

ANÁLISE DA SUBESTRUTURA DE CERÂMICA Y-TZP FRENTE A JATEAMENTO COM ÓXIDO DE ALUMÍNIO ANTES E APÓS SINTERIZAÇÃO.

C.L. Melo-Silva^{1,2*}; C.F. Carvalho^{1,2}; T.C.F. Melo-Silva^{1,2}; R.X. Freitas²; F.R.F. Silva,¹ C. Santos^{1,2}, J.F.C. Lins¹

1 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense

2 UniFOA – Volta Redonda

Rua Tiradentes, 50, sala 501, Centro, Barra do Piraí, RJ, CEP 27135-075

claudiolmelo@ig.com.br

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a microestrutura de uma cerâmica a base de zircônia estabilizada por ítrio (Y-TZP) frente a jateamento com óxido de alumínio e o seu efeito na sinterização. 25 blocos pré-sinterizados de Y-TZP foram obtidos. Dez amostras foram jateadas com alumina e a seguir todas as amostras foram sinterizadas e divididas nos grupos: Controle – sem tratamento; G1 alumina-Jateadas com alumina e sinterizadas; G1 alumina e Rocatec- Jateadas, sinterizadas e Rocatec; G2 alumina- Sinterização, jateamento alumina; G2 alumina e Rocatec - Sinterização, jateamento alumina e Rocatec. As amostras foram avaliadas segundo microscopia eletrônica de varredura. A análise qualitativa mostrou que as amostras tratadas tiveram aumento na textura superficial e que o grupo 1 - alumina e Rocatec - apresentou incorporação de sílica regular e homogênea. Concluiu-se que o tratamento de superfície pré-sinterização, representa uma boa alternativa na força de união entre as Y-TZP e os cimentos resinosos.

Palavras-Chave: Cerâmicas, Alumina, interface de união

INTRODUÇÃO

A utilização de cerâmicas a base de alumina (Al₂O₃) e zircônia (ZrO₂) de alta densidade relativa vem sendo proposta para restaurações dentárias indiretas, em função da alumina apresentar uma excelente biocompatibilidade, alta dureza e resistência ao desgaste. A zircônia pura não pode ser utilizada na fabricação de peças sem a adição de estabilizantes. A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) se tornou uma alternativa, como cerâmica estrutural, uma vez que apresenta maior resistência à flexão, maior tenacidade à fratura e menor módulo de elasticidade e biocompatibilidade⁽¹⁾.

Para se obter a máxima adesão entre a superfície da restauração cerâmica e o remanescente dental, se torna imperativo o tratamento da superfície de ambos os substratos antes da cimentação⁽²⁾. Para as porcelanas feldspáticas e os vidros ceramizados segue-se o mesmo princípio estabelecido por Buonocore (1955)⁽³⁾ na adesão da resina à estrutura dentária. No caso destas cerâmicas, a adesão ocorre devido ao embricamento micromecânico do adesivo nas microporosidades criadas pelo condicionamento com ácido fluorídrico, que dissolve a fase vítrea das cerâmicas. Nas cerâmicas Y-TZP esta fase vítrea é ausente, portanto nenhum tipo de ácido é capaz de produzir estas microporosidades e retenção micromecânica suficiente para o procedimento de união. Entretanto, o aumento do conteúdo cristalino das cerâmicas Y-TPZ resultou na redução ou eliminação da fase vítrea, o que modificou as características da união ao cimento resinoso⁽²⁾.

O surgimento das cerâmicas de zircônia estabilizada por ítrio tem levado a procura por métodos de condicionamento que possibilitem uma adesão satisfatória. Têm sido descritas novas técnicas alternativas para o condicionamento das superfícies desta nova geração de cerâmicas ácido-resistentes, como o jateamento com óxido de alumínio, e também a deposição triboquímica de sílica^(2,4,5,6,7), com índices de sucesso relativos, sujeitos a discussão. A evolução dos sistemas de silicatização e o surgimento de novas técnicas, como o emprego de lasers e silanos para metal⁽⁶⁾, têm se mostrado promissoras, devido a rugosidade da superfície promovida pelos lasers e a capacidade de molhamento e pela formação de uma união covalente entre o agente silano e o grupo (OH-) da superfície cerâmica. Quimicamente, os silanos são considerados agentes de ligação bi-funcionais, ou seja, cada extremidade de sua molécula reage com diferentes superfícies, uma inorgânica da porcelana e a outra a matriz orgânica da resina⁽⁸⁾.

A pressão do ar no momento do jateamento com óxido de alumínio e óxido de alumínio modificado por sílica deve ser visto com muita atenção, pois o aumento da pressão do ar, acarreta maior a rugosidade da superfície da cerâmica e maior incorporação de partículas de sílica⁽⁷⁾. Em contrapartida, este aumento na pressão do jateamento pode criar microtrincas na superfície da cerâmica, enfraquecendo o material ao longo do tempo^(9,10,11).

O objetivo deste estudo foi avaliar qualitativamente os efeitos do jateamento com óxido de alumínio e óxido de alumínio modificado por sílica (Rocatec-3M) na morfologia da superfície de uma cerâmica Y-TZP antes e após sinterização.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para o experimento foram confeccionados, a partir de blocos pré-sinterizados, 25 corpos-de-prova de cerâmicas Y-TZP (ProtMat[®]), medindo aproximadamente 5x5x5 mm, que a seguir foram lixados com lixas de SiC de granulação 120.

As amostras foram divididas em três grupos: as do grupo 1 (n=10) tiveram uma das superfícies jateadas com óxido de alumínio de granulação 110 µm, durante 5 s, a uma distância de aproximadamente 10 cm, com 20 psi de pressão, que foram limpas com jato de ar e lavadas, juntamente com as amostras do grupo 2 (n=10) e as do grupo controle (n=5), a sinterização conforme orientação do fabricante.

A seguir as amostras dos grupos 1 e 2 foram subdivididas em outros dois grupos (n=5), ficando assim distribuídos os grupos experimentais:

- **Grupo controle** (n=5): amostras sem tratamento de superfície;
- **Grupo 1 alumina** (n=5): amostras jateadas com óxido de alumínio a uma pressão de 20 psi, por 5 segundos a uma distância de 10 cm antes da sinterização;
- **Grupo 1 alumina e Rocatec** (n=5): amostras jateadas com óxido de alumínio a uma pressão de 20 psi, por 5 segundos a 10 cm de distância antes da sinterização e com Rocatec (óxido de alumínio modificado por sílica – 3M - Espe) após sinterização a uma pressão de 60 psi, por 5 segundos a uma distância de aproximadamente 10 cm;
- **Grupo 2 alumina** (n=5): amostras jateadas, após a sinterização, com óxido de alumínio de granulação 110 µm, durante 5 segundos, a uma distância de aproximadamente 10 cm, com 60 psi de pressão e
- **Grupo 2 alumina e Rocatec** (n=5): amostras jateadas, após a sinterização, com óxido de alumínio de granulação 110 µm, durante 5 segundos, a uma distância de aproximadamente 10 cm, com 60 psi de pressão e a seguir com Rocatec a uma pressão de 60 psi por 5 segundos a uma distância de aproximadamente 10 cm.

A seguir as amostras foram levadas para leitura Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV, EVO MA10 da Carl Zeiss), a fim de comparar qualitativamente o tratamento das superfícies. Para a avaliação por meio do MEV, cada corpo-de-prova foi analisado com ampliações de 1.500 e 4.500 vezes. As amostras foram fixadas num disco de alumínio e metalizadas por ouro utilizando-se uma corrente de 60 mA, atmosfera de Ar de 1.10^1 mbar durante 60 segundos, resultando em uma espessura média de película de recobrimento entre 10 e 15nm. O EHT (Energia do feixe) foi mantido constante em aproximadamente 10.00 KV.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 representa as amostras de Y-TZP do grupo controle, sem tratamento de superfície, após fresagem e sinterização as amostras foram lixadas e avaliadas ao MEV, onde a superfície apresenta uma textura sem rugosidade, o que pode dificultar na adesão desta estrutura ao agente cimentante.

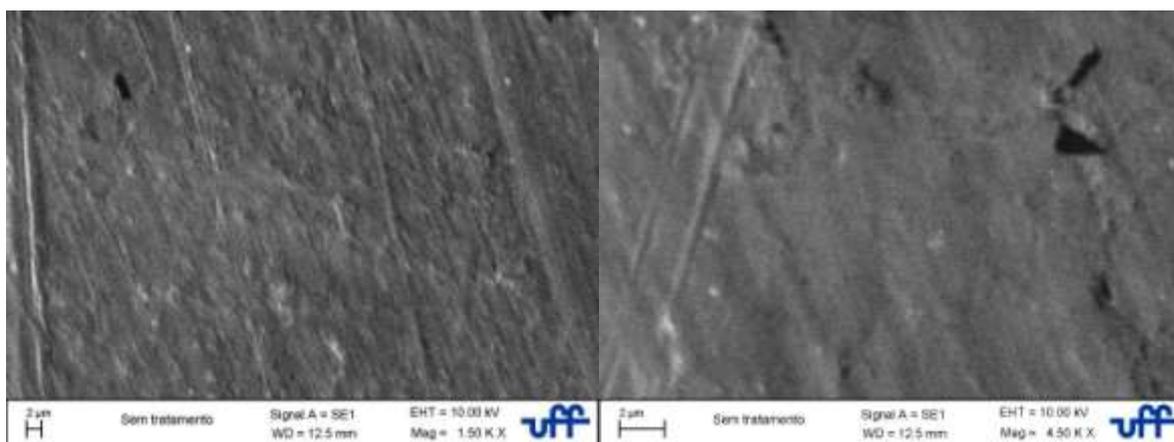


Fig. 1- Grupo controle – Sem tratamento de superfície

A figura 2 que representam amostras do grupo 1 alumina, mostraram uma textura superficial rugosa e sem trincas. Estas rugosidades promovem um embricamento micromecânico entre esta superfície e o agente cimentante, favorecendo a adesão.

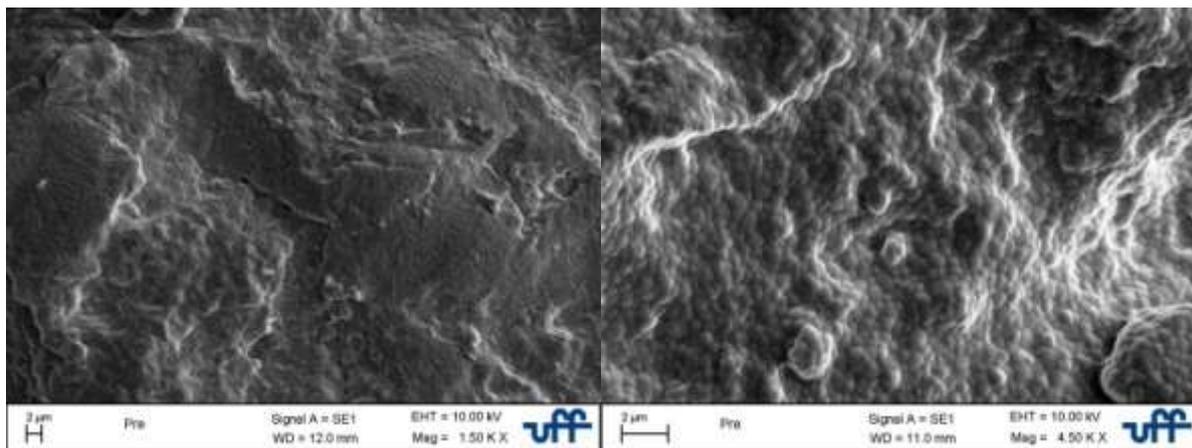


Fig. 2- Grupo 1 alumina - Y-TZP jateada com alumina e a seguir sinterizada.

As fotomicrografias que representam o grupo 1 alumina e Rocatec (figura 3), que foram jateadas com alumina, sinterizadas e a seguir jateadas com Rocatec, apresentaram a superfície com rugosidade e recobertas por sílica de forma regular e homogênea.

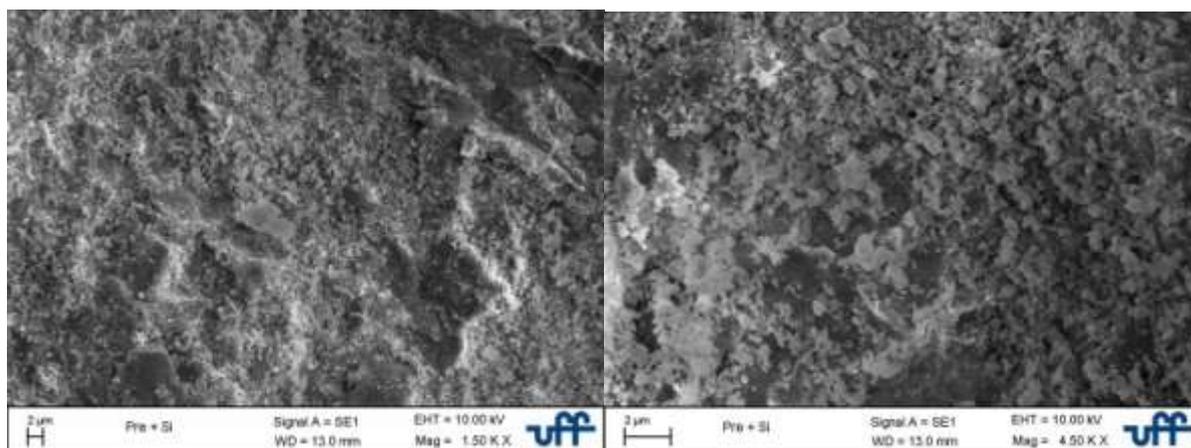


Fig. 3- Grupo 1 alumina e Rocatec - Y-TZP jateada com alumina, sinterizada e silicizada.

A figura 4 mostra fotomicrografias do grupo 2 alumina, onde as rugosidades superficiais estão presentes, porém menos acentuadas que as do grupo 1 alumina. A figura sugere também pequenas trincas em sua superfície (setas).

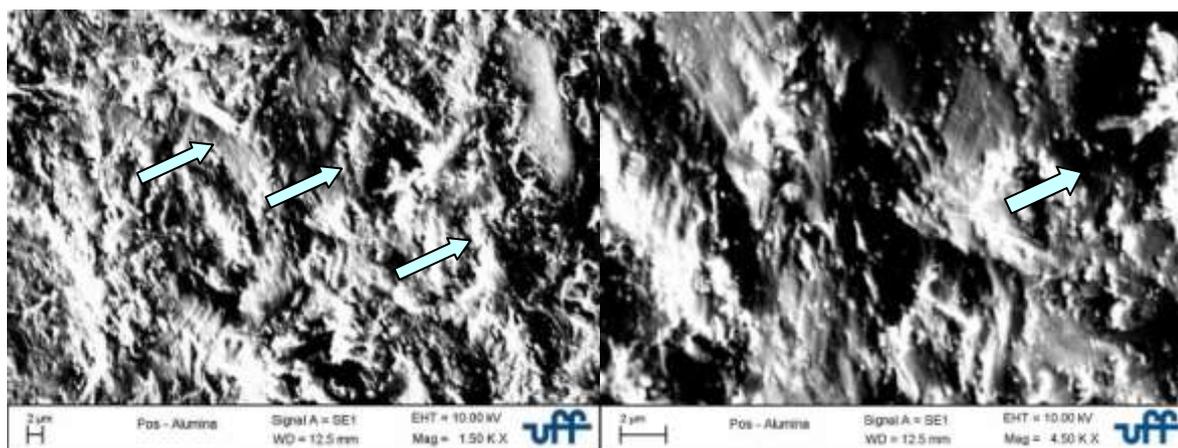


Fig. 4- Grupo 2 alumina - Y-TZP sinterizada e jateada com alumina.

Na figura 5, que representam o grupo 2 alumina e Rocatec, observou-se que a superfície da cerâmica apresentava-se recoberta por sílica, porém menos impregnada que a do grupo 1 alumina e Rocatec. Nesta figura foram observadas pequenas trincas (setas), como as do grupo 2 alumina.

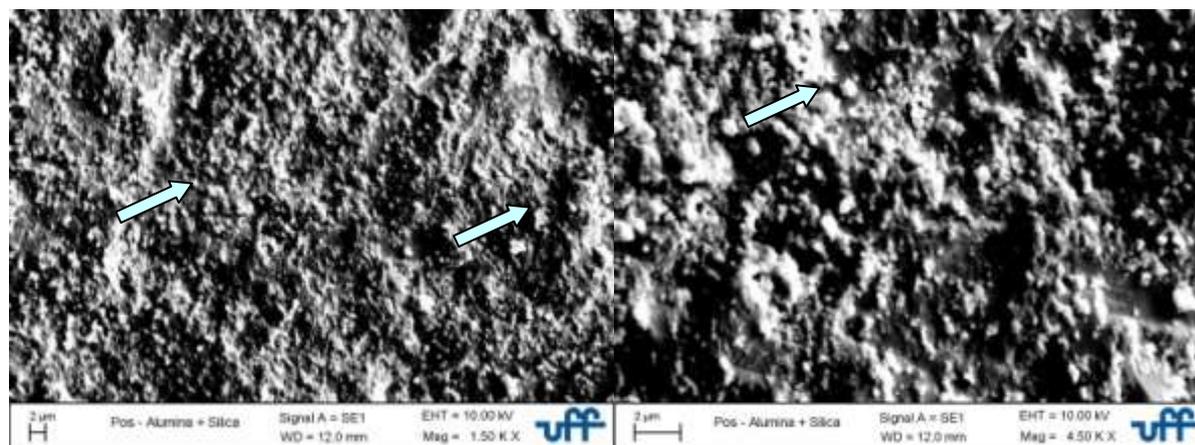


Fig. 5- Grupo 2 alumina e Rocatec- Y-TZP sinterizada e jateada com alumina e Rocatec.

Ao contrario das cerâmicas odontológicas passíveis de condicionamento, os materiais Y-TZP não apresentam nenhuma fase vítrea nas bordas dos cristalitos. Por esse motivo, muitos trabalhos visam desenvolver técnicas de tratamento de superfície para obter retenção dos agentes cimentantes resinosos às estruturas cerâmicas, já que as superfícies internas, apesar de apresentarem certo grau de irregularidades, não retêm este agente cimentante resinoso satisfatoriamente e, conseqüentemente, a retenção e estabilidade da prótese ficam comprometidas ⁽¹²⁾. Têm sido descritas novas técnicas alternativas para o condicionamento das

superfícies desta nova geração de cerâmicas ácido-resistentes, como o jateamento com óxido de alumínio, e também a deposição triboquímica de sílica ⁽⁶⁾.

Existem divergências entre os diversos sistemas de tratamento de superfície das cerâmicas Y-TZP, como em alguns estudos, nos quais a silicatização com silanização aumentou a força de adesão significativamente para cerâmicas com alumina e dióxido de zircônio, em comparação com a abrasão simples com partículas. Os autores evidenciaram que a asperização das superfícies das cerâmicas com partículas aumentou a força de adesão para cerâmicas de óxidos ^(7, 13, 14).

O efeito da pressão do ar no momento do jateamento com óxido de alumínio e da alumina modificada por sílica (Rocatec) é um motivo de preocupação de diversos autores ^(5, 7, 14), pois enquanto em alguns estudos foi observado que as forças mais altas de adesão foram obtidas com as maiores pressões e que a pressão elevada do ar não parece afetar as características estruturais do material restaurador ^(5,7), outros verificaram que o aumento desta pressão pode provocar trincas e consequente mudança de fase, aumentando o conteúdo da fase monoclinica da zircônia ⁽¹⁵⁾.

Neste trabalho, o jateamento com óxido de alumínio na Y-TZP realizado antes da sinterização obteve uma adequada rugosidade na superfície da amostra, com uma pressão menor (20 psi) que a utilizada usualmente após sinterização (60 psi). Além disso, as possíveis trincas e conteúdo monoclinico formados pelo jateamento, podem ser corrigidos com o aumento da temperatura no momento da sinterização ⁽¹⁵⁾. Nas amostras jateadas e silicatizadas após sinterização (grupo 2) apresentaram pequenas trincas em sua microestrutura (fig. 7), o mesmo não foi verificado nas amostras jateadas com alumina antes da sinterização e silicatizadas após sinterização (grupo 1).

A microscopia eletrônica de varredura mostrou uma maior deposição de sílica na superfície das amostras do grupo 1 alumina e Rocatec (pré-sinterização), quando comparada às do grupo 2 alumina e Rocatec (pós-sinterização), o que promove o aumento na força de união entre a cerâmica Y-TZP e o agente cimentante que contenha monômeros fosfatados.

CONCLUSÕES

O presente estudo nos permitiu concluir que o jateamento com alumina realizado na superfície das cerâmicas Y-TZP antes da sinterização, promoveu uma adequada rugosidade em sua microestrutura e uma deposição de sílica de forma regular e homogênea após silicatização com Rocatec, podendo promover um aumento na força de união entre a cerâmica Y-TZP e o agente cimentante resinoso.

REFERÊNCIAS

1. TEIXEIRA, L.H. P.; SANTOS, C.; DAGUANO, J. K. M. F.; KOIZUMI, M. H.; ELIAS, C. N. Sinterização e propriedades mecânicas do compósito Y-TZP/ Al_2O_3 . **Cerâmica**, v.53, p. 227-33, 2007.
2. MAIR, L.; PADIPATVUTHIKUL, P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. **Dental Materials**, v.26, p.e17–e23, 2010.
3. BUONOCORE, M. G. A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. **J Dent Res**, v.34, p.849-53, 1955.
4. SCAFFA, P. M. C. **Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união de um cimento resinoso à zircônia**. Bauru, USP, 2009, 93 p. Dissertação (Mestrado) – Curso de Pós-graduação da Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo, Bauru, 2009.
5. CONRAD, H. J.; SEONG, W.; PESUN, I. J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **J Prosthet Dent**, v.98, p.389-404, 2007.
6. CAVALCANTI, A. N. et al. Evaluation of the Surface Roughness and Morphologic Features of Y-TZP Ceramics after Different Surface Treatments. **Photomedicine and Laser Surgery**, v.27, n3, p.473–9, 2009.
7. HEIKKINEN, T. T.; LASSILA, L. V. J.; MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. **Acta Odontologica Scandinavica**,; v.65, p. 241-248, 2007.
8. Bargui N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. *Compendium Cont Educ*, v. 8, n. 21, p. 659-64, 2000.
9. ZHANG, Y.; LAWN, B. R.; REKOW, E. D.; THOMPSON, V. P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**; v. 71, n.2, p. 381-6, 2004.
10. ZHANG, Y.; LAWN, B. R.; REKOW, E. D.; THOMPSON, V. P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v.71, n.2, p.381-6, 2004.
11. GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; RINGER, S. P.; SWAIN, M. V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia based dental ceramics. **Dent Mater**, v.20, n.5, p. 449-56, 2004.
12. LUTHARDT, R. G.; HOLZHUTER, M.; SANDKUHL, O.; HEROLD, V.; SCHNAPP, J. D.; KUHLSCH E. et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. **J Dent Res**, v. 81, n. 7, p. 487-91, 2002.
13. ÖZCAN M.; VALLITTU P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dental Materials**, v.19, p.725–31, 2003.

14. VALANDRO L. F.; ÖZCAN M.; AMARAL R.; VANDERLEI A.; BOTTINO M. A. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. **Dental Materials Journal**, v.27, n.6, p.849-55, 2008.
15. GUAZZATO M.; QUACH L.; ALBAKRY M.; SWAIN M.V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. **Journal of Dentistry**, v.33, p. 9-18, 2005.

ANALYSIS OF THE SUBSTRUCTURE OF Y-TZP CERAMICS ACCORDING TO ALUMINUM OXIDE BLASTING BEFORE AND AFTER SINTERING.

SUMMARY

*The objective of this study was to evaluate the microstructure of a ceramic based on yttria stabilized zirconia (Y-TZP) against blasting with aluminum oxide and its effect on sintering. 25 blocks pre-sintered Y-TZP were obtained. Ten samples were blasted with alumina and then all samples were sintered and divided into groups: **Control** - no treatment; **G1 alumina** - blasted with alumina and sintered; **G1 alumina and Rocatec** – blasted alumina, sintered and Rocatec; **G2 alumina** - sintering, alumina blasting; **G2 alumina and Rocatec** - sintering, alumina blasting and Rocatec. The samples were evaluated according to scanning electron microscopy. Qualitative analysis showed that the treated samples had an increase in surface texture, and the group “G1 alumina and Rocatec” showed regular and homogeneous incorporation of silica. It was concluded that the treatment of the surface before sinterization is a good alternative for the bond strength between the Y-TZP and cements.*

Keywords: Ceramics, Alumina, interface bonding