,3 ^{A,B,C,D}
W2	6,1 ± 6,4 ^{A,B,C,D}
W3	5,6 ± 6,3 ^{A,B,C,D}
A1	6,7 ± 6,5 ^{A,B,C,D}
A2	6,6 ± 6,7 ^{A,B,C,D}
A3	8,0 ± 5,6 $^{A, B,C}$
A3.5	2,0 ± 1,1 ^{C,D}
A4	4,6 ± 7,8 ^{A,B,C,D}
B1	9,5 ± 7,0 ^{A}
B2	5.8 ± 6,8 ^{A,B,C,D}
B3	8,7 ± 9,7 ^{A,B}
B4	6,2 ± 5,5 ^{A,B,C,D}
C1	7,5 ± 7,0 ^{A,B,C,D}
C2	4,9 ± 3,6 ^{A,B,C,D}
C3	4,8 ± 1,6 ^{A,B,C,D}
C4	4,6 ± 2,9 ^{A,B,C,D}
D2	4,7 ± 3,2 ^{A,B,C,D}
D3	1,9 ± 0,7 ^{D}
D4	3,3 ± 1,9 ^{B,C,D}

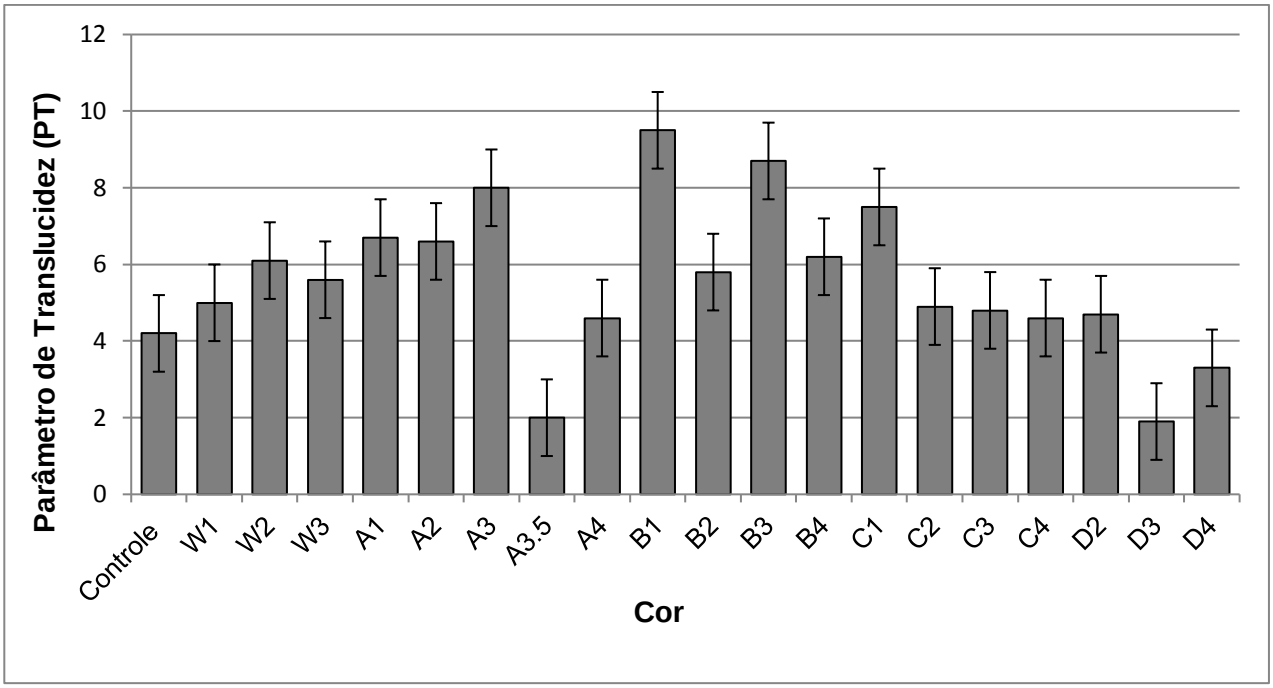


Figura 5.3 - Parâmetro de translucidez (PT), em função da cor dos espécimes após imersão nas soluções de tingimento.

A tabela 5.5 mostra o efeito da interação entre os fatores material e cor para dados de PT. Considerando-se uma mesma cor (mesma linha na tabela 5.5), nota-se que, para algumas delas (W2, A1, A2, B2, B3), houve diferenças estatísticas entre os valores de PT de pelo menos dois materiais. Para o material Zpex, os valores de PT variaram de 20,4 (cor B3) a 2,5 (cor A3,5). Para o material TZ-3YB-E, os valores de PT variaram de 9,5 (cor B1) a 1,3 (controle) e para o material TZ-3Y20AB, o valor de PT variou de 3,6 (B1) a 0,3 (A1).

Tabela 5.5 - Valores de PT e seus respectivos desvios- padrão, obtidos em função dos fatores cor e do tipo de pó. Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Cor	Material		
	Zpex	**TZ-3YB-E**	**TZ-3Y20AB**
Controle	10,9 ± 0,6 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	1,3 ± 0,5 ^{G,H}	0,5 ± 0,1 ^{H}
W1	11,6 ± 1,7 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	3,0 ± 1,0 ^{C,D,E,F,G,H}	0,4± 0,1^{H}
W2	14,3 ± 0,3 ^{A,B,C,D}	3,3 ± 0,6 ^{C,D,E,F,G,H}	0,7 ± 0,5 ^{G,H}
W3	13,7 ± 0,1 ^{A,B,C,D,E,F}	3,0 ± 0,1 ^{C,D,E,F,G,H}	0,4 ± 0,3 ^{H}
A1	14,6 ± 2,1 ^{A,B,C,D}	5,4 ± 1,1 ^{B,C,D,E,F,G,H}	0,3 ± 0,1 ^{H}
A2	14.9 ± 1,0 ^{A,B,C}	4,3 ± 2,0 ^{B,C,D,E,F,G,H}	0,6 ± 0,5 ^{G,H}
A3	14,7 ± 1,0 ^{A,B,C,D}	5,9 ± 4,0 ^{B,C,D,E,F,G,H}	3,5 ± 0,1^{B,C,D,E,F,G,H}
A3,5	2,5 ± 0.5 ^{D,E,F,G,H}	1,5 ± 1,1 ^{G,H}	2,0 ± 2, 0 ^{E,F,G,H}
A4	11,5 ± 12,7 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	2,0 ± 1,5 ^{E,F,G,H}	0,4 ± 0,3 ^{H}
B1	15,5 ± 6,7 ^{A,B}	9,5 ± 7,4 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	3,6 ± 2,5 ^{B,C,D,E,F,G,H}
B2	14,5 ± 1,2 ^{A,B,C,D}	2,6 ± 1,0 ^{D,E,F,G,H,I,J}	0,4 ± 0,3 ^{H}
B3	20,4 ± 5,1 ^{A}	4,9 ± 3,0 ^{B,C,D,E,F,G,H}	0,5 ± 0,4 ^{G,H}
B4	12,6 ± 0,2 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	4,4 ± 3,7 ^{B,C,D,E,F,G,H}	1,3 ± 0,1 ^{G,H}
C1	14,0 ± 6,5 ^{A,B,C,D,E}	7,9 ± 4,8 ^{B,C,D,E,F,G,H}	0,6 ± 0,7 ^{G,H}
C2	8,9 ± 1,7 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	3,9 ± 2,4^{B,C,D,E,F,G,H}	1,7 ± 0,1 ^{F,G,H}
C3	6,3 ± 0,1 ^{B,C,D,E,F,G,H}	4,3 ± 2,2 ^{B,C,D,E,F,G,H}	3,6 ± 0,8 ^{B,C,D,E,F,G,H}
C4	7,9 ± 0,3 ^{B,C,D,E,F,G,H}	4,4 ± 0,1 ^{B,C,D,E,F,G,H}	1,5 ± 0,7^{,G,H}
D2	7,0 ± 0,3 ^{B,C,D,E,F,G,H}	5,1 ± 4,8^{,B,C,D,E,F,G,H}	1,8 ± 0,6 ^{F,G,H}
D3	2,6 ± 0,3 ^{D,E,F,G,H}	1,7 ± 0,4 ^{F,G,H}	1,1 ± 0,4^{,G,H}
D4	5,2 ± 0,4 ^{B,C,D,E,F,G,H}	2.9 ± 2,4 ^{C,D,E,F,G,H}	2,0 ± 1,1^{E,F,G,H}

5.6.2 COORDENADAS DE COR L*, a* e b*

Para cada um dos valores de coordenadas L*, a* e b*, foi utilizada análise de variância de dois fatores (tabela 5.6). Para todas as coordenadas, os fatores cor e material foram estatisticamente significativos. Entretanto, a interação material versus cor somente foi estatisticamente significativa para a coordenada b*.

Tabela 5.6 - Tabela da análise estática, análise de variância de 2 fatores

Coordenada	Fonte de variação	GL	QM	SQM	F	P
L*	Cor	20	909,7	47,88	10,94	0,000*
	Material	2	2693,6	1346,82	307,86	0,000*
	Material x Cor	40	213,7	5,62	1,29	0,189
a*	Cor	20	52,288	2,7520	4,47	0,000*
	Material	2	5,091	2,5455	4,14	0,002*
	Material x Cor	40	23,491	0,6182	1,00	0,485
b*	Cor	20	1534,7	80,78	16,48	0,000*
	Material	2	2047,7	1023,83	208,91	0,000*
	Material x Cor	40	444,1	11,69	2,38	0,001*

As medidas das coordenadas L*, a* e b* em função do material utilizado estão apresentados na tabela 5.5 e figuras 5.11, 5.12 e 5.13. Para os valores de L* o material TZ-3Y20AB apresentou média significativamente maior do que as dos outros dois materiais. Para o parâmetro a* não foi encontrada diferença estatística entre os valores médios obtidos para os três materiais. Para o parâmetro b*, o material TZ-3Y20AB apresentou valor médio significativamente menor em comparação com os dos outros dois materiais.

Tabela 5.7 - Valores das coordenadas L*, a*e b* e seus respectivos desvios-padrão, obtidos em função tipo de pó. Dentro de cada coluna, valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Material	L*	a*	b*
Zpex	84,2 ± 4,0 [B]	0,6 ± 1,3 [A]	15,0 ± 1,0 [A]
TZ-3YB-E	86,0 ± 4,1 [B]	0,5 ±0,8 [A]	14,0 ± 5,0 [A]
TZ-3Y20AB	95,0 ± 4,0 [A]	0,1 ±0,3 [A]	5,5 ± 2,0 [B]

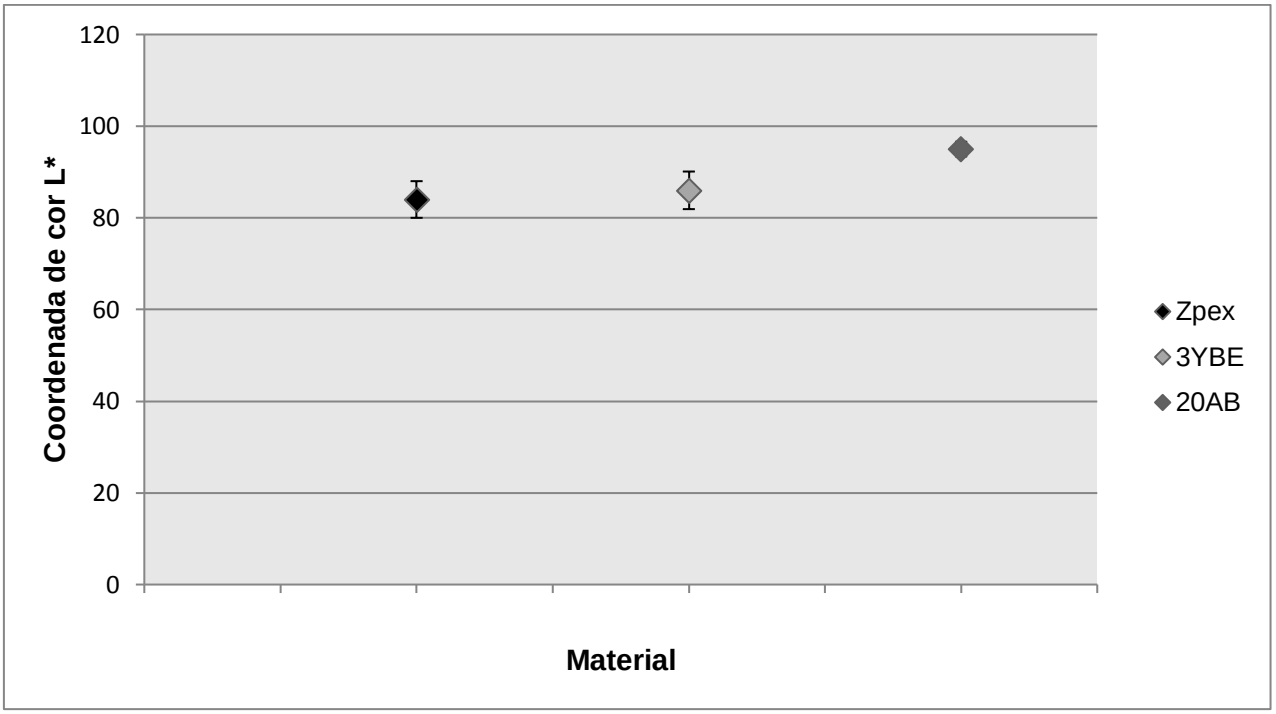


Figura 5.11 - Coordenada de cor L*em função do fator material

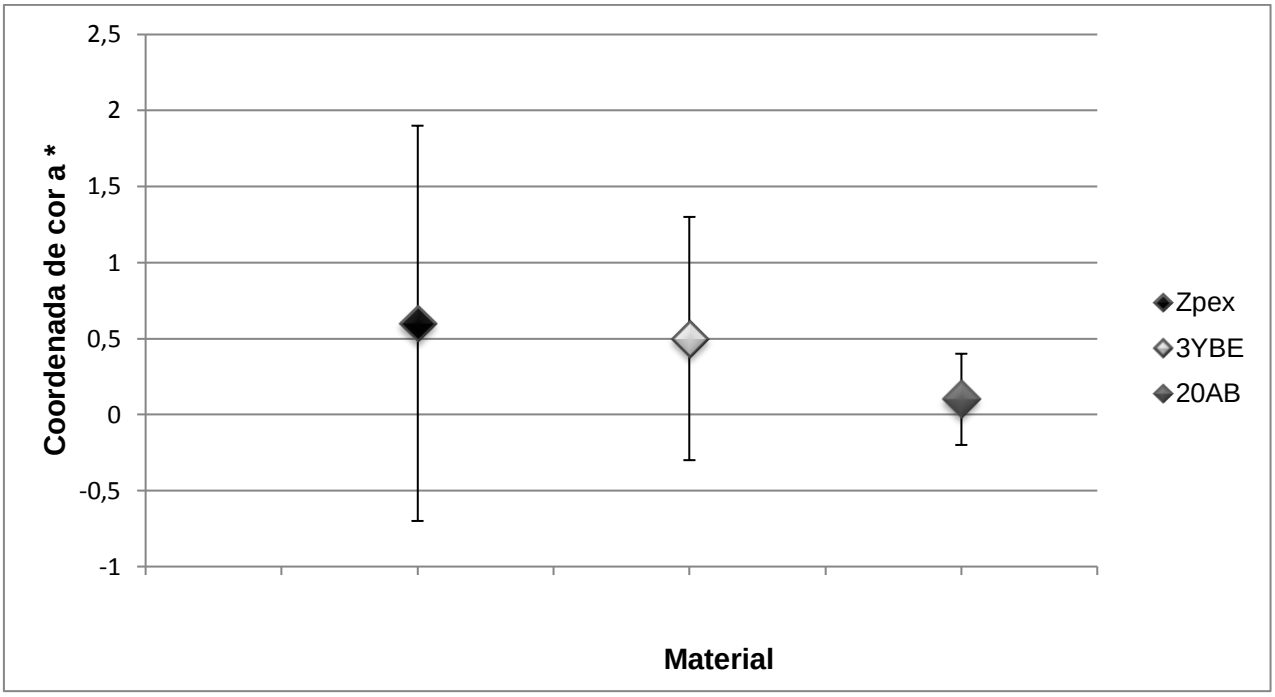


Figura 5.12 - Coordenada de cor a* em função do fator material

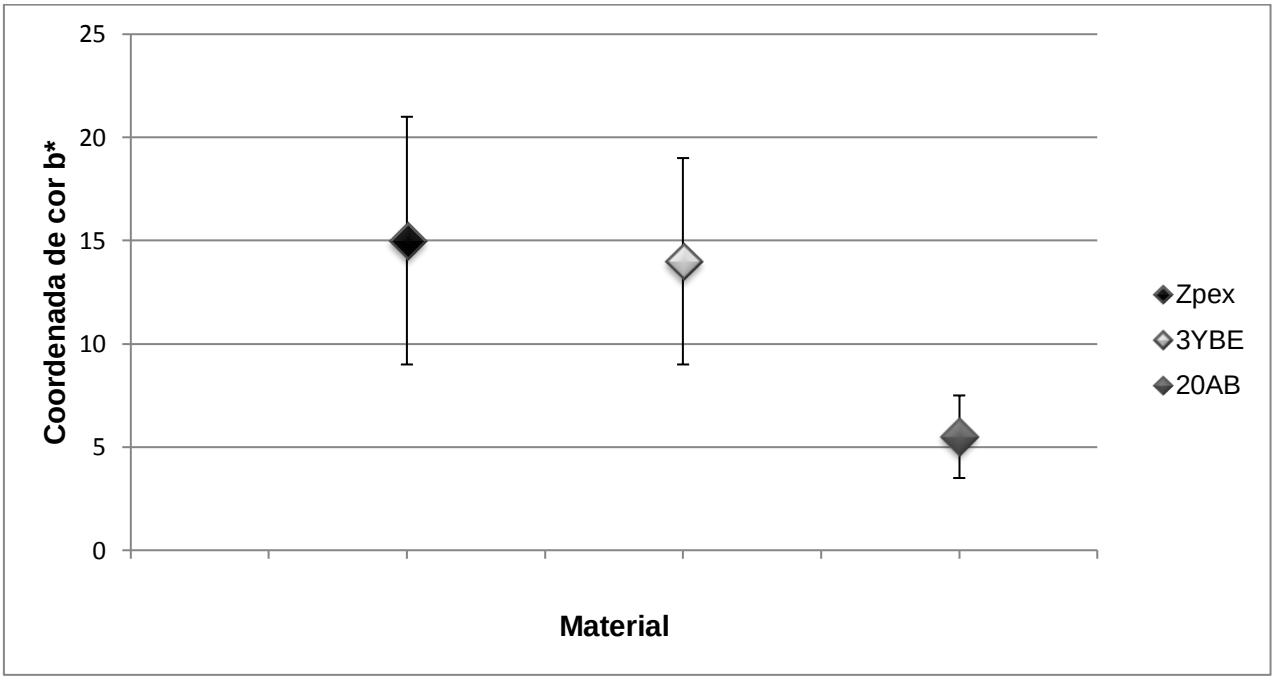


Figura 5.13 - Coordenada de cor b*em função do fator material

A tabela 5.8 mostra os dados de L*, a* e b* para o fator cor. Para o parâmetro L*, não foi encontrada diferença estatística entre os valores médios em função da cor. Para coordenada a* foi, os valores médios obtidos para as cores A3 e A3,5 e C4 foram significativamente maiores do que aquelas obtidas para as cores W2, W3. Para os valores de b*, a média obtida para a cor A3 foi significativamente maior do que aquelas obtidas para as cores W1 e controle.

Tabela 5.8 - Valores dos parâmetros L*, a*e b* e seus respectivos desvio padrão, obtidos em função tipo de pó. Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Cor	L*	a*	b*
Controle	94,3 ± 2,5 ^{A}	-1,0 ± 0,6 ^{C}	3,8 ± 1,2 ^{B,C}
W1	93,2 ± 3,6 ^{A}	-0,3 ± 0,3 ^{A,B,C}	2,7 ± 1,3 ^{C}
W2	92,6 ± 3,7 ^{A}	-0,5 ± 0,3 ^{B,C}	5,0 ± 1,5 ^{A,B,C}
W3	92,0 ± 3,7 ^{A}	-0,5 ± 0,2 ^{B,C}	7,2 ± 2,1 ^{A,B,C}
A1	90,4 ± 5,0 ^{A}	-0,2 ± 0,3 ^{A,B,C}	10,6 ± 5,0 ^{A,B,C}
A2	89,6 ± 5,1^{A}	0,5 ± 0,7 ^{A,B,C}	13,0 ± 6,0 ^{A,B,C}
A3	87,1 ± 6,3 ^{A}	1,2 ± 0,6 ^{A}	15,0 ± 6,2 ^{A}
A3,5	85,9 ± 6,5 ^{A}	1,3 ± 0,9 ^{A}	14,8 ± 7,0 ^{A,B}
A4	87,7 ± 5,9 ^{A}	1,0 ± 1,0 ^{A,B}	13,2 ± 6,3 ^{A,B,C}
B1	89,5 ± 5,6 ^{A}	0,2 ± 1,3 ^{A,B,C}	11,3 ± 5,4 ^{A,B,C}
B2	89,6 ± 5,2 ^{A}	0,1 ± 0,6 ^{A,B,C}	10,3 ± 5,2 ^{A,B,C}
B3	86,4 ± 7,2 ^{A}	0,8 ± 1,0 ^{A,B}	14,2 ± 7,1 ^{A,B}
B4	86,2 ± 7,0 ^{A}	0,8 ± 1,0 ^{A,B}	13,8 ± 6,4 ^{A,B,C}
C1	87,4 ± 5,4 ^{A}	0,1 ± 0,9 ^{A,B,C}	12,4 ± 5,0 ^{A,B,C}
C2	86,9 ± 5,9 ^{A}	0,5 ± 0,9 ^{A,B,C}	12,6 ± 5,1 ^{A,B,C}
C3	85,4 ± 6,2 ^{A}	1,0 ± 0,8 ^{A,B}	13,1 ± 6,0 ^{A,B,C}
C4	84,6 ± 6,3 ^{A}	1,4 ± 0,7 ^{A}	13,7 ± 6,3 ^{A,B,C}
D2	85,5 ± 6,5 ^{A}	1,0 ± 0,9 ^{A,B}	13,5 ± 6,0 ^{A,B,C}
D3	87,5 ± 5,5 ^{A}	0,4 ± 0,5 ^{A,B,C}	12,3 ± 4,9 ^{A,B,C}
D4	86,9 ± 6,5 ^{A}	0,5 ± 0,9 ^{A,B,C}	13,2 ± 4,9 ^{A,B,C}

Como a interação entre material e cor não foi significativa para os parâmetros L* e a*, somente a tabela da interação para o parâmetro b está apresentada abaixo. De acordo com a tabela 5.9, nota-se que houve diferença entre os valores médios de b* dos diferentes materiais apenas nas cores A2, A3, B3, C3, C4, D2.

Tabela 5.9. - Valores dos coordenada b* e seus respectivos desvio padrão, obtidos em função tipo de pó e solução de tingimento Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Coordenada b*			
Cor	**Material**		
	Zpex	**TZ-3YB-E**	**TZ-3Y20AB**
0	4,2 ± 0,1 ^{L,M,N,O}	2,4 ± 1,2 ^{N,O}	4,8 ± 0,5 ^{K,L,M,N,O}
W1	2,1 ± 0,2 ^{O}	1,7 ± 0,2 ^{O}	4,3 ± 0,7 ^{O}
W2	5,3 ± 0,8 ^{I,J,K,M,N,O}	3,2 ± 0,1 ^{,M,N,O}	6,5 ± 0,1 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}
W3	7,0 ± 0,1 ^{D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	5,0 ± 0,1 ^{J,K,L,M,N,O}	9,6 ± 1,6 ^{B,C,D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N}
A1	14,0 ± 1,3 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I,J,K}	4,7 ± 1,0 ^{K,L,M,N,O}	13,0 ± 3,4 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I,J,K,L}
A2	16,1 ± 4,0 ^{A,B,C,D}	6,1 ± 0,7 ^{G,H,I,J,K,M,N,O}	16,5 ± 1,5 ^{A,B,C}
A3	20,5 ± 2,6 ^{A}	7,5 ± 2,3 ^{C,D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	17,1 ± 1,3 ^{A,B}
A3,5	19,0 ± 2,4 ^{A,B}	5,8 ± 0,4 ^{H,I,J,K,M,N,O}	20,0 ± 0,9 ^{A}
A4	18,5 ± 1,4 ^{A,B}	6,5 ± 0,5 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	14,5 ± 7,0 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I,J}
B1	15,7 ± 6,7 ^{A,B,C,D,E,F}	6,6 ± 3,3 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	12,0± 2,1 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}
B2	12,1± 0,9 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N}	4,1 ± 0,6 ^{L,M,N,O}	14,7 ±3,6 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I}
B3	18,1 ± 4,5 ^{A,B}	5,6 ±1,9 ^{H,I,J,K,M,N,O}	18,1 ± 2,2 ^{A,B}
B4	20,1 ± 1,0 ^{A}	6,5 ± 0,8 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	14,8 ± 4,0 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I}
C1	17,2 ± 3,3 ^{A,B}	6,7 ± 0,6 ^{D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	13,3 ± 1,2 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I,J,K,L}
C2	16,7 ± 1,5 ^{A,B,C}	6,3 ± 2,7 ^{E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	14,7 ± 1,2 ^{A,B,C,D,E,F,G,H,I}
C3	18,3 ± 1,4 ^{A,B}	5,5 ± 0,7 ^{I,J,K,L,M,N,O}	16,0 ± 0,1 ^{A,B,C,D,E,F}
C4	18,0 ± 0,1 ^{A,B}	5,6 ± 1,1 ^{H,I,J,K,L,M,N,O}	17,4 ± 2,4 ^{A,B}
D2	16,3 ± 1,8 ^{A,B,C,D}	6,2 ± 0,6 ^{F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	18,1 ± 3,2 ^{A,B}
D3	15,1 ± 0,6 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}	6,0 ± 0,7 ^{H,I,J,K,M,N,O}	16,0 ± 0,7 ^{A,B,C,D,E}
D4	17,3 ± 2,4 ^{A,B}	7,3 ± 1,8 ^{C,D,E,F,G,H,I,J,K,L,M,N,O}	15,1 ± 0,3 ^{A,B,C,D,E,F,G,H}

5.7 RESISTÊNCIA À FLEXÃO (BIAXIAL)

Os dados de resistência foram analisados por meio de análise de variância de três fatores (tabela 5.10). Os três fatores estudados foram estatisticamente significativos (material, envelhecimento e cor). Com relação às interações duplas, somente a interação material versus cor foi estatisticamente significativa. A interação tripla foi estatisticamente significativa.

Tabela 5.10 - Tabela da análise estatística para as médias da resistência à flexão, análise de variância de 2 fatores

Fonte de variação	**GL**	**QM**	**SQM**	**F**	**P**
Material	2	258694	129347	13,38	0,000*
Envelhecimento	1	274126	274126	28,36	0,000*
Cor	8	439481	54935	5,68	0,000*
Material x Envelhecimento	2	33250	16625	1,72	0,182
Material x Cor	16	296561	18535	1,92	0,020*
Envelhecimento x Cor	8	96604	12076	1,25	0,272
Envelhecimento x Material x Cor	16	322882	20180	2,09	0,010*

Os dados de resistência para o fator material estão apresentados na tabela 5.11 e figura 5.14. O material TZ-3YB-E obteve média de resistência significativamente maior do que as médias dos outros dois materiais, as quais foram estatisticamente semelhantes.

Tabela 5.11 - Valores de resistência à flexão biaxial (MPa) e seus respectivos desvios- padrão em função do fator pó.Valores com a mesma letra indicam semelhança estatística (p > 0,05)

Material	Resistência à flexão
ZPEX	531,8 ± 136,1 [B]
TZ-3YB-E	605,8 ± 106,4 [A]
TZ-3Y20AB	554,5 ± 100,2 [B]

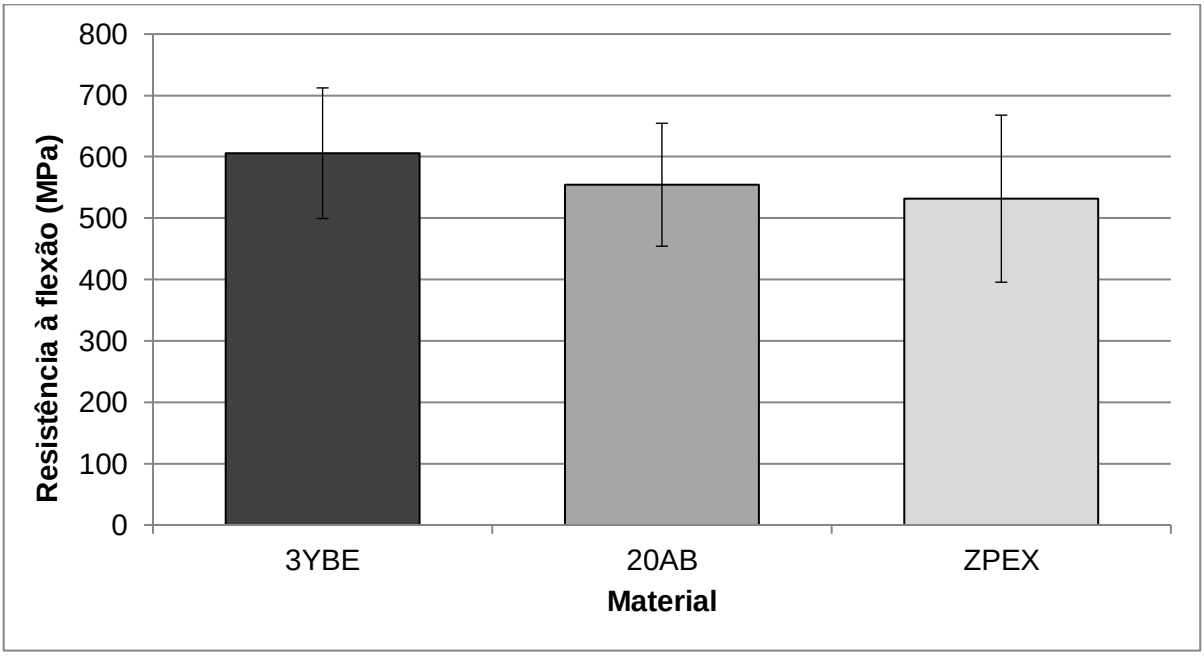


Figura 5.14 - Resistência à flexão (MPa) em função do fator material

Para os valores de resistência à flexão em função do envelhecimento (tabela 5.12) foi encontrada diferença estatística para entre as médias das duas condições analisadas, sendo que a maior média foi a do grupo controle (não envelhecido).

Tabela 5.12 - Valores de resistência à flexão(MPa) e seus respectivos desvios-padrão, em função do envelhecimento hidrotérmico valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhante (p> 0,05).

Fator envelhecimento	Resistência à flexão
Não envelhecida	595,9 ± 110,9 [A]
Envelhecida	532,9 ± 118,9 [B]

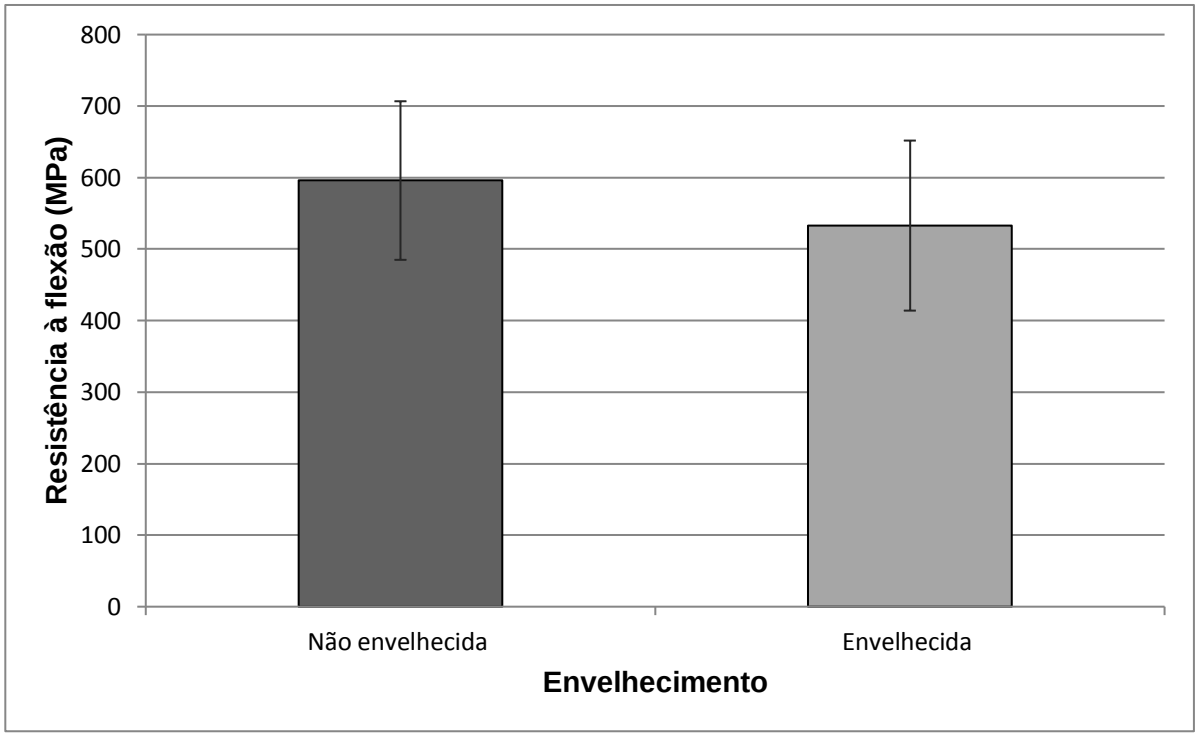


Figura 5.15 - Resistência à flexão (MPa) em função do material

A tabela 5.13 e a figura 5.16 apresentam os resultados de resistência para o fator cor. Nota-se que as cores A2 e C2 resultaram em valores de resistência significativamente maiores do que os das cores A3 e C3. As demais cores apresentaram valores de resistência semelhantes.

Tabela 5.13 - Valores de resistência à flexão (MPa) média e seus respectivos desvios- padrão , em função da cor analisadas valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05).

Cor	Resistência à flexão
Controle	551,9 ± 96,3 [A, B, C]
A2	614,9 ± 120,2 [A]
A3	497,0 ± 109,1 [C]
B2	607,8 ± 90,7 [A, B]
B3	549,0 ± 105,9 [A, B, C]
C2	625,0 ± 97,6 [A]
C3	529,5 ± 134,9 [B, C]
D2	547,4 ± 157,1 [A, B,,C]
D3	554,4 ± 93,4 [A, B, C]

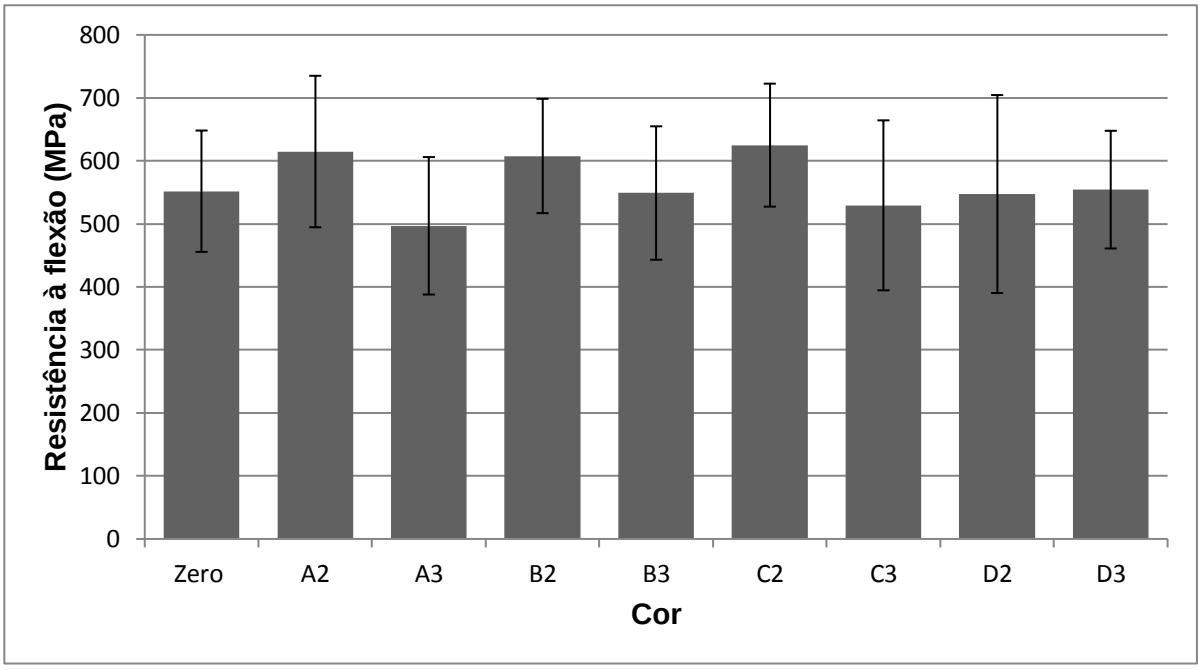


Figura 5.16 - Resistência à flexão (MPa) em função da cor

Como as interações duplas (material *versus* envelhecimento e envelhecimento *versus* cor) não foram estatisticamente significativas, somente as interação dupla material *versus* core está apresentada na tabela 5.14 e figura 5.17. Nota-se que, para os materiais TZ-3YB-E e TZ-3Y20AB, não houve efeito da cor na resistência mecânica. Para o material ZPEX, a resistência da cor C3 foi significativamente menor do que os valores encontrados para as cores B3 e C2.

Tabela 5.14 - Valores de resistência à flexão média,(MPa) interação dos fatores cor e material, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05)

Cor	**Material**		
	Zpex	**TZ-3YB-E**	**TZ-3Y20AB**
Controle	538,94 ± 119,5 ^{A,B,C,D,E}	542,97 ± 86,0 ^{A,B,C,D,E}	573,80 ± 86,1 ^{A,B,C,D,E}
A2	560,23 ± 142,6 ^{A,B,C,D,E}	663,24 ± 56,9 ^{A,B}	621,34 ± 130,4 ^{A,B,C,D}
A3	482,52 ± 110,8 ^{C,D,E}	548,16 ± 110,7 ^{A,B,C,D,E}	460,24 ±106,4 ^{D,E}
B2	632,58 ± 93,6 ^{A,B,C}	606,22 ± 117,7 ^{A,B,C,D}	584,60 ± 51,1 ^{A,B,C,D,E}
B3	548,10 ± 108,2 ^{A,B,C,D,E}	566,09 ± 122,2 ^{A,B,C,D,E}	566,09 ± 94,1 ^{A,B,C,D,E}
C2	597,49 ± 95,2 ^{A,B,C,D}	686,17 ± 112,6 ^{A}	591,19 ± 112,4 ^{A,B,C,D}
C3	421,89 ± 153,4 ^{E}	603,94 ± 127,7 ^{A,B,C,D}	562,65 ± 46,8 ^{A,B,C,D,E}
D2	487,06 ± 181,8 ^{C,D,E}	655,40 ±127,7 ^{A,B}	499,71 ± 103,2 ^{B,C,D,E}
D3	518,15 ±119,7 ^{B,C,D,E}	580,65 ± 81,2 ^{A,B,C,D,E}	564,38 ± 69,6 ^{A,B,C,D,E}

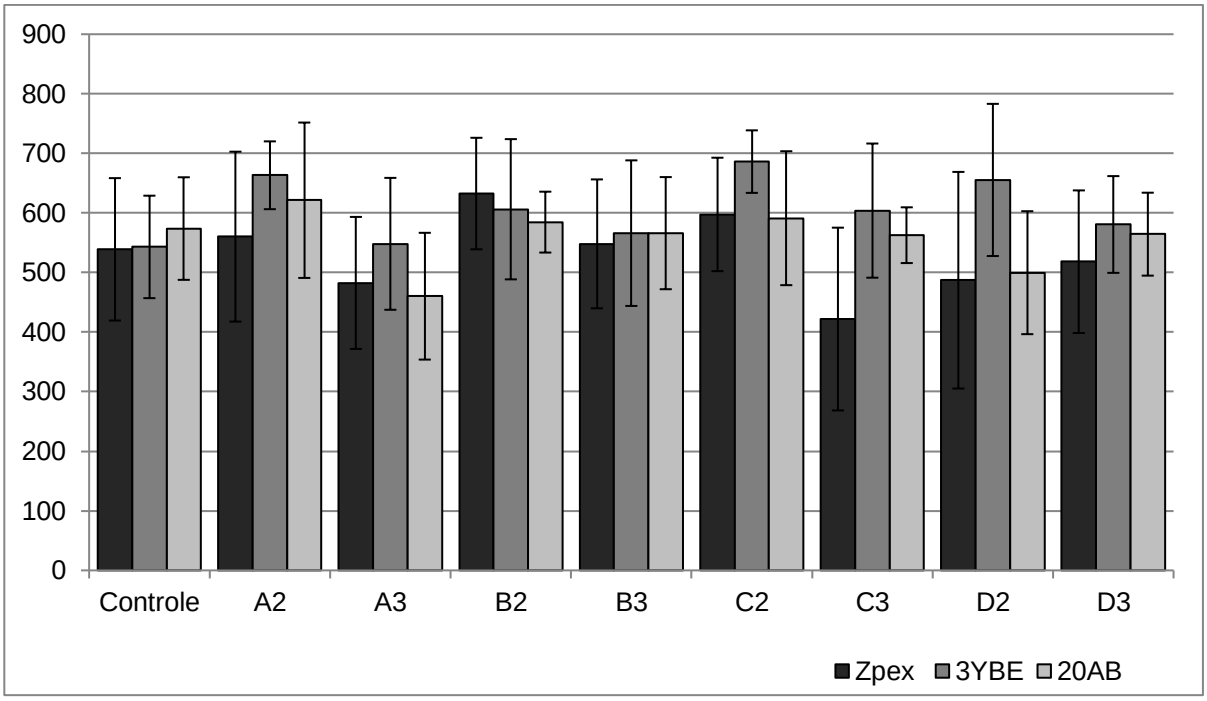


Figura 5.17 - Resistência à flexão em função da interação cor e do material

A tabela 5.15 e as figuras 5.18, 5.19 e 5.20 mostram os resultados de resistência para a interação tripla (material *versus* envelhecimento *versus* cor). Encontrou-se diferença estatística entre os valores de resistência os materiais Zpex e TZ-3YB-E para a cor D2 na condição controle. E importante notar que, apesar do fator envelhecimento ter sido estatisticamente significativo, a tabela 5.15 mostra que, ao se observar cada grupo experimental individualmente, nenhum deles teve a resistência significativamente diminuída, apesar das diferenças numéricas observadas.

Tabela 5.15 - Valores de resistência à flexão média,interação dos materiais, cor e condições analisadas no estudo valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05)

Pó	Condição	Cor								
		Controle	**A2**	**A3**	**B2**	**B3**	**C2**	**C3**	**D2**	**D3**
Zpgy	Con	637,6 (55,1) A,B,C,D,E	548,4 (130,3) A,B,C,D,E,F	504,2 (120,4) A,B,C,D,E,F	685,3 (57,3) A,B,C	605,8 (70,7) A,B,C,D,E	612,3 (119,2) A,B,C,D,E	505,4 (115,3) A,B,C,D,E,F	414,0 (242,0) E,F	620,0 (27,2) A,B,C,D,E
	Env	440,3 (69,3) C, D, E, F	572,0 (168,6) A,B,C,D,E,F	460,9 (109,4) B,C,D,E,F	579,8 (97,3) A,B,C,D,E,F	490,4 (114,1) A,B,C,D,E,F	582,7 (74,9) A,B,C,D,E,F	338,4 (149,2) F	559,9 (51,6) A,B,C,D,E,F	416,3 (74,8) D,E,F
T7-3YB-F	Con	548,9 (72,7) A,B,C,D,E,F	669,8 (617) A,B,C,D	585,9 (105,5) A,B,C,D,E,F	671,5 (84,4) A,B,C	664,3 (84,8) A,B,C,D,E	701,2 (39,4) A,B	654,8 (103,3) A,B,C,D,E	721,5 (133,4) A	602,9 (21,5) A,B,C,D,E
	Env	537,0 (106,1) A,B,C,D,E,F	656,7 (58,0) A,B,C,D,E	510,5 (90,3) A,B,C,D,E,F	540,9 (115,7) A,B,C,D,E,F	467,9 (48,2) A,B,C,D,E,F	671,1 (63,9) A,B,C	553,1 (106,8) A,B,C,D,E,F	589,3 (89,5) A,B,C,D,E,F	558,4 (114,6) A,B,C,D,E,F
T7-3Y20AB	Con	579,4 (61,5) A,B,C,D,E,F	670, (61,6) A,B,C,D	474,4 (51,6) A,B,C,D,E,F	579,0 (44,8) A,B,C,D,E,F	593,6 (33,9) A,B,C,D,E	592,8 (122,5) A,B,C,D,E,F	579,4 (65,5) A,B,C,D,E,F	544,1 (62,9) A,B,C,D,E,F	523,7 (65,5) A,B,C,D,E,F
	Env	568,2 (113,2) A,B,C,D,E,F	572,0 (168,6) A,B,C,D,E,F	446,1 (149,3) B,C,D E,F	590,2 (61,5) A,B,C,D,E,F	472,2 (97,7) A,B,C,D,E,F	589,6 (115,7) A,B,C,D,E,F	545,9 (20,8) A,B,C,D,E,F	455,4 (122,8) B,C,D,E,F	605,1 (49,7) A,B,C,D,E

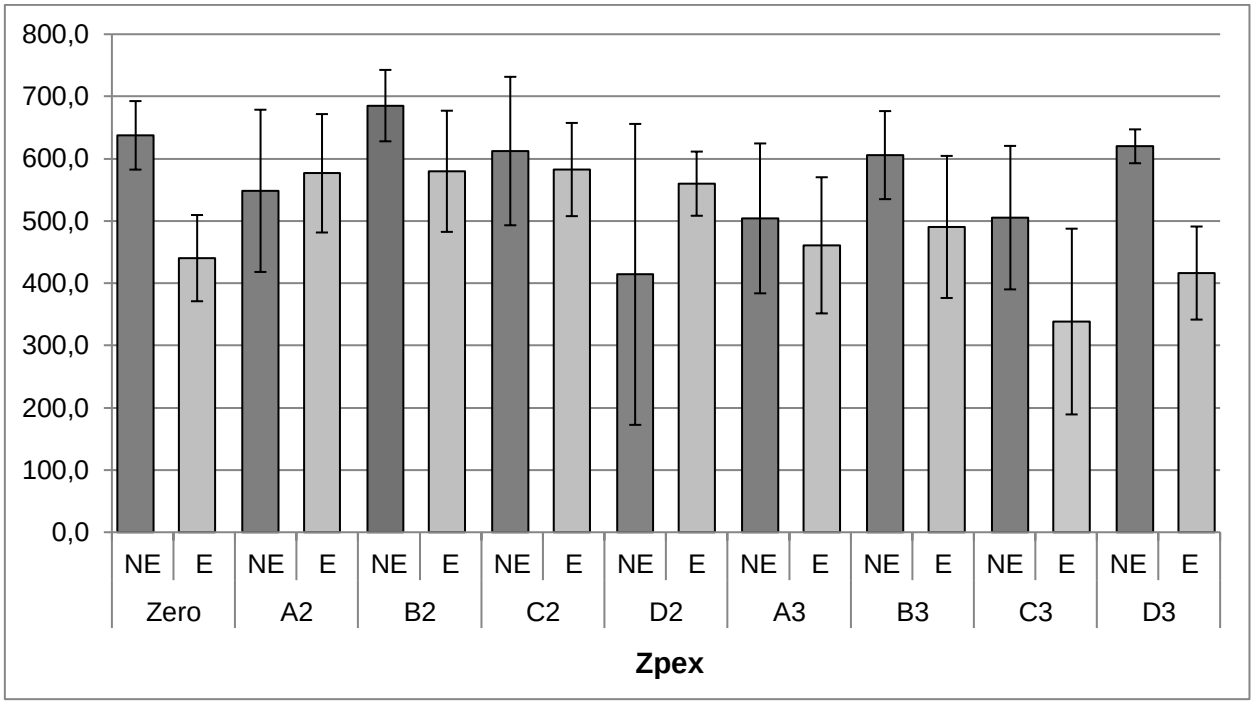


Figura 5.18 - Resistência à flexão do material em MPa, Zpex, interação dos fatores cor, material e envelhecimento hidrotérmico

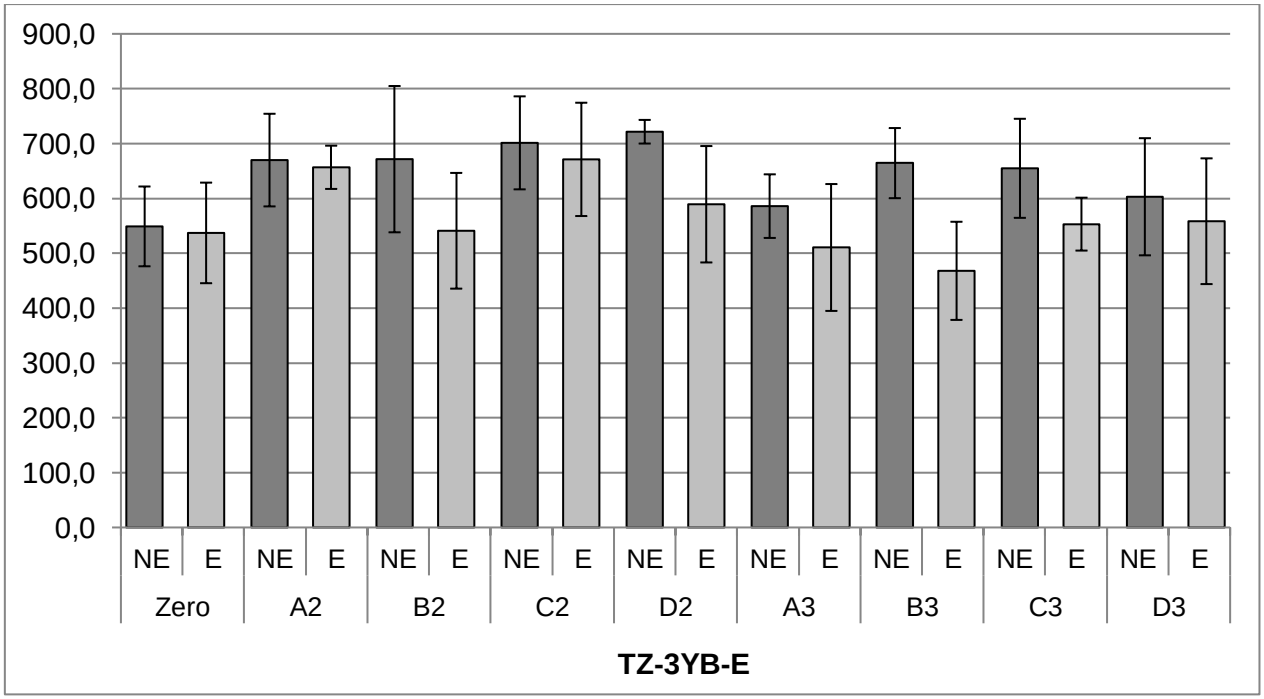


Figura 5.21 - Resistência à flexão em MPa, do material TZ-3YB-E, interação dos fatores cor, material e envelhecimento hidrotérmico

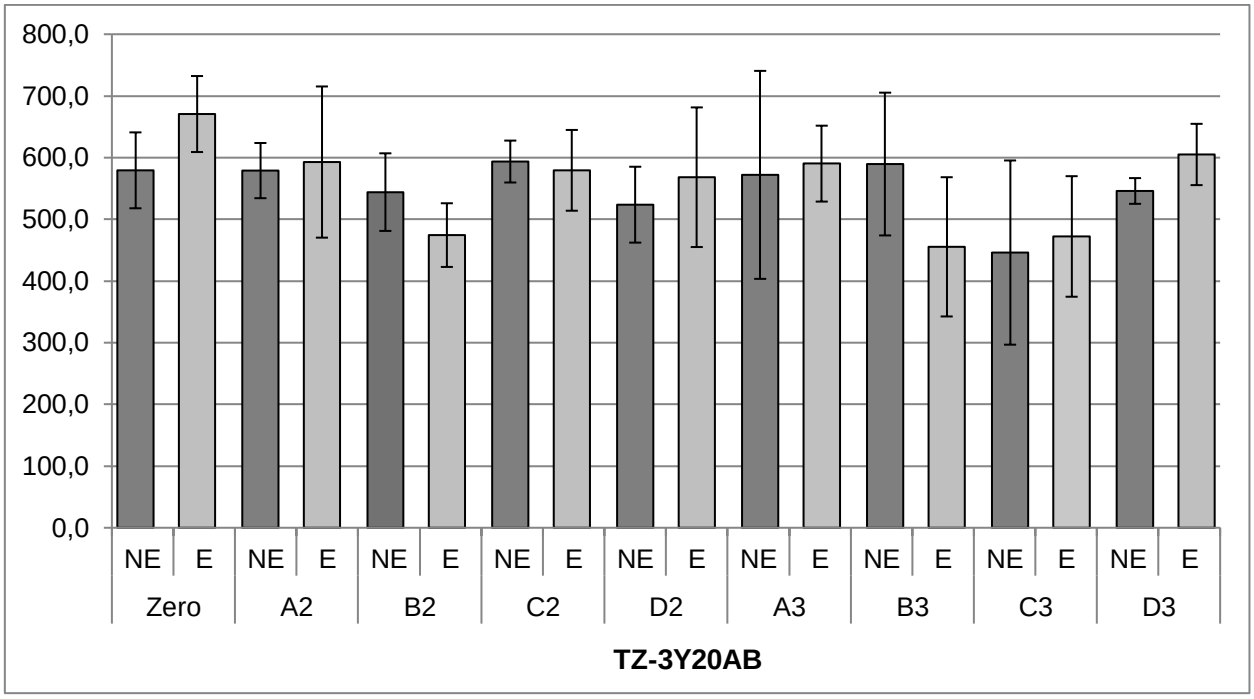


Figura 5.21 - Resistência à flexão em MPa, do material TZ-3Y20AB, interação dos fatores cor, material e envelhecimento hidrotérmico

5.2 TESTE DE CITOTOXICIDADE

A tabela 5.16 apresenta a análise de variância de dois fatores para a porcentagem de viabilidade celular. Nota-se que ambos os fatores e a interação entre eles foram estatisticamente significativas.

Tabela 5.16 - Análise estatística foi realizada análise de variância de dois fatores

Fonte de variação	GL	QM	SQM	F	P
Material	2	108.6	54.29	3.06	0.049*
Cor	8	761.8	95.23	5.36	0.000*
Material x Cor	16	864.6	54.04	3.04	0.000*

A tabela 5.17 e a figura 5.22 apresentam os resultados de viabilidade celular para o fator material. Nota-se que a porcentagem de viabilidade celular do material TZ-3YB-E foi significativamente maior do que a do material ZPEX. O material TZ-3Y20AB apresentou uma viabilidade celular intermediária entre os valores dos outros dois materiais. É importante notar que a porcentagem de viabilidade celular encontrada para os materiais ficou acima de 70%, o que indica que os mesmos não apresentam citotoxicidade relevante.

Tabela 5.17 - Valores de porcentagem da viabilidade celular em função do fator pó, no estudo valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05)

Material	% viabilidade Celular
Zpex	97,8 ± 4,4 [B]
TZ-3YB-E	99,5 ± 5,3 [A]
TZ-3Y20AB	98,3 ± 4,6 [AB]

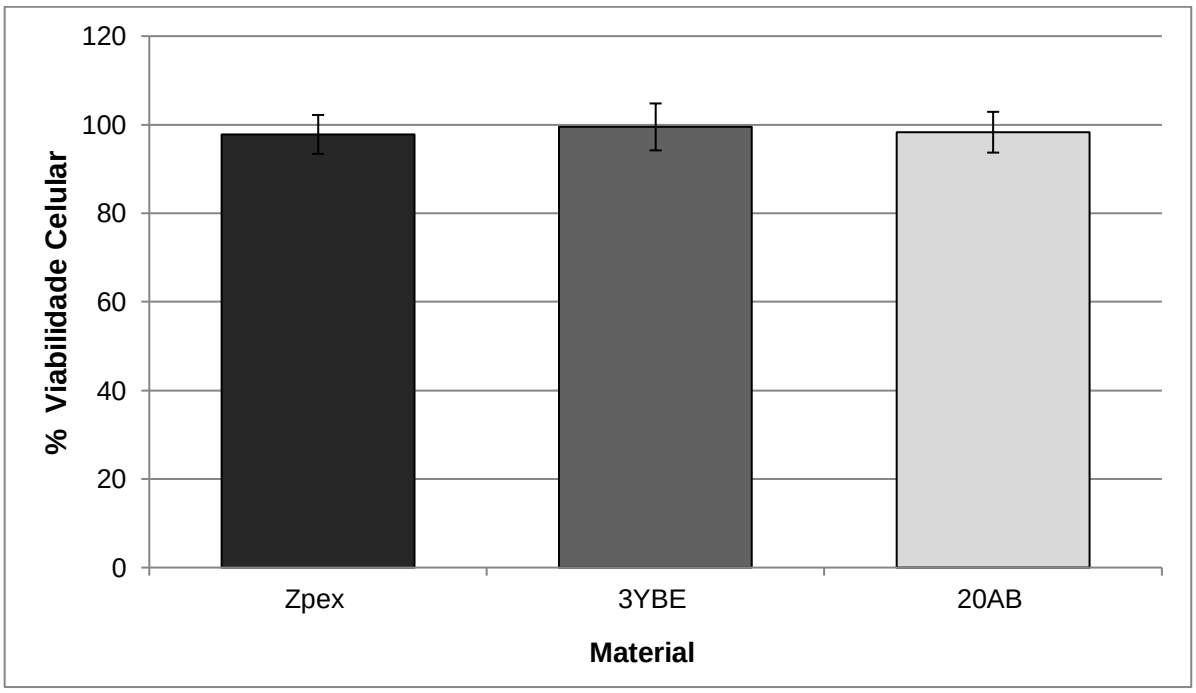


Figura 5.22 – Viabilidade celular em função do material

A tabela 5.18 e a figura 5.23 apresentam os resultados de viabilidade celular para o fator cor. Nota-se que a porcentagem obtida para os materiais A2, B2 e D3 foram significativamente maiores do que as porcentagens medidas para o grupo controle e a cor C2.

Tabela 5.18.- Valores de porcentagem da viabilidade celular em função da cor, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05)

Cor	% viabilidade celular
Controle	96,9 ± 3,4 ^{B,C}
A2	100,0 ± 4,2 ^{A}
A3	97,2 ± 6,0 ^{A,B,C}
B2	100,0 ± 4,4 ^{A}
B3	98,2 ± 5,4 ^{A,B,C}
C2	95,0 ± 2,7 ^{C}
C3	98,3 ± 4,0 ^{A,B,C}
D2	99,7 ± 5,6 ^{A,B}
D3	100,0 ± 4,0 ^{A}

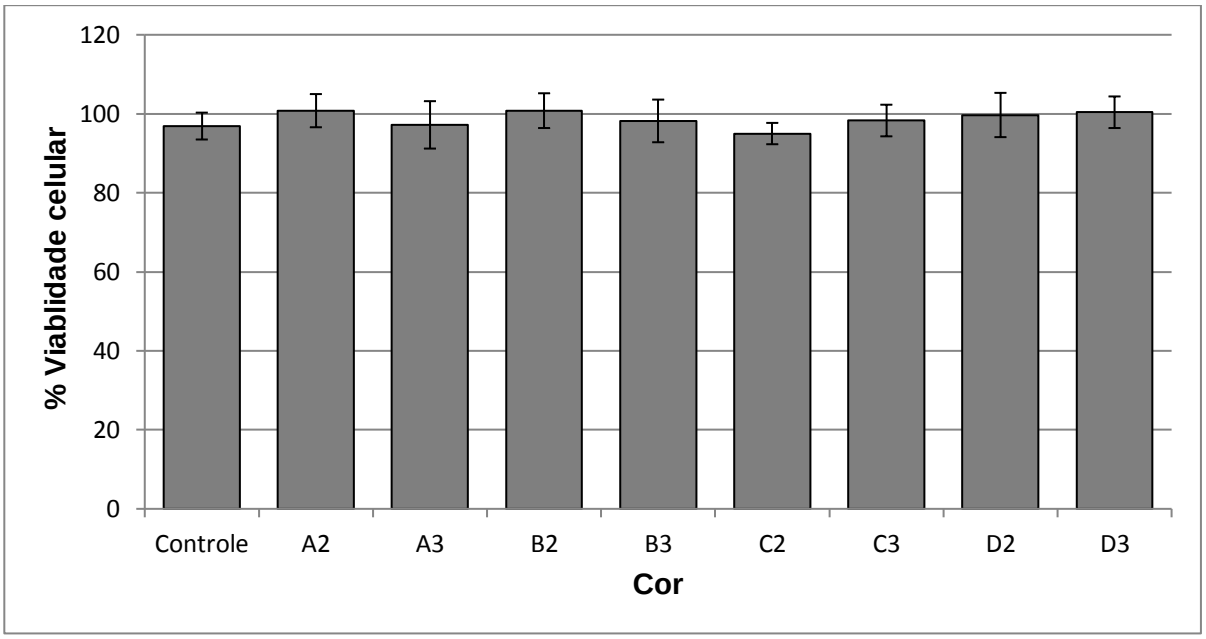


Figura 5.23 – Viabilidade celular em função da cor

Com relação aos valores das porcentagens de variabilidade celular em função dos fatores pó e cor (interação), nota-se que para o material TZ-3YB-E, houve diferença estatística entre a citotoxicidade da cor B2 em relação às cores A3 e C2. Já para o material TZ-3Y20AB, o valor de viabilidade da cor A2 foi significativamente maior do que aqueles medidos para as cores B3 e C2. É importante ressaltar que os materiais testados não apresentam alta citotoxicidade, pois não apresentaram viabilidade celular abaixo de 70%.

Tabela 5.19 - Valores de viabilidade celular para a interação dos fatores cor e material valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes (p> 0,05)

Cor	**Material**		
	Zpex	**TZ-3YB-E**	**TZ-3Y20AB**
Controle	95,1 ± 2,1 ^{B,C}	99,3 ± 3,6 ^{A,B,C}	96,4 ± 3,2 $^{A, B,C}$
A2	98,8 ± 2,8 ^{A,B,C}	99,6 ± 3,1 ^{A,B,C}	103,2 ± 5,2 ^{A}
A3	98,8 ± 2,6 ^{A,B,C}	94,5 ± 8,9 ^{C}	97,4 ± 4,1 ^{A,B,C}
B2	98,0 ± 6,1 ^{A,B,C}	103,1 ± 2,5 ^{A}	101,4 ± 2,6 ^{A,B,C}
B3	100,4 ± 4,0 ^{A,B,C}	99,7 ± 5,6 ^{A,B,C}	94,5 ± 4,8 ^{C}
C2	95,0 ± 2,6 ^{B,C}	94,4 ± 3,5 ^{C}	95,2 ± 2,2 ^{B,C}
C3	95,5 ± 3,9 ^{A,B,C}	102,1± 2,9 ^{A,B,C}	97,2 ± 1,8 ^{A,B,C}
D2	102,4 ± 7,1 ^{A,B}	100,8 ± 3,8 ^{A,B,C}	95,7 ± 3,1 ^{A,B,C}
D3	99,9 ± 2,9 ^{A,B,C}	101,9 ± 5,1 ^{A,B,C}	99,2 ± 3,9 ^{A,B,C}

6 DISCUSSÃO

A determinação dos componentes presentes nas soluções de pigmento foi realizada por meio de análise de espectroscopia de fluorescência de Raios-X, (ERX), que quantificou os principais elementos. Os principais componentes identificados com essa análise foram os íons érbio (Er,) ferro (Fe) e cobalto (Co). Esses íons são comumente utilizados em soluções para pigmentação de materiais cerâmicos contendo metais de transição (por exemplo, Fe, Co, Ni e Cr) e terras raras (por exemplo, Er) (16).

Obter restaurações cerâmicas com aparência natural é um dos mais desafiadores aspectos da Odontologia. A escolha da cor de uma restauração dentária é uma tarefa difícil, devido à alta complexidade das propriedades ópticas dos dentes naturais (36). Do ponto de vista da produção industrial, é desejável que os pigmentos utilizados para colorir os materiais cerâmicos apresentem elevada estabilidade química e térmica para que possam suportar as altas temperaturas do processo de sinterização sem se degradar.

A reprodução das cores dos dentes naturais é um grande desafio tecnológico, pois demanda diferentes combinações e quantidades de pigmentos. Para cada íon cromóforo é atribuída uma coloração após a sinterização, sendo que o elemento Er (érbio), por exemplo, após sinterização, atribui ao material uma coloração avermelhada. Já o Fe (ferro) atribui à cerâmica uma coloração que varia do amarelo ao marrom, e a adição de Co (cobalto) resulta em coloração acinzentada-azulada. Devido às diferentes cores atribuídas a cada elemento presente nos pigmentos, é necessário combiná-los em quantidades pré-determinadas para que se consiga reproduzir fielmente as escalas de cores que são utilizadas como referência pelos clínicos e técnicos em prótese dentária.

Neste trabalho, foram avaliadas as propriedades ópticas dos materiais e a hipótese testada foi a de que a solução de tingimento e o tipo de pó cerâmico utilizado na confecção dos espécimes não afetariam as propriedades ópticas dos materiais testados. Com relação aos valores encontrados para o parâmetro de translucidez em função do tipo de material, o maior valor foi encontrado para o Zpex (11,2 ± 5,4), o que pode estar relacionado a elementos microestruturais que interferem na translucidez. Ao incidir em um material cerâmico policristalino, o feixe de luz pode ser refletido, absorvido ou transmitido. A translucidez está relacionada à capacidade do

feixe de luz atravessar o objeto, ou seja, ser transmitido. Esta transmitância é tanto maior quanto menos obstáculos espalhadores de luz o feixe encontrar, pois estes desviam a luz da sua rota original. Portanto, de uma forma simplificada, é possível afirmar que os elementos microestruturais que podem provocar o espalhamento do feixe de luz, e assim interferir na sua translucidez, são o tamanho de grãos (pela birrefringência e pela diferença de orientação cristalográfica ao passar de um grão ao adjacente), a porosidade (o tamanho dos poros interfere consideravelmente na interação do feixe de luz com o material) e segundas fases (que possuem diferentes índices de refração). O Zpex foi desenvolvido pelo fabricante (Tosoh) com o objetivo de se obterem corpos mais translúcidos; a explicação da empresa para esta característica da matéria-prima é a sua elevada pureza química, comparada com outras zircônias comerciais, eliminando ou reduzindo ao extremo a possibilidade de formação de segundas fases.

O material obtido a partir da TZ-3Y20AB foi o que apresentou menor translucidez, e isso foi devido ao elevado espalhamento de luz promovido pelos grãos de alumina (que atuam como segunda fase de diferente índice de refração) dispersos na matriz de zircônia. Dessa forma, os resultados do estudo mostraram que a hipótese de que o material não afeta as propriedades ópticas foi rejeitada, pois a composição e a microestrutura afetam significativamente os parâmetros de translucidez apresentados pelos diferentes tipos de pó.

O fator cor também afetou o parâmetro de translucidez (PT) das cerâmicas estudadas, sendo que os maiores valores de PT foram encontrados para as cores B1 e B3, indicando que essas cores resultam em cerâmicas mais translúcidas. A presença do pigmento na microestrutura do material pode influenciar na dispersão da luz, pois este atua como um dopante. As diferentes cores se caracterizam pela ocupação do pigmento na rede cristalográfica do material, sendo importante a quantidade e formação de fases secundárias para a translucidez do material. O efeito também foi encontrado para a interação para as cores W1, A1, A2, B2 e B3 em pelo menos em dois dos materiais testados.

Para a verificação dos parâmetros de cor dos materiais foram aferidas também as coordenadas L*, a* e b*. Foram testados os fatores cor e material e a interação de ambos, sendo que somente para o parâmetro b*, a interação foi estatisticamente significante. Os resultados obtidos para o fator material mostraram que a cerâmica TZ-20AB apresentou o maior valor para L* (luminosidade). Esse valor

identifica a cor do material quanto à quantidade de branco ou preto que ela pode apresentar. A coloração esbranquiçada que o material TZ-20AB possui, pode ser explicada pela composição do material, pois este possui 20% de alumina em sua composição, e a alumina apresenta coloração significativamente esbranquiçada.

Para a coordenada a*, que expressa comprimento de onda do vermelho ao verde, não foram encontradas diferenças estatísticas entre os materiais analisados. Já a para a coordenada b*, que expressa comprimentos de onda amarelo-azul, o material TZ-20AB obteve médias significativamente menores em relação aos outros materiais. As diferentes cores e nuances são correspondentes principalmente aos locais ocupados pelos pigmentos (íons cromóforos) na rede cristalina dos materiais. Sabe-se que a concentração de dopantes (pigmentos e alumina), estabilidade térmica dos pigmentos e a formação de fases secundárias influenciam as nuances finais obtidas pela pigmentação após sinterização (47).

O fator cor não afetou significativamente a coordenada L*. Já para as coordenadas a* e b*, houve efeito significativo da cor, resultado esperado, pois a variação dos pigmentos tem como objetivo causar alteração dos parâmetros de cor. Os maiores valores encontrados para a* foram obtidos para as cores A3, A3,5 e C4 que utilizam soluções de tingimento com alta quantidade de érbio na sua composição, elemento que atribui uma coloração avermelhada ao material. De fato, maiores valores de a* indicam um aumento da quantidade de vermelho no material. Os menores valores de a* foram encontrados para as cores W2 e W3, as quais são obtidas a partir de pequenas quantidades de solução de tingimento o que pode influenciar na detecção da cor do material.

Com relação ao parâmetro b*, a cor A3 obteve o maior valor, o que pode ser explicado pela composição da sua solução de tingimento. O comprimento de onda apresentado pelo elemento corante no material pode ter tido influência no valor obtido. Os menores valores de b* encontrados para a cor W1 e controle podem ser explicados pela baixa quantidade de pigmento na solução de tingimento (10%) na cor W1 e nenhum pigmento utilizado no grupo controle.

Podemos correlacionar as matizes utilizadas na escala Vita Classical com os íons cromóforos presentes nas soluções de tingimento da seguinte forma: matiz A (marrom-vermelho) com a presença do érbio, atribuindo também maiores valores de a*, matiz B (amarelo-avermelhado) com presença de érbio e ferro e apresentando maiores valores para a* e b*, matiz C (cinza) com presença do cobalto e maiores

valores de b* atribuído ao ferro e matiz D (cinza-avermelhado) que também possui cobalto e érbio na composição da mistura dos pigmentos e maiores valores para a* e b*, valores de b* atribuído à presença de ferro. Sendo assim, a hipótese de que a solução o pigmento não afeta as propriedades ópticas foi rejeitada visto que alguns pigmentos afetaram diretamente o valor das coordenadas aferidas.

Os resultados obtidos no teste de flexão permitiram rejeitar a hipótese de que a microestrutura do material não influencia na propriedade mecânica do material, pois foi encontrada diferença significativa de resistência à flexão biaxial em função do material utilizado para confecção do espécime. Essa diferença ocorreu pela diferença de microestrutura e composição dos materiais, pois o pó TZ-3YB-E apresentou a maior média e diferença estatística em relação aos demais materiais estudados. Esse material possui uma pequena quantidade de alumina, 0,25% em peso, que inibe o crescimento dos grãos após sinterização, atribuindo uma maior resistência mecânica.(4, 25, 29) Quanto menor o tamanho de grão após a sinterização, maior será a resistência mecânica do material. Para todos os materiais analisados os altos valores das médias de resistência à flexão (acima de 400 MPa) viabilizam seu uso na Odontologia.

Constatou-se uma diminuição na resistência mecânica após degradação dos materiais cerâmicos, confirmando que a transformação de fase tetragonal para monoclínica promove o microtrincamento na superfície do material, com a consequente degradação da sua resistência. O processo de degradação inicia na superfície com a transformação dos grãos superficiais monoclínicos para tetragonais e se propaga para os grãos adjacentes e mais profundos. Uma expansão volumétrica é gerada e trincas são geradas neste processo, o que permite a penetração da água na estrutura, deflagrando então a transformação de fase que por sua vez gera microtrincas que afetam a propriedade mecânica do material (32). É importante notar que embora o envelhecimento tenha causado uma diminuição dos valores de resistência, ao se observar cada grupo individualmente, essa queda não foi estatisticamente significativa (interação material *versus* envelhecimento) para nenhum dos materiais testados.

Com relação ao efeito da cor na resistência à flexão, para os três materiais testados, a coloração afetou a média da resistência dos espécimes após imersão, porém o efeito, mesmo para os menores valores obtidos, como por exemplo, a cor A3 (497,0 MPa), a redução foi em torno de 10% em comparação ao grupo controle (551,9

MPa), mas ainda assim o valor encontrado é elevado para as médias de resistência atribuídos as cerâmicas odontológicas. O efeito também foi encontrado para a interação (material *versus* cor) para o material Zpex, onde a cor C3 obteve maior média de resistência em comparação com as cores B3 e C2.

Quanto aos resultados de resistência mecânica obtidos para interação tripla (materiais *versus* cor *versus* envelhecimento hidrotérmico, tabela 5.15), nota-se que, para todos os materiais estudados, as médias de resistência à flexão obtidas, como era de se esperar, apresentaram um decréscimo após degradação. No entanto, mesmo após este tratamento de envelhecimento intenso (5 horas a 134ºC), as médias se mantiveram em valores absolutos relativamente elevados. Exceto para uma condição (Zpex, C3) todos os grupos ficaram acima de 400 MPa, ainda assim, um valor considerado alto para as cerâmicas odontológicas. Quanto aos materiais avaliados, o TZ-3YB-E apresentou as maiores médias para as duas condições analisadas, antes e após o tratamento hidrotérmico. Esses resultados obtidos pelo material podem ser atribuídos ao efeito da presença de alumina no material que confere maior estabilidade frente à transformação de fase tetragonal-monoclínica, propiciando assim maior resistência ao envelhecimento térmico.

Com relação aos resultados de viabilidade celular, todas as cores testadas apresentaram a viabilidade acima de 90%, o que nos mostra que o material não provocou a morte da população de células, a biocompatibilidade aceitável é caracterizada por uma redução de apenas 30% da viabilidade celular conforme norma estabelecida pela ISO 10993-3, para a avaliação da biocompatibilidade do material (48). Os resultados obtidos através da porcentagem de viabilidade celular para a interação material *versus* cor mostraram que, para todas as cores e materiais, as porcentagens obtidas foram acima de 90%. Essas análises mostraram que, para os materiais e pigmentos testados, não houve efeito citotóxico. As diferenças encontradas para as diferentes e cores a materiais pode ser explicada pelos diferentes resíduos dos pigmentos utilizados na coloração.

7 CONCLUSÕES

1. Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento e de diferentes pós de partida sobre o parâmetro de translucidez, foi possível concluir que o material interfere nos parâmetros de translucidez, sendo que o Zpex foi o material mais translúcido. Com relação ao efeito das soluções de tingimento, foi possível concluir que as cores B1 e B3 resultaram em espécimes mais translúcidos e a cor D3 apresentou espécimes com menor translucidez. Com relação às coordenadas colorimétricas, o material influenciou as coordenadas L* e b*, sendo que o TZ-3Y20AB apresentou o maior valor de L* e o menor valor de b* em comparação com os outros materiais. Sendo assim, conclui-se que o material e as soluções de tingimento afetaram o parâmetro de translucidez e as coordenadas colorimétricas Dessa forma, a primeira hipótese testada foi rejeitada.

2. Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento, dos três pós de partida e do envelhecimento por meio da degradação hidrotérmica sobre a resistência à flexão, foi possível concluir que o material interfere na resistência à flexão das cerâmicas policristalinas, sendo que a maior média de resistência foi obtida para o TZ-3YB-E. O envelhecimento causou uma diminuição dos valores de resistência, porém ao se observar cada grupo individualmente, essa queda não foi estatisticamente significativa para nenhum deles. O uso das soluções de tingimento afetou as médias de resistência sendo que as cores A2 e C2 resultaram em resistência maior do que aquelas medidas para as cores A3 e C3. Esses resultados mostraram, portanto que as soluções de tingimento, e os materiais influenciaram a resistência à flexão das cerâmicas policristalinas, entretanto a queda de resistência após envelhecimento não foi significativa. Portanto a hipótese de que não haveria efeito do pó de partida, solução de tingimento e envelhecimento sobre a resistência à flexão foi parcialmente aceita.

3. Com relação ao efeito da aplicação das soluções de tingimento e dos três diferentes pós de partida sobre a citotoxicidade, foi possível concluir que ambos os fatores afetaram os valores de viabilidade celular. Entretanto, para todos os grupos analisados, a viabilidade celular obtida ficou acima de 90% e, portanto todos os grupos apresentaram uma excelente biocompatibilidade. Dessa forma, a

hipótese de que não haveria efeito do pó de partida e da solução de tingimento sobre a citotoxicidade foi rejeitada.

REFERÊNCIAS [1]

1. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials. J. prosthet. dent. 2002;88(1):4-9.

2. Agustin-Panadero R, Roman-Rodriguez JL, Ferreiroa A, Sola-Ruiz MF, Fons-Font A. Zirconia in fixed prosthesis. A literature review. J Clin Exp Dent. 2014;6(1):e66-73.

3. Kohorst P, Borchers L, Strempel J, Stiesch M, Hassel T, Bach F-W, et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. Acta Biomater 2012;8(3):1213-20.

4. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008;24(3):299-307.

5. Borchers L, Stiesch M, Bach F-W, Buhl J-C, Hübsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia.Acta Biomater. 2010;6(12):4547-52.

6. Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza ROA. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments.J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2013;101(8):1387-92.

7. Lawson S. Environmental degradation of zirconia ceramics.J Eur Ceram Soc 1995;15(6):485-502.

8. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. J Am Ceram Soc. 2000;83(3):461-87.

9. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HWA. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. Acta Biomater 2011;7(2):858-65.

10. Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. Dent Mater. 2010;26(8):807-20.

11. Oh G-J, Lee K, Lee D-J, Lim H-P, Yun K-D, Ban J-S, et al. Effect of metal chloride solutions on coloration and biaxial flexural strength of yttria-stabilized zirconia. Met Mater Int. 2012;18(5):805-12.

12. Cho M-S, Yu B, Lee Y-K. Opalescence of all-ceramic core and veneer materials. Dent Mater 2009;25(6):695-702.

De acordo com Estilo Vancouve

13. Dangra Z, Gandhewar M. The use of newer high translucency zirconia in aesthetic zone. Case Rep Dent 2014.ID 432714

14. Ilie N, Stawarczyk B. Quantification of the amount of light passing through zirconia: The effect of material shade, thickness, and curing conditions. J Dent 2014;42(6):684-90.

15. Baldissara P, Llukacej A, Ciocca L, Valandro FL, Scotti R. Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems. J Prosthet Dent 2010;104(1):6-12.

16. Yuan K, Wang F, Gao J, Sun X, Deng ZX, Wang H, et al. Effect of zircon-based tricolor pigments on the color, microstructure, flexural strength and translucency of a novel dental lithium disilicate glass-ceramic. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2014;102(1):98-107.

17. Tuncel I, Eroglu E, Sari T, Usumez A. The effect of coloring liquids on the translucency of zirconia framework. J Adv Prosthodont 2013; 5(4):448-51.

18. Chu SJ, Trushkowsky RD, Paravina RD. Dental color matching instruments and systems. Review of clinical and research aspects. J Dent. 2010;38, Supplement 2(0):e2-e16.

19. Della Bona A, Nogueira AD, Pecho OE. Optical properties of CAD-CAM ceramic systems.J Dent. 2014;42(9):1202-9.

20. Harianawala HH, Kheur MG, Apte SK, Kale BB, Sethi TS, Kheur SM. Comparative analysis of transmittance for different types of commercially available zirconia and lithium disilicate materials. J Adv Prosthodont 2014;6(6):456-61.

21. Kim JH, Kim KB, Kim WC, Kim HY, Kim JH. Evaluation of the color reproducibility of all-ceramic restorations fabricated by the digital veneering method. J Adv Prosthodont 2014;6(2):71-8.

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

23. Camargo AC. Comparação das características de corpos de alumina, à verde e após sinterização, obtidos pelos processos e prensagem uniaxial, prensagem isostática e prensagem uniaxial e isostática.[dissertação] São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares 1993.

24. Choi JE, Waddell JN, Torr B, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 1: Comparison of crystalline phases present, adhesion to a zirconia system and flexural strength. Dent Mater 2011;27(12):1204-12.

25. Inácio MA. Desenvolvimento de compósitos cerâmicos de Al2O3 e ZrO2 para confecção de ferramentas de corte para torneamento [dissertação] São Paulo Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais; 2010.

26. Konishi J, Watari F, Kawamoto C, Sano H. Effect of sphered particles on the firing contraction of porcelain inlay processed by cold isostatic pressing J Biomed Mater Res B Appl Biomater.2003;66B (2):553-8.

27. Samodurova A, Kocjan A, Swain MV, Kosmač T. The combined effect of alumina and silica co-doping on the ageing resistance of 3Y-TZP bioceramics Acta Biomater. 2015;11(0):477-87.

28. Sasahara RMC, Yoshimura HN, Fredericci C, Calasans A, Cesar PF, Molisani AL. Development of Y-TZP pre-sintered blocks for CAD-CAM machining of dental prostheses. Materials Science Forum 2008. 712-16.

29. Luo J, Adak S, Stevens R. Microstructure evolution and grain growth in the sintering of 3Y–TZP ceramics J Mater Sci.1998;33(22):5301-9.

30. Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface area. Ceram Int. 2016; 1077-85.

31. Baudin C, Gurauskis J, Sanchez-Herencia AJ, Orera VM. Indentation Damage and Residual Stress Field in Alumina-Y2O3-Stabilized Zirconia Composites. J Am Ceram Soc. 2009;92(1):152-60.

32. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? Biomaterials. 2006;27(4):535-43.

33. Zhao J, Shen Z, Si W, Wang X. Bi-colored zirconia as dental restoration ceramics. Ceram Int. 2013;39(8):9277-83.

34. Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. J Mech Behav Biomed Mater 2016;59:128-38.

35. Ozturk O, Uludag B, Usumez A, Sahin V, Celik G. The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems. J Adv Prosthodont 2008;100(2):99-106.

36. Vichi A, Louca C, Corciolani G, Ferrari M. Color related to ceramic and zirconia restorations: a review Dent Mater. 2011;27(1):97-108

37. Anusavice KJ. Phillips materiais dentários: Elsevier Brasil; 2013.

38. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's restorative dental materials, 13/e: Elsevier India; 2006.

39. Della Bona A, Nogueira AD, Pecho OE. Optical properties of CAD–CAM ceramic systems J Dent.2014;42(9):1202-9.

40. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. The influence of pigments on the slow crack growth in dental zirconia. Dent Mater. 2012;28(4):410-5.

41. Yi Y, Wang C, Wen N, Wang X, Yang D, Tian J. Effect of Pigmentation on Strength of Dental Y-TZP/Porcelain Bilayered Structure. Adv Mater Res. 105-1062010. p. 520-3.

42. Tuncel I, Ozat P, Eroglu E. Effects of coloring procedures on zirconia/veneer ceramics bond strength J Adv Prosthodont.2014;6(6):451-5.

43. Rogero SO, Lugão AB, Ikeda TI, Cruz ÁS. Teste in vitro de citotoxicidade: estudo comparativo entre duas metodologias. Mater Res. 2003;6:317-20.

44. Sjögren G, Sletten G, Dahl JE. Cytotoxicity of dental alloys, metals, and ceramics assessed by Millipore filter, agar overlay, and MTT tests. J. prosthet. dent 2000;84(2):229-36.

45. ASTM. Test Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates. ASTM F394-7. 1996.

46. 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):5539-45.

47. Sun Y, Wang Z, Tian J, Cao X. Coloration of mica glass-ceramic for use in dental CAD/CAM system. Mater Letter. 2002;57(2):425-8.

48. ISO. Biological evaluation of medical devices—Part 5: Tests for cytotoxicity: In vitro methods. ISO 10993-5. 1993.