

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS**

ALESSANDRO BRITO THOMAZ

**PINTURA ELETROSTÁTICA DA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA E
INFLUÊNCIA NA TRANSLUCIDEZ E ADESÃO AO CIMENTO RESINOSO**

**RIO DE JANEIRO
2023**

ALESSANDRO BRITO THOMAZ

PINTURA ELETROSTÁTICA DA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA E
INFLUÊNCIA NA TRANSLUCIDEZ E ADESÃO AO CIMENTO RESINOSO

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(es): Carlos Nelson Elias, D.C.
Claudinei dos Santos, D.C.

Rio de Janeiro

2023

©2023

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Thomaz, Alessandro Brito.

PINTURA ELETROSTÁTICA DA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA E INFLUÊNCIA NA TRANSLUCIDEZ E ADESÃO AO CIMENTO RESINOSO

/ Alessandro Brito Thomaz. – Rio de Janeiro, 2023.

102 f.

Orientador(es): Carlos Nelson Elias e Claudinei dos Santos.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência e Engenharia de Materiais, 2023.

1. Zircônia; Pintura eletrostática; Caracterizações físicas; Adesão; Translucidez. i. Nelson Elias, Carlos (orient.) ii. Santos, Claudinei dos (orient.) iii.

Título

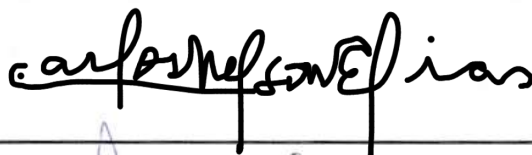
ALESSANDRO BRITO THOMAZ

**PINTURA ELETROSTÁTICA DA ZIRCÔNIA
ODONTOLÓGICA E INFLUÊNCIA NA TRANSLUCIDEZ
E ADESÃO AO CIMENTO RESINOSO**

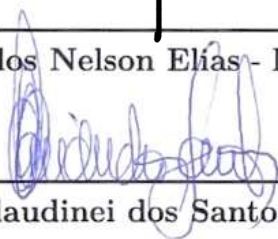
Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(es): Carlos Nelson Elias e Claudinei dos Santos.

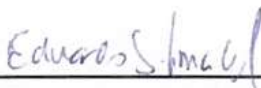
Aprovada em 14 de dezembro de 2023, pela seguinte banca examinadora:



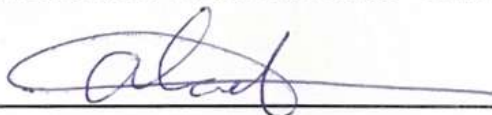
Prof. Carlos Nelson Elias - D.C. do IME - Presidente



Prof. Claudinei dos Santos - D.C. da UERJ-FAT



Prof. Eduardo de Sousa Lima - D.C. do IME



Prof. Alaeson Vieira Gomes - D.C. do IME



Prof. José Vítor Cândido de Souza - D.C. da UNESP-FEG

Prof. José Eduardo Vasconcellos Amarante - D.C. da UFF-ISNF

Rio de Janeiro

2023

Dedico este trabalho, com emoção e gratidão eterna, ao meu amado Pai e Senhor, Deus, ao meu amado Irmão Maior, Jesus Amigo, Síntese do Bem de Deus na nossa querida Terra, aos meus amados Amigos Espirituais, que me sustentaram em todos os momentos dessa valorosa caminhada no extraordinário Instituto Militar de Engenharia, que jamais pensei trilhar, aos meus amados Pais, José Ailton Thomaz e Edinalva Brito Thomaz, à minha amada Esposa, Luciana von Randow Barra Thomaz e aos meus amados filhos, Gabriel Delanne von Randow Barra Thomaz e Diego von Randow Barra Thomaz, aos meus amados Sogros, José Carlos Barra Portes (na Pátria Espiritual) e Luzmar von Randow Portes, aos meus amados Irmãos, Andréa Brito Thomaz Jacob, Anderson Brito Thomaz e Alessandra Brito Thomaz, e aos meus amados Amigos, D. Isabel Salomão de Campos e Dr. João de Freitas.

AGRADECIMENTOS

A Deus, Pai Sublime de Amor e Misericórdia, pela benção da oportunidade da minha reencarnação.

A Jesus Amigo, nosso Sublime Irmão e Mestre, Síntese de minha vida. Aos Nobilíssimos e amados Amigos Espirituais, Faróis a me iluminarem a caminhada de progresso espiritual.

Aos meus amados Pais, José Ailton Thomaz e Edinalva Brito Thomaz, que sempre me ofereceram o melhor de si mesmos, com Amor, Renúncia e Confiança em meus passos.

Ao Amor da minha vida, minha amada Esposa Luciana von Randow Barra Thomaz, pelo seu Amor infinito, equilíbrio, fortaleza e paz constante para o meu espírito. Pela sua inteligência, coragem e nobreza singular, acreditando em minha capacidade e me fortalecendo com a sua segurança espiritual perante os desafios que enfrentei. Sem o seu auxílio imprescindível, eu não chegaria ao término desse trabalho.

Aos outros dois Amores de minha vida, meus amados filhos Gabriel Delanne von Randow Barra Thomaz e Diego von Randow Barra Thomaz, pelo Amor de seus nobres espíritos, me auxiliando e incentivando com alegria e entendimento frente aos desafios que enfrentei, me fortalecendo com o carinho de suas nobres inteligências, a confiança, compreensão e estímulo para a vitória no Doutorado.

Ao meu querido Sogro José Carlos Barra Portes (na Pátria Espiritual), e a minha querida Sogra Luzmar von Randow Portes, pelo amor, apoio, confiança e estímulo que sempre me iluminaram.

À querida Amiga, D. Isabel Salomão de Campos, pelas suas sublimes vibrações de Amor e Auxílio, amparando-me e protegendo-me com carinho, e pela orientação da Doutrina Espírita que ilumina e fortalece o meu espírito para a eternidade com os seus exemplos incansáveis no Trabalho de Jesus, em sua caminhada inspiradora no Bem de 99 janeiros.

Aos meus exemplares e extraordinários Orientadores, o nobre Prof. Dr. Carlos Nelson Elias e o nobre Prof. Dr. Claudinei dos Santos, com quem tive a honra de aprender com os seus ensinamentos e orientações de verdadeiros Missionários da Ciência. Com suas inteligências notáveis e nobres corações, acreditaram em mim, me auxiliando com competência, carinho, generosidade, dedicação, entusiasmo e paciência diante de minhas limitações, ensinando-me e estimulando-me ao aprendizado do raciocínio científico, ouvindo com nobreza e carinho as minhas constantes ideias, para a minha conquista do Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, no querido e extraordinário Instituto Militar de

Engenharia. Muitíssimo obrigado!

Aos nobilíssimos, inspiradores e valorosos Professores das minhas disciplinas do Doutorado, os quais tive a grande honra de aprender com suas aulas notáveis, inspiradoras e inesquecíveis, enobrecendo com seus competentes esforços, a trajetória pioneira de excelência da pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais do nosso querido Instituto Militar de Engenharia, desenvolvida com tanto esmero pelo nobre e notável Professor Waldimir Pirró e Longo, a quem também homenageio.

Aos nobres Comandantes do Instituto Militar de Engenharia, Senhor General de Brigada Armando Morado Ferreira e ao Senhor General de Brigada Juraci Ferreira Galdino, os quais tive a grande honra de estar sob as suas dignas, competentes e valorosas direções.

Aos nobres Coordenadores da Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, o valoroso Professor Cel Wagner Anacleto Pinheiro e a valorosa Professora Andersan dos Santos Paula, os quais tive a grande honra de estar sob as suas competentes coordenações e nobres auxílios.

Ao nobre Professor Dr. Ronaldo Sérgio de Biasi, pelo valoroso auxílio na correção da tradução para a língua inglesa do meu artigo aceito na Revista JMR&T.

Ao querido amigo Celso Renato de Souza Resende, que acreditou e me ajudou para que desenvolvesse a minha ideia e projeto no Doutorado em Ciência dos Materiais.

Aos queridos amigos da empresa ProtMat em Juiz de Fora MG, em especial aos amigos Heraldo Elias Salomão dos Santos e Celso Renato de Souza Resende, pelo auxílio inestimável, disponibilizando todas as amostras de zircônia e a infraestrutura da empresa ao meu trabalho. Ao amigo Gilmar Da Dalt Tostes, do Laboratório de Prótese Da Dalt Souza, em Juiz de Fora MG, pela ajuda na confecção das primeiras amostras de zircônia.

Ao querido amigo Eng. Helton César Lourenço de Godói, da HS Pintura Eletrostática, de Santa Bárbara d'Oeste SP, pelas primeiras e imprescindíveis pinturas nas amostras de zircônia.

Aos amigos Eng. Marcelo Brunelli Camargo, Eduardo Cernic e funcionários da CETEC Equipamentos para Pintura e transferência de fluidos, em Barueri SP, pelo nobre auxílio nas pinturas eletrostáticas.

Aos nobres amigos Edson Marino e Ronaldo Bolela Pedroso, representantes em São Paulo SP e da Região Sudeste, da WEG Tintas Industriais, pela colaboração em disponibilizar com a Matriz da WEG em Guaramirim SC, as amostras de tintas em pó eletrostáticas, com presteza e disponibilidade.

Ao prezado Eng. Bianco Gallazzi da Silva Leite, da Escola de Engenharia de Piracicaba (EEP), em Piracicaba SP, pelo auxílio na medição de espessuras de amostras de zircônia pintadas.

Aos queridos e nobres amigos Guilherme Cerqueira e Lyse Cerqueira, pela acolhida em seu lar em minha chegada ao Rio de Janeiro para o Doutorado.

Aos prezados Secretários da SE/8, pelo competente trabalho administrativo.

Aos colegas pós-doutorandos, Andreza Menezes de Lima, pelo auxílio na metalização das amostras de zircônia e Guilherme Monteiro Torelly, pelo auxílio nas análises de interferometria óptica.

A todos os meus colegas do Laboratório de Biomateriais e da pós-graduação, que compartilharam com apoio mútuo, fortalecidos no companheirismo, vencendo juntos todos os grandes desafios que enfrentamos nessa caminhada de aprendizado.

Aos funcionários civis e militares, dos valorosos Departamentos e Chefias do Instituto Militar de Engenharia, pela atenção e gentileza sempre presentes.

Ao Dr. José Umberto Castello Branco De Luca, da Clínica De Luca, no Rio de Janeiro, pela amizade em disponibilizar a placa de dentina sintética NG-10 da minha pesquisa.

Ao Professor Virgílio de Carvalho dos Anjos e seus alunos de pós-graduação, do Departamento de Física da Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), em Juiz de Fora MG, pela disponibilidade na realização de ensaios de Espectroscopia.

Ao colega Roberto Hirsch Monteiro, pela atenção nas análises de Fluorescência de Raios X de minhas amostras.

À Professora Dra Talita Gama de Sousa, pela atenção nas análises de difração de raios X de minhas amostras.

Ao Professor Dr. Rodrigo Félix de Araújo Cardoso, do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), pela disponibilidade e presteza fornecida na metalização de minhas amostras.

Às pós-doutorandas do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), Dra Juciane Maria Alves e Dra Raquel Pires Gonçalves, pelo auxílio na metalização de amostras de zircônia pintadas.

À prezada amiga, Dra Emília dos Santos Monteiro, pela sua ajuda valiosa no Latex.

Ao Sr. Leonardo Francisco da Cruz, tecnologista do Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, pelo seu auxílio nos ensaios de cisalhamento e de dureza Vickers.

Aos nobres amigos pesquisadores MSc Gabriel Siqueira Machado e Diogo de Oliveira Padrão, do laboratório do Núcleo Interdisciplinar de Dinâmica dos Fluidos (NIDF), do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia, da Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE-UFRJ), pela valorosa contribuição

das análises de microscopia eletrônica de varredura, de EDS e de difração de Raios X.

Ao colega Patrick Lima Gomes, pela valorosa contribuição nos desenhos computacionais e nas medidas de translucidez.

Ao Professor Dr. Bruno Xavier Freitas da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI), em Itajubá MG, pela contribuição do refinamento de Rietveld das amostras de zircônia.

À Capes, pelo valoroso auxílio financeiro da minha bolsa de estudos Capes-Proex.

Aos nobres e valorosos Professores membros da Banca Examinadora, por aceitarem o convite e por disponibilizarem seus preciosos tempos na avaliação de minha pesquisa.

Não existe milagre. Existe trabalho e progresso. Felicidade é consequência.

D. Isabel Salomão de Campos

Sobre a Ciência

Acredito na intuição e na inspiração. Às vezes tenho certeza de que estou certo, mas não sei o motivo. Quando o eclipse de 1919 confirmou minha intuição, não fiquei nem um pouco surpreso. Na verdade, eu teria ficado surpreso se o resultado tivesse sido outro. A imaginação é mais importante do que o conhecimento. Pois o conhecimento é limitado, enquanto a imaginação abrange o mundo inteiro, estimulando o progresso, dando origem à evolução. Ela é, a rigor, um fator real na pesquisa científica.

Albert Einstein

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi desenvolver um método inédito de pintura eletrostática da zircônia estabilizada com ítria (3Y-TZP) para aumentar a adesão à dentina. A 3Y-TZP é usada na fabricação de próteses dentárias por sistemas CAD-CAM. As amostras de 3Y-TZP (15 x 10 x 4 mm) sinterizadas foram caracterizadas por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e densidade relativa. Três grupos de amostras de 3Y-TZP (sem tratamento de superfície, jateadas com óxido de alumínio e atacadas com HF 10%) foram pintadas com dois tipos de tinta em pó (epóxi e poliéster). Após a pintura, as amostras foram atacadas com HF 10% e aplicado uma camada de adesivo Single Bond Universal com MDP (10-metacrilóiloxidecil-dihidrogênio-fosfato). As amostras de 3Y-TZP foram unidas à dentina sintética NG-10 (Nema Classe G-10) com cimento resinoso auto adesivo. A resistência da união da zircônia ao NG-10 foi quantificada por ensaios de cisalhamento. A menor resistência ao cisalhamento foi da zircônia sem tratamento da superfície e sem pintura ($3,51 \pm 1,13$ MPa). A maior resistência ao cisalhamento foi da zircônia pintada com tinta epóxi e sem tratamento de superfície ($15,57 \pm 4,21$ MPa). Os ensaios biológicos das amostras após a pintura mostraram que os revestimentos com pintura eletrostática com as tintas epóxi e poliéster são biocompatíveis. O método de pintura eletrostática desenvolvido aumenta significativamente a união da zircônia.

Palavras-chave: Zircônia; Pintura eletrostática; Caracterizações físicas; Adesão; Translucidez.

ABSTRACT

The aim of this study was to develop a new method of electrostatically coating yttria-stabilized zirconia (3Y-TZP) to increase adhesion to dentin. 3Y-TZP is used in the manufacture of dental prostheses using CAD-CAM systems. The sintered 3Y-TZP samples (15 x 10 x 4 mm) were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and relative density. Three groups of 3Y-TZP samples (without surface treatment, blasted with aluminum oxide and attacked with 10% HF) were painted with two types of powder paint (epoxy and polyester). After painting, the samples were attacked with 10% HF and a layer of Single Bond Universal adhesive with MDP (10-methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphate) was applied. The 3Y-TZP samples were bonded to NG-10 synthetic dentin (Nema Class G-10) with self-adhesive resin cement. The bond strength of zirconia to NG-10 was quantified by shear tests. The lowest shear bond strength was found for zirconia without surface treatment or painting (3.51 ± 1.13 MPa). The highest shear strength was for zirconia painted with epoxy paint and without surface treatment (15.57 ± 4.21 MPa). The biological tests on the samples after painting showed that the electrostatic paint coatings with epoxy and polyester paints are biocompatible. The electrostatic coating method developed significantly increases the bonding of zirconia.

Keywords: Zirconia; Electrostatic painting; Physical Characterizations; Adhesion; Translucency.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Desenho esquemático de coroa de zircônia pintada internamente com tinta eletrostática e cimentada ao dente com cimento resinoso dental.	24
Figura 2 – Diagrama de fases $ZrO_2-Y_2O_3$	26
Figura 3 – Padrão da nuvem de pó em pintura eletrostática método Corona a pó.	33
Figura 4 – Esquema da pistola corona que aplica alta tensão ao eletrodo para produzir descarga e campo elétrico. As partículas são carregadas pelo campo elétrico com a adsorção de íons.	34
Figura 5 – Bloco de zircônia Y-TZP pré-sinterizado.	39
Figura 6 – Fluxograma das atividades desenvolvidas.	40
Figura 7 – a) Amostras de zircônia 3Y-TZP cortadas e pré-sinterizadas; b) Amostras de zircônias 3Y-TZP cortadas e sinterizadas.	41
Figura 8 – Locais definidos para medir as dimensões e calcular as áreas das amostras após a sinterização. Medidas em 3 pontos da largura L1, L2 e L3, e em 2 pontos do comprimento C1 e C2 de cada amostra. Fonte: Autor (2023).	41
Figura 9 – Dispositivo desenvolvido, em operação de jateamento de óxido de alumínio na zircônia	45
Figura 10 – Sinalização das áreas para o ataque ácido no revestimento de tinta em pó na zircônia (1) e ataque do revestimento de tinta com HF 10% Condac (2)	45
Figura 11 – Amostra de NG-10® cimentados na zircônia revestida por tinta epóxi e poliéster (1). Feito pincelamento de adesivo Single Bond Universal (2) no NG-10® e nesses revestimentos de tintas pintados na zircônia. A cimentação foi feita com cimento resinoso seT PP (3).	45
Figura 12 – Difratométricos de raios X utilizados nas caracterizações cristalográficas.	48
Figura 13 – Microscópios eletrônicos de varredura utilizados nesse trabalho.	49
Figura 14 – Microdurômetro Vickers utilizado nesse trabalho.	50
Figura 15 – Máquina de ensaios universal utilizado na realização desse trabalho.	51
Figura 16 – Desenho esquemático (vista lateral) da força de cisalhamento aplicada na zircônia sinterizada revestida por tinta eletrostática em pó epóxi ou poliéster, cimentada com cimento resinoso seT PP no NG-10.	51
Figura 17 – Ensaio de cisalhamento com EMIC DL-10000 da união zircônia-NG-10®	52
Figura 18 – Rugosímetro por interferometria óptica utilizado nesse trabalho.	52
Figura 19 – Detalhes do espectrofotômetro e dos suportes desenvolvidos em impressora 3D para criação de padrão de fundo branco e fundo preto, nas medidas de cor.	54
Figura 20 – Difrátograma da tinta epóxi.	58

Figura 21 – Micrografias de microscópio eletrônico de varredura da tinta em pó epóxi nas ampliações 1) 100x; 2) 150x; 3) 400x 4) 500x; 5) 800x; 6) 1200x.	59
Figura 22 – Difratoograma da tinta poliéster.	60
Figura 23 – Micrografias de microscópio eletrônico de varredura da tinta em pó poliéster. Ampliações: 1) 100x; 2) 400x; 3) 500x 4) 1000x; 5) 1200x; 6) 1800x.	61
Figura 24 – Mapeamento e espectro por EDS da tinta em pó epóxi utilizada na pintura eletrostática da zircônia.	63
Figura 25 – Mapeamento e espectro por EDS da tinta em pó poliéster utilizada na pintura eletrostática da zircônia.	64
Figura 26 – Densidade relativa das amostras pré-sinterizadas e após sinterização a 1530°C-2h.	67
Figura 27 – - (a) Difratoograma de raios X; (b) morfologia representativa da zircônia Y-TZP sinterizada a 1550 °C por 2 h.	69
Figura 28 – (a) Dureza e tenacidade à fratura das amostras de zircônia sinterizadas, b) típicas indentações Vickers e detalhes das trincas nos vértices de indentações.	70
Figura 29 – Resistência ao cisalhamento da união da zircônia à dentina sintética NG-10.	71
Figura 30 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C1. Ra- 0,500 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria.	74
Figura 31 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C2. Ra- 0,551 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria.	74
Figura 32 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C3. Ra- 0,581 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria.	74
Figura 33 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C1, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,078 µm; Rq- 0,200 µm.	75
Figura 34 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C2, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,086 µm; Rq- 0,231 µm.	75
Figura 35 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C3, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,082 µm; Rq- 0,202 µm.	76
Figura 36 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C1, após ataque HF 10% 60 s. (PE) Ra- 0,080 µm; Rq- 0,239 µm.	76
Figura 37 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C2, após ataque HF 10% 60 s. (PE) Ra- 0,090 µm; Rq- 0,307 µm.	77

Figura 38 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C3, após ataque HF10% 60 s. (PE) Ra- 0,075 μm ; Rq- 0,280 μm	77
Figura 39 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C1, sem ataque HF10% 60 s (PP). Ra- 0,532 μm ; Rq- 1,692 μm	78
Figura 40 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C2, sem ataque HF 10% (PP). Ra- 0,675 μm ; Rq- 1,082 μm	78
Figura 41 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C3, sem ataque HF 10% (PP). Ra- 0,671 μm ; Rq- 2,132 μm	79
Figura 42 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C1 após ataque HF 10% (PP). Ra- 0,772 μm ; Rq- 2,441 μm	79
Figura 43 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C2, após ataque HF10% 60 s (PP). Ra- 0,723 μm ; Rq- 2,070 μm	80
Figura 44 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C3, após ataque HF10% 60 s.(PP). Ra- 0,918 μm ; Rq- 2,627 μm	80
Figura 45 – Morfologia da superfície da zircônia após pintura com tinta epóxi e ataque com HF 10% do revestimento. (a) ataque com HF 10% durante 1 minuto. (b) ataque com HF 10% durante 2 minutos. Imagem MEV.	81
Figura 46 – Razão de contraste das amostras de zircônia 3Y-TZP em função do tempo de aplicação da pintura eletrostática.	83
Figura 47 – Resultados estatísticos de Weibull: a) probabilidade de falha x resistência ao cisalhamento; b) Diagrama de Weibull da adesão da zircônia ao polímero NG-10 em testes de cisalhamento.	84
Figura 48 – Seção transversal da superfície de zircônia pintada por 7 segundos em diferentes amostras.	85
Figura 49 – Morfologia da superfície das amostras do grupo controle (SP) após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 5000 x, (b) 8000 x.	88
Figura 50 – Morfologia da superfície das amostras do grupo PE após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 250 x, (b) 2500x, (c) 8000 x.	88
Figura 51 – Morfologia da superfície das amostras do grupo HFPE após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 5000x, (b) 8000x, (c) 10000 x.	89
Figura 52 – Morfologia da superfície das amostras do grupo JPE após o ensaio de cisalhamento.. Aumento: (A) 2500 x, (B) 5000 x, (C) 8000 x.	89

Figura 53 – Medidas de cisalhamento iniciais dos grupos SP a JPE.	98
Figura 54 – Medidas das dimensões das amostras e tensão de cisalhamento máximo para a fratura da adesão da zircônia. Fonte: Autor (2023).	99
Figura 55 – Indentações de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta epóxi. Fonte: Autor (2023).	100
Figura 56 – Indentações de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta poliéster. Fonte: Autor (2023).	101
Figura 57 – Indentações de Dureza Vickers na zircônia 3Y-TZP. Fonte: Autor (2023).	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades e composição química nominal usado no presente trabalho. Fonte: Dados do fabricante ProtMat.	39
Tabela 2 – Parâmetros de sinterização das amostras de zircônia Soft HT 38% Recomendação do fabricante. Fonte: ProtMat.	39
Tabela 3 – Designações dos grupos das amostras e procedimento de preparação das superfícies das amostras.	42
Tabela 4 – Método de Classificação da reatividade para Eluição (ISO 10993-5:2009) Fonte: Autor (2023).	57
Tabela 5 – Resultado refinamento de Rietveld realizado nas tintas epóxi e poliéster utilizados na pintura eletrostática. Fonte: Autor (2023).	62
Tabela 6 – Fluorescência de raios X das tintas epóxi e poliéster. Autor (2023) . . .	65
Tabela 7 – Parâmetros da rugosidade Ra e Rq das amostras antes da pintura (SP), após a pintura (PE e PP) e após o ataque ácido do revestimento (PEHF e PPHF).	73
Tabela 8 – Resistência ao cisalhamento de adesão da zircônia à dentina sintética (NG-10) antes e depois de diferentes protocolos de tratamento de su- perfície propostos e parâmetros de Weibull.	85
Tabela 9 – Tensões de cisalhamento dos grupos SP, PE, HFPE e JPE. Fonte: Autor (2023).	99
Tabela 10 – Medidas de microdureza Vickers na superfície pintada epóxi. Fonte: Autor (2023).	100
Tabela 11 – Medidas de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta poliéster. Fonte: Autor (2023).	100

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ATCC	American type culture collection
Bis-GMA	Bisphenol A-glycidyl methacrylate
BPL	Boas práticas de laboratório
CGCRE	Coordenação geral de acreditação
cm ²	Centímetro quadrado
CO ₂	Dióxido de carbono
DE	Diretor de estudo
DICLA	Divisão de acreditação para laboratórios
EPI	Equipamentos de proteção individual
Er:YAG	Erbium doped yttrium aluminium garnet
F	Formulário
FRP	Fiber reinforced plastic
g	grama
GIT	Gerente da instalação Teste
GL	Geral de laboratório
GQ	Garantia da qualidade
HF	Ácido hidrófluorídrico
IME	Instituto Militar de Engenharia
ISO	International Organization for Standardization
IT	Instalação Teste ou Item de Teste produto/amostra que será testado
ITR	Instrução de Trabalho
MDP	10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogen-phosphate
MEM	Minimum essential medium (Meio de Cultura Essencial Mínimo)
MEV	Microscopia eletrônica de varredura

mL	mililitro
mm	milímetro
MPa	Mega Pascal
Nd:YAG	Neodymium doped yttrium aluminium garnet
NG-10	Nema classe G-10
NIT	Norma Inmetro técnica
OECD	Organization for Economic Cooperation and Development
PBS	Phosphate buffered saline (Solução salina tamponada de fosfato)
PVC	Polyvinyl chloride
Ra	Rugosidade média
Rq	Rugosidade quadrática média
RU	Resistência de união
SIE	Selective Infiltration Etching
TBS	Tensile Bond Strength
TZP	Zircônia parcialmente estabilizada
VOC	Volatile Organic Compounds

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
®	Marca registrada
mJ	Mili Joule
W	Watt
RPM	Rotação por minuto
kV	Kilovolt
mM	Mili molar
% (v/v)	Porcentagem volume-volume
g/mL	Grama por mililitro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	22
1.1	OBJETIVO GERAL	24
1.1.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	24
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	25
2.1	ZIRCÔNIA	25
2.2	ADESIVIDADE DA ZIRCÔNIA	27
2.3	PINTURA ELETROSTÁTICA COM TINTA EM PÓ	31
2.4	TINTA EM PÓ PARA PINTURA ELETROSTÁTICA	34
3	MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1	CORTE E PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS 3Y-TZP	38
3.2	TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E CIMENTAÇÃO	42
3.3	TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE COM HF 10%	43
3.4	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE COM JATEAMENTO	44
3.5	PINTURA ELETROSTÁTICA	44
3.6	ADESÃO DA ZIRCÔNIA AO NG-10	46
3.7	CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA	47
3.7.1	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE RELATIVA	47
3.8	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	48
3.9	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	48
3.10	ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	49
3.11	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)	49
3.12	MICRODUREZA VICKERS DA ZIRCÔNIA E DO REVESTIMENTO	50
3.13	ENSAIO DE CISALHAMENTO	50
3.14	RUGOSIDADE 3D	51
3.15	TRANSLUCIDEZ	52
3.16	ANÁLISE DE CITOTOXICIDADE	55
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
4.1	CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA E MICROESTRUTURAL DAS TINTAS EM PÓ EPÓXI E POLIÉSTER	58
4.1.1	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X	65
4.1.2	AVALIAÇÃO BIOLÓGICA DAS TINTAS - CITOTOXICIDADE	65
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE ZIRCÔNIA	66
4.2.1	DENSIDADE RELATIVA	66

4.2.2	CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA E MICROESTRUTURAL	67
4.3	RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO	71
4.4	ANÁLISE DA RUGOSIDADE 3D DAS SUPERFÍCIES DE ZIRCÔNIA	72
4.5	PROPRIEDADES ÓPTICAS DA ZIRCÔNIA PINTADA COM TINTA EPÓXI	82
4.6	RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DOS GRUPOS EPÓXI	83
5	CONCLUSÃO	90
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	91
	REFERÊNCIAS	92
	ANEXO A – MEDIDAS DE CISALHAMENTO E MICRODUREZA	98

1 INTRODUÇÃO

A zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) é um material cerâmico policristalino com resistência mecânica e tenacidade à fratura superiores aos demais materiais cerâmicos. Estas propriedades são associadas à sua capacidade de apresentar transformação de fase tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) induzida por tensão (1). Na Odontologia, utiliza-se a Y-TZP com 3% mol de ítria (3Y-TZP) na fabricação de próteses cerâmicas (2). A zircônia é um material polimórfico que tem 3 estruturas cristalinas: monoclinica (M), tetragonal (T) e cúbica (C). Em sua forma pura, a zircônia é monoclinica entre a temperatura ambiente e 1170°C. Acima desta temperatura transforma-se em tetragonal e acima de 2370°C a fase estável é a cúbica (3).

Entre as cerâmicas, a zircônia tem vantagens peculiares em relação aos outros materiais. O mecanismo de tenacificação por transformação de fases por tensão a diferencia de outros cerâmicos. Entre algumas de suas características podemos citar: boa estabilidade dimensional e química, alta resistência mecânica e tenacidade e módulo de Young próximo ao aço inoxidável. Durante o resfriamento, a transformação de fase tetragonal para monoclinica ocorre na faixa de 1100°C gerando uma expansão de volume de cerca de 3-4%. Em função da taxa de resfriamento e da tensão gerada na transformação de fase monoclinica para tetragonal pode ocorrer a geração de trincas (4). No entanto, para manter a integridade da zircônia na temperatura ambiente sem gerar trincas, a zircônia deve ser sinterizada e resfriada lentamente. A Y-TZP normalmente é utilizada com a adição de agentes de estabilização (Y_2O_3) da fase tetragonal a temperatura ambiente. Quando estabilizada com 2-3 mol% de Y_2O_3 , a Y-TZP mantém a estrutura quase que totalmente tetragonal e torna-se metaestável. Além disso, através do mecanismo de tenacificação por transformação da fase, tetragonal para monoclinica por tensão, minimiza a propagação de microtrincas e melhora a tenacidade à fratura. Durante a transformação, as expansões volumétricas dos grãos monoclinicos comprimem as trincas que tendem a neutralizar o avanço da ponta da trinca (5).

A desvantagem do uso da zircônia em próteses dentárias está associada à baixa resistência ao cisalhamento da união com outros materiais. Na literatura, é citado que o condicionamento com ácido fluorídrico, o jateamento com partículas abrasivas e a aplicação de silanos na superfície das cerâmicas Y-TZP melhoram a resistência da união, mas, mesmo assim, apresentam elevados índices de falhas (6). Estudos anteriores sugerem o emprego de técnicas de cimentação com o uso de adesivos que promovem melhorias na união química da zircônia (ZrO_2). Kern e Wegner(7) citam que os grupamentos éster fosfato (MDP) existentes na composição de alguns cimentos resinosos e primers para metal favorecem a união da zircônia com outros óxidos metálicos. Ao contrário das cerâmicas odontológicas

passíveis de condicionamento com ácido, tais como as vitrocerâmicas, a zircônia Y-TZP é composta de cristais sem a fase vítrea. Portanto, o ácido cria microrretenções nas superfícies internas das peças em Y-TZP ineficientes para melhorar a adesão (8). O jateamento da superfície interna das porcelanas com alumina apresenta resultados controversos. De acordo com Zhang, Pajares e Lawn(9), o jateamento pode criar microtrincas nas superfícies dos cerâmicos e reduzir sua resistência mecânica. Os resultados de Wolfart et al.(10) mostraram que a união da zircônia com outros materiais melhora após o jateamento com óxido de alumínio, devido ao aumento da rugosidade superficial. Moon et al.(11) sugerem que a abrasão com partículas com tamanho médio de $50 \mu m$, a 4 bar é eficaz para a confiabilidade da cerâmica monolítica de zircônia e para a formação de uma adesão forte e duradoura com o cimento resinoso (11).

A pintura eletrostática com pó, entre os revestimentos protetivos, é certamente um dos segmentos mais inovadores dentro do ramo de pinturas. Teve seu início na década de 50 como isolante elétrico, encontrando-se em constante crescimento e desenvolvimento até os dias de hoje. Com a pintura eletrostática com uso de pós é formada uma película termoendurecível com excelente propriedade anticorrosiva, ótima aderência, resistência química e mecânica. Basicamente são usados 5 tipos de componentes da tinta em pó: resinas, agentes de cura, pigmentos, cargas funcionais e aditivos. Destaca-se que não há a adição de solventes orgânicos voláteis (VOC) na tinta em pó (12), possuindo potencial para pinturas de próteses odontológicas, porque não apresentam citotoxicidade (13).

O presente trabalho é o primeiro a analisar a influência da pintura eletrostática com tinta epóxi e poliéster na resistência ao cisalhamento da zircônia unida ao cimento resinoso dental. O objetivo desse trabalho é desenvolver e avaliar o desempenho da pintura eletrostática da zircônia para uso em próteses dentárias. Foram realizados testes de adesão da zircônia à dentina sintética antes e após a pintura. Os testes mecânicos foram complementados com ensaios de biocompatibilidade. Até a presente data, não existem trabalhos semelhantes pelo método proposto. Para justificar a importância da adesão da zircônia à dentina, na Figura 1 é mostrada uma prótese de zircônia. Mostra-se a camada de tinta eletrostática pintada internamente na coroa e a camada de cimento resinoso aderida na tinta e cimentada ao dente.

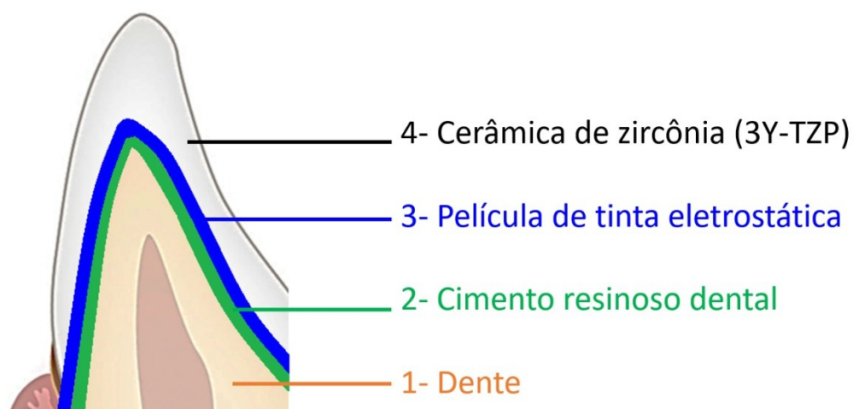


Figura 1 – Desenho esquemático de coroa de zircônia pintada internamente com tinta eletrostática e cimentada ao dente com cimento resinoso dental. Fonte: Autor (2023).

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho é desenvolver e avaliar a viabilidade do uso de uma nova técnica da pintura eletrostática da zircônia 3Y-TZP com tintas em pó (epóxi e poliéster) biocompatíveis para aumentar a adesão físico-química ao cimento resinoso.

1.1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos deste trabalho foram:

- a) Desenvolver a metodologia inédita para revestir a zircônia 3Y-TZP com o uso de pintura eletrostática com tinta em pó epóxi lisa Politherm 34 Nobac branco e com a tinta poliéster microtexturizada Politherm 36 Nobac branco, bactericida e fungicida.
- b) Analisar a morfologia dos revestimentos após a pintura eletrostática com microscópio eletrônico de varredura e difração de raios X.
- c) Quantificar a composição química dos revestimentos com uso da microanálise EDS e fluorescência de raios X.
- d) Quantificar a resistência ao cisalhamento da união da zircônia após a pintura eletrostática.
- e) Avaliar a citotoxicidade das tintas eletrostáticas em pó epóxi e poliéster, para viabilizar suas aplicações dentárias.
- f) Avaliar a opacidade dos revestimentos após a pintura eletrostática e analisar a influência nas propriedades ópticas.

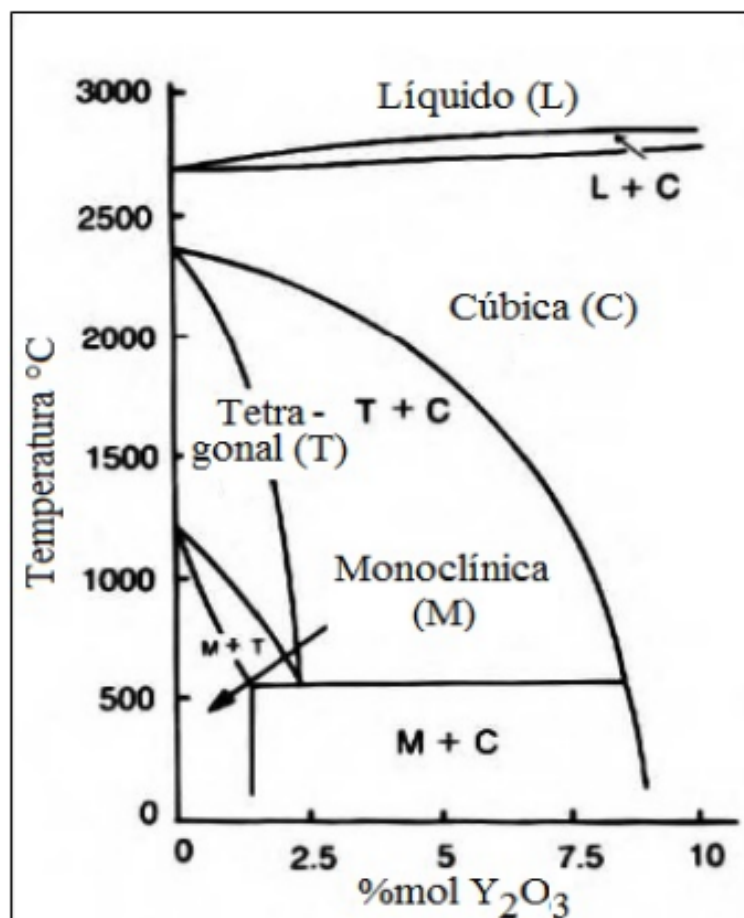
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ZIRCÔNIA

A evolução das pesquisas dos materiais restauradores indiretos, para atender o aumento da exigência estética dos pacientes, levaram ao desenvolvimento de novos materiais. O uso de porcelanas feldspáticas, vitrocerâmicas, compósitos cerâmicos e das cerâmicas policristalinas aumentaram a resistência mecânica das restaurações cerâmicas e revolucionou a sua indicação, alterando os conceitos anteriormente imutáveis. Dentre os materiais cerâmicos, a zircônia tem sido empregada quando há necessidade de maior resistência mecânica nos trabalhos reabilitadores protéticos. A zircônia é um material cerâmico policristalino, que possui resistência mecânica e tenacidade à fratura superior aos demais cerâmicos. Esta característica é devido à sua capacidade de apresentar transformação de fase tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) induzida por tensão. Entre as diversas áreas onde este material pode ser utilizado, pode-se destacar a área biomédica e odontológica, devido à sua ótima biocompatibilidade. Conforme pode-se observar no diagrama de fase da Figura 2, a zircônia pura na temperatura ambiente tem estrutura cristalina monoclinica. Acima de 1173°C até 2370°C, a zircônia tem estrutura tetragonal, e acima de 2370°C até 2680°C, é cúbica. Na Odontologia, seu principal uso é na fabricação de próteses cerâmicas. O óxido de zircônio policristalino parcialmente estabilizado com óxido de ítrio (Y_2O_3) a 3% mol é conhecido como 3Y-TZP. O objetivo da restauração dentária é devolver ao paciente a função mecânica e compor de forma harmoniosa os tecidos perdidos, imitando a estética dos dentes naturais. Com este intuito, porcelanas e vitrocerâmicas foram as primeiras a serem utilizadas em próteses dentárias. A desvantagem desses cerâmicos é a necessidade de recobrir as infraestruturas para obter melhor estética. As cerâmicas a base de óxido de zircônio 3Y-ZTP são usadas na odontologia para substituir as ligas metálicas em infraestruturas de restaurações dentárias. São utilizados sistemas CAD-CAM (Computer Aided Design e Computer Aided Manufacturing) para a usinagem com precisão da peça cerâmica pré-sinterizada e confecção das infraestruturas de zircônia. Nestas aplicações os resultados são esteticamente satisfatórios e clinicamente confiáveis (14).

O dióxido de zircônio foi extraído pela primeira vez do silicato de zircônio, $ZrSiO_4$, pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth (1743-1817), em 1787 (16).

Em 1824, o químico sueco Jöns Jakob Berzelius (1779-1848) foi o primeiro a isolar o zircônio metálico reduzindo K_2ZrF_6 com potássio. Nos 150 anos seguintes, o zircônio, assim como a zircônia, foram considerados mera curiosidade científica sem benefício tecnológico substancial, exceto no uso limitado de zircônia em tijolos pesados para aplicações de alta temperatura e para copos especiais com alto índice de refração. Foi apenas em 1969, que

Figura 2 – Diagrama de fases ZrO₂-Y₂O₃. (15)

surgiu o primeiro estudo científico sobre as excelentes propriedades biomédicas da zircônia (17). Mais tarde foi desenvolvida a zircônia com óxidos como ítrio, cálcio, magnésio e outros para estabilizar a fase tetragonal à temperatura ambiente. Este desenvolvimento possibilitou o uso da zircônia para produzir cerâmica com melhor tenacidade (aço cerâmico) (18).

As cerâmicas policristalinas tetragonais parcialmente estabilizadas (TZP) possuem alta densidade, tamanho de grão pequeno e alta pureza, que garantem excepcional resistência e tenacidade à fratura. Conseqüentemente, tais cerâmicas são usadas para fabricar cabeças esféricas femorais desde a década de 1980 e para a produção de próteses dentárias de todos os tipos, entre elas, incrustações e facetas. Desde a década de 1980, além das análises das propriedades estruturais e mecânicas da zircônia, estudos de sua biocompatibilidade foram realizados, como evidenciado, por exemplo, o trabalho de Garvie, Hannink e Pascoe(19). O seu trabalho incentivou uma série de pesquisas para usar técnicas cada vez mais sofisticadas para avaliar as propriedades dos materiais, e o desempenho biomédico *in vivo* e *in vitro*.

2.2 Adesividade da Zircônia

Clinicamente, fraturas na cerâmica de revestimento e perda de retenção, são complicações frequentes relatadas com as próteses cerâmicas de zircônia. Apesar do uso da zircônia estar definido no mercado odontológico, falta um consenso do melhor protocolo para garantir a adesão entre a superfície cerâmica e o dente. Quando comparados a outros cimentos odontológicos, os cimentos resinosos aumentam a estabilidade, melhor adaptação marginal e resistência à fratura (20).

A zircônia Y-TZP possui baixo percentual da fase vítrea, alta cristalinidade, ausência de sílica em sua estrutura, ácido-resistente e não responde aos métodos tradicionais de silanização usado em outros materiais cerâmicos para melhorar a adesão. O agente de união silano é amplamente utilizado na clínica odontológica, e é constituído por moléculas bifuncionais orgânicas e inorgânicas. As de natureza orgânica reagem com os cimentos resinosos com a formação de oligômeros. As moléculas inorgânicas (reagem com os óxidos metálicos da fase vítrea da cerâmica feldspática e produz ligações siloxanas. As reações dos componentes orgânicos e inorgânicos são responsáveis pela união química cimento/cerâmica (21).

Os métodos tradicionais de tratamento da superfície da zircônia com ácidos para melhorar a adesão não são eficientes. Alguns pesquisadores sugerem a aplicação de primers ou silano à base de MDP e a silicatização. A silicatização é o método de deposição da sílica por meio do jateamento com partículas de alumina modificada com sílica, seguido da silanização (aplicação de silano). Há combinação dos processos de silicatização e silanização.

Os métodos de aumento da rugosidade e revestimento da superfície dos cerâmicos otimizam a superfície e melhoram a força de adesão com cimentos resinosos. Existem, porém, preocupações sobre a seleção do tratamento de superfície mais adequado. Para que haja uma retenção elevada, prevenção de infiltração e aumento da resistência à fratura e fadiga, é importante que as técnicas de adesão sejam otimizadas. Uma forte ligação depende da retenção micromecânica e ligações químicas à superfície cerâmica, o que requer respectivamente rugosidade da superfície e superfície de ativação. Uma desvantagem dessas técnicas é que elas podem criar microtrincas na superfície. Essas falhas agem como locais de iniciação da fratura que diminuem a resistência aparente da falha (22).

A ação do silano não é eficaz no tratamento da zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) porque não induz modificação da superfície. A zircônia possui superfície relativamente apolar e quimicamente estável. Para aumentar a resistência de união entre a zircônia e o cimento resinoso, tratamentos como revestimento de sílica, silanização, uso de monômeros ácido fosfatados dos cimentos, jateamento com alumina, irradiação por lasers Er: YAG, Nd:YAG ou de CO_2 e, mais recentemente, a técnica de infiltração seletiva são utilizados separadamente ou combinados.

O jateamento cria microcavidades na superfície e melhora a molhabilidade. Após este tratamento está indicado a utilizar um primer contendo monômeros fosfatados como o 10-MDP (10-metacrilóiloxidecildihidrogenofosfato). O MDP favorece a ligação iônica estável com a Y-TZP. Mas, caso seja utilizado um sistema multicomponente, a interação entre a molécula MDP e o óxido de zircônio pode ser prejudicial (23). Trabalhos anteriores analisaram a influência dos três tratamentos de superfície: tratamento com ácido fluorídrico, jateamento com óxido de alumínio $110\mu\text{m}$ e jateamento com partículas de sílica $110\mu\text{m}$ (Sistema Rocatec), em diferentes tipos de cerâmica. Foram analisadas a zircônia reforçada por leucita, zircônia infiltrada por vidro, dissilicato de lítio, alumina infiltrada por vidro, alumina a 99,9% e alumina experimental (99,7%). Os resultados mostraram que a resistência da união de um cimento resinoso à base de bisfenol glicidil metacrilato – Bis-GMA, o tratamento com HF apresentou melhor resistência para a colagem das cerâmicas que possuem matriz vítrea (24).

O tratamento com ácido fluorídrico cria rugosidades e microrretenções nas cerâmicas reforçadas por leucita e de dissilicato de lítio, mas foi sem efetividade nas cerâmicas à base de alumina e zircônia. O condicionamento age dissolvendo a fase vítrea das cerâmicas, facilitando a penetração do cimento resinoso através das microrretenções. Concluíram que o tratamento triboquímico aumenta o conteúdo de sílica em cerâmicas com elevado conteúdo cristalino, favorecendo o emprego de um agente silano (25).

O jateamento da superfície com alumina modificada com sílica com tamanho de aproximadamente $30\mu\text{m}$, também chamado de silicatização, é outro tratamento disponível. O tratamento com sílica modifica a superfície cerâmica, criam rugosidades tornando a superfície mais retentiva,. Este procedimento melhora a retenção mecânica entre a cerâmica e o cimento resinoso. A silicatização combinada com agentes silanos permite uma ligação química da zircônia com a resina (26). Esta técnica de tratamento é superior ao jateamento com óxido de alumina. Segundo Castro et al.(27), o grupo jateado com partículas de $30\mu\text{m}$ de alumina modificada com sílica (CoJet Sand, ESPE Dental) apresentou maior força de adesão que o grupo tratado jateado com partículas de $45\mu\text{m}$ de alumina (Polidental Ind. e Com. Ltda.).

Derand, Molin e Kvam(6) investigaram a resistência ao cisalhamento entre a superfície de uma zircônia e um agente cimentante. Eles trataram a superfície da cerâmica com plasma spray, a silanização e fusão de esferas vítreas. O grupo controle e o grupo tratado apenas com silano apresentaram resistência média de 0,8 e 0,4 MPa, respectivamente. Observou-se que a silanização não melhorou a adesão. A aplicação de plasma spray aumentou aproximadamente em três vezes a resistência adesiva quando comparado às superfícies não tratadas (3,5 MPa). A técnica do plasma spray melhora a força de ligação e favorece a união química dos óxidos metálicos com primer contendo MDP por meio de ligações covalentes. Entretanto, o método que resultou nos maiores valores, foi a fusão de esferas

vítreas com média de 11,3 MPa. As microesferas vítreas possuem baixa fusão (720°C), onde o pó é agitado na água, sendo pincelado imediatamente na superfície cerâmica.

Amaral et al.(28) avaliaram o tratamento superficial de zircônia com três jateamentos. O primeiro com óxido de alumínio e partículas de 110 μ m e os outros dois com partículas revestidas por sílica com dimensões de 110 μ m e 30 μ m. Após os tratamentos da superfície das amostras de alumina e zircônia infiltrada por vidro, todas as amostras foram silanizadas e cimentadas em blocos de resina utilizando um cimento resinoso contendo o monômero fosfatado 10-metacrilóxidecila dihidrogênio fosfato (MDP). Concluiu-se que os dois sistemas de silicatização foram superiores ao jateamento com alumina, não havendo diferença estatística significativa entre as dimensões das partículas utilizadas.

Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer(29) avaliaram a resistência de união por meio de microtração da zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP) submetida à ação térmica por infiltração seletiva (SIE) e jateada. O grupo jateado obteve maior resistência adesiva. Concluíram que esse método é confiável por ter estabelecido uma união resistente. A infiltração seletiva (SIE) utiliza um processo por indução de calor na zircônia, para permitir a infiltração de vidro fundido na superfície. O vidro é removido utilizando condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF), criando porosidades, que permitem uma união micromecânica do cimento resinoso. A vantagem da SIE é que envolve apenas os grãos que foram expostos na camada de vidro fundido, admitindo um controle da área a ser condicionada.

Tanaka et al.(30) compararam a eficácia do jateamento da zircônia com partículas de sílica com o jateamento de óxido de alumínio de 30 μ m. Também analisaram a eficácia da aplicação do agente de união silano Espe-Sil (3M/ESPE) e monômero fosfatado 10-metacrilóxidecila di-hidrogênio fosfato – MDP à cerâmica silicatizada, antes e após o envelhecimento artificial. A resistência ao cisalhamento do grupo silicatizado e que recebeu silano e primer com monômero fosfatado MDP foi significativamente superior aos outros grupos. A resistência não diminuiu após envelhecimento artificial. A aplicação do monômero fosfatado MDP em associação com o agente silano sobre a superfície revestida por sílica foi considerado um método promissor para a cimentação das restaurações cerâmicas de zircônia.

Cavalcanti(31) comparou o efeito do tratamento com diferentes intensidades de energia do laser de Er:YAG (200mJ, 400mJ ou 600mJ) e do jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) na rugosidade superficial na Y-TZP. Também investigou a influência de diferentes tratamentos de superfície e primers para metal (sem tratamento, Alloy Primer, Metal Primer II, Metaltite) na resistência de união de dois cimentos resinosos (Panavia F 2.0 e Calibra) à cerâmica Y-TZP. Os resultados mostraram que a irradiação com laser nas intensidades de 400mJ e 600mJ promoveu aumento acentuado da rugosidade superficial, formação de trincas, perda de massa e alteração de cor. A irradiação com

200mJ e o jateamento com partículas de Al_2O_3 induziram menores alterações superficiais que as intensidades do laser mais altas. O jateamento com partículas de Al_2O_3 aumentou a resistência de união para ambos os cimentos resinosos. Os dois cimentos demonstraram comportamento semelhante nos grupos sem tratamento de superfície. Os três primers para metal apresentaram resultados semelhantes, independentemente do tratamento da superfície e do cimento resinoso, e a resistência de união da interface cerâmica/dente aumentou com o seu uso. Concluiu que, apesar da irradiação com 200mJ promover alterações superficiais na zircônia Y-TZP, apenas a associação do jateamento com Al_2O_3 com a aplicação de primers para metal constitui numa técnica efetiva para união de cimentos resinosos.

Foxton et al.(32) testaram a adesão da zircônia ao cimento resinoso após tratamento com laser Er:YAG com irradiação de 200mJ. Os resultados não foram positivos. As amostras tratadas não apresentaram durabilidade de adesão.

Subasi e Inan(33) compararam a influência de diferentes tratamentos de superfície na morfologia e rugosidade da zircônia. Nesse trabalho foi testado Er:YAG 400mJ, recobrimento com sílica e jateamento com alumina modificada com sílica. Os resultados mostraram que todos os grupos modificaram a superfície, mas o jateamento apresentou maior efetividade na criação de retenções mecânicas.

Subasi e Inan(26) testaram o uso da radiação com Er:YAG 400mJ, com associação ou não com o jateamento de óxido de alumínio. Compararam o desempenho da força de adesão com a silicatização e o jateamento com óxido de alumínio sem a radiação. Os resultados não mostraram diferença significativa entre os grupos com o tratamento a laser, sugerindo que as amostras apresentam baixa força de adesão independentemente do cimento resinoso utilizado.

Utiliza-se também o tratamento da zircônia com laser de dióxido de carbono (CO_2). Esse método é comumente utilizado associado ao jateamento da superfície, o que aumentaria a força de adesão ao cimento resinoso(34).

Akyl, Uzun e Bayindir(34) analisaram o uso do tratamento com Nd:YAG (100mJ), Er:YAG (200mJ) e CO_2 (4W). Os grupos submetidos à radiação apresentaram menor força de adesão que os silanizados e jateados com alumina.

Akin et al.(35)), compararam três lasers e o jateamento (120 μ m). O tratamento com radiação CO_2 (4W) e o jateamento apresentaram desempenho inferior ao Er:YAG (150mJ) e Nd:YAG(200mJ).

Kern, Barloi e Yang(36) avaliaram a influência dos tratamentos da superfície da zircônia, com o jateamento e primers cerâmicos na resistência adesiva em longo prazo. Foram realizados testes de tração. Todos os espécimes sem o jateamento e sem o uso dos primers tiveram falhas pré-teste. Já os grupos sem o jateamento e com utilização dos primers

tiveram melhores valores de adesão iniciais (8,1MPa, 17,7MPa, 24,1MPa, respectivamente). Após a termociclagem, sofreram falha pré-teste e redução da resistência adesiva. Para a utilização de um cimento resinoso, sem monômeros fosfatados, é fundamental o uso do jateamento em conjunto com os primers cerâmicos. Neste caso a adesão é duradoura e minimiza falhas de superfície.

Segundo Yang, Barloi e Kern(37), o jateamento pode diminuir a resistência mecânica das restaurações. Eles avaliaram a influência da pressão do ar durante o processo de jateamento. Os grupos foram divididos de acordo com o método de tratamento de superfície (1- sem jateamento, 2- jateamento com 0,05 MPa e 3- jateamento com 0,25 MPa) e diferentes tipos de primers (sem aplicação, Metal/Zircônia Primer, Alloy Primer e Clearfil Ceramic Primer). Verificaram que é possível uma união durável às cerâmicas de zircônia quando utilizados cimentos resinosos contendo monômero fosfatado 10-metacriloxidecila di-hidrogênio fosfato (MDP), jateamento com pressão regular de 0,25 MPa ou a combinação de baixa pressão 0,05 MPa com primers contendo MDP. Sem o jateamento não foi observada união estável da zircônia, independentemente do uso de um primer.

Yun et al.(38) estudaram a influência do jateamento e de primers metálicos na resistência ao cisalhamento de três cimentos resinosos (dupla polimerização: Panavia F 2.0 – Kuraray; polimerização química: Superbond C&B - Sun Medical; autoadesivo: M Bond – Tokuyama Dental Corp) para uma zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP). Observaram no Panavia F 2.0 que a resistência de união das amostras tratadas com jateamento e primer metálico (Alloy primer) foi significativamente maior que a dos demais subgrupos. Nas adesões Superbond C&B e M Bond, o jateamento aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento. O resultado dos primers metálicos (V-primer e Metaltite) não foi significativo.

O jateamento com partículas de óxido de alumina de 50 μ m a 125 μ m aumenta a área e a energia de superfície para adesão de cimentos resinosos, promovendo uma maior microretenção (39). Existem na literatura estudos que analisaram a influência do jateamento com óxido de alumina na retenção entre zircônia e cimento resinoso, como os propostos por Rodríguez et al.(40) e Moradabadi et al.(41), os quais confirmaram os melhores resultados com cimentos de dupla polimerização associados ao jateamento ou revestimento de sílica e um agente de ligação contendo MDP.

2.3 Pintura Eletrostática com tinta em Pó

Há dois mil e quinhentos anos, Thales de Mileto (624 a 556 AC), foi o primeiro a descobrir que o âmbar, quando esfregado, atraía outros objetos. A palavra grega para âmbar, *ελεκτρον* (elétron), é a origem das forças eletrostáticas, que são utilizadas para quase 90% de todas as aplicações da pintura eletrostática dos metais com tinta em pó.

Os revestimentos com pós eletrostáticos estão frequentemente associados aos eventos ecológicos e relacionados à energia do final dos anos 60 e início dos anos 70. A famosa Regra 66 que foi introduzida pela Câmara Municipal de Los Angeles em 1966 foi a primeira norma legislativa que regulamentou os aspectos ambientais desses revestimentos. Embora a história dos revestimentos em pó tenha sido fortemente influenciada pelos aspectos ambientais, os primeiros estudos começaram na década de 1940, com uma aplicação de um spray de chama simples. No início dos anos 50, o PVC em pó foi aplicado com sucesso por Gemmer em um processo de leito fluidizado sobre uma superfície metálica pré-aquecida (42).

A aplicação do PVC pela técnica do leito fluidizado de pós termoplásticos, incluindo os revestimentos em pó de polietileno e nylon, foi bem estabelecida nos EUA. No final dos anos 50 surgiram no mercado os primeiros revestimentos em pó termofixos, como resultado do trabalho de pesquisa realizado pela Shell Chemicals (43).

Na França desenvolveu-se o primeiro equipamento para pulverização eletrostática de revestimentos em pó com produtos orgânicos. Isto contribuiu para o sucesso da tinta em pó termofixa decorativa, já que pela primeira vez os revestimentos com uma camada fina de espessura aceitável puderam ser aplicados (44). Os revestimentos em pó atualmente são reconhecidos não apenas como sistemas ambientalmente amigáveis, mas também como materiais que podem competir no preço com os revestimentos à base de solvente e água.

Além dos aspectos ambientais e de preço, a qualidade é um fator importante, especialmente nas áreas de alta tecnologia, onde os revestimentos em pó são comumente usados. Assim, as pinturas eletrostáticas satisfazem muitas das mais rigorosas exigências dos usuários finais, falhando apenas nos casos em que é esperado um fluxo contínuo do revestimento. O uso da pintura com tinta em pó atende os populares “Quatro Es”, introduzidos em 1986 por Bocchi: Ecologia, Economia, Energia e Excelência de acabamento. Um “quinto E” poderia ser adicionado com o termo eficiência. Não é necessário um solvente para a polimerização ou cura do revestimento. Comparando a importância relativa desses fatores, pode-se dizer, no momento, que a alta qualidade e os aspectos econômicos talvez contribuam para a aceitação de revestimentos em pó por usuários industriais, do que apenas os requisitos regulamentares (45).

A carga corona pode ser controlada e é extensivamente envolvida em processos eletrostáticos, como eletrofotografia, precipitação de poeira, separação eletrostática e revestimento em pó. Com uma aplicação importante da carga corona em processos, a pintura eletrostática a pó em acabamento iniciou na indústria dos EUA na década de 1950. Entre as vantagens sobre as pinturas convencionais destaca-se a economia de energia e custos, durável contra a corrosão e não libera nenhum composto orgânico volátil (VOC). No estado atual da arte, os pós com um tamanho médio de partícula de 30-40 μm são comumente usados. Uma carga corona no revestimento em pó é essencialmente o processo

de carregamento e armazenamento no qual o pó, partículas com alta resistência, são primeiro carregadas com íons corona através de descargas em torno do eletrodo corona e posteriormente depositadas ao eletrodo coletor por forças eletrostáticas. O sistema de revestimento em pó é uma configuração que emprega uma pistola de pulverização, um substrato de metal que atua como eletrodo corona e eletrodo coletor, conforme ilustrado na Figura 3. Normalmente, uma tensão negativa é aplicada à pistola (45). Como fonte de íons, no eletrodo corona produzem plasma na direção da área, estendendo-se apenas alguns milímetros na direção do campo elétrico que têm elétrons livres e íons positivos abundantes, conforme representado na Figura 4. Algumas espécies químicas (como ozônio) também surgem como subprodutos (46).

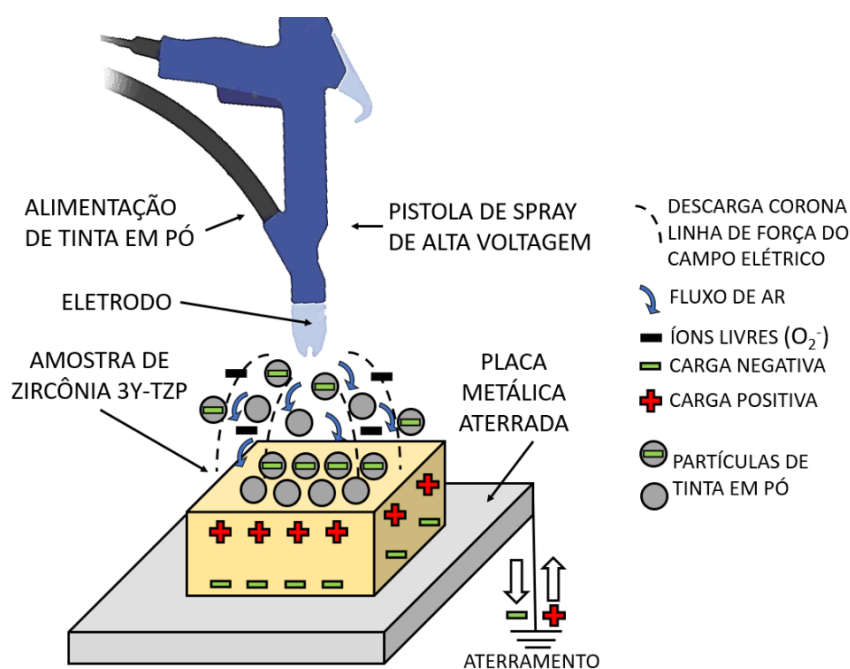


Figura 3 – Padrão da nuvem de pó em pintura eletrostática método Corona a pó.

No revestimento eletrostático, a tinta em pó é atomizada e carregada em um bico conectado a uma fonte de alta tensão. Uma vez carregadas, as partículas de tinta são eletricamente forçadas a sair do trajeto do eletrodo em direção ao objeto aterrado. A eficiência e qualidade dessa pulverização eletrostática depende de parâmetros como tamanho das partículas e distribuição de carga, geometria dos eletrodos e objetos, correntes de íons e fluxo da tinta em pó. Para obter um processo eficiente, é necessário entender os mecanismos de atomização e carregamento, o transporte da tinta no campo elétrico e a deposição da pintura (47).

O processo da pintura eletrostática utiliza o mecanismo de atração e repulsão de cargas elétricas para criar um acabamento uniforme. Com o emprego da pistola eletrostática, a tinta em pó recebe uma carga elétrica negativa, cujo potencial pode atingir até 100 kV, e a peça recebe carga oposta. Paralelamente um campo elétrico é formado na ponta da

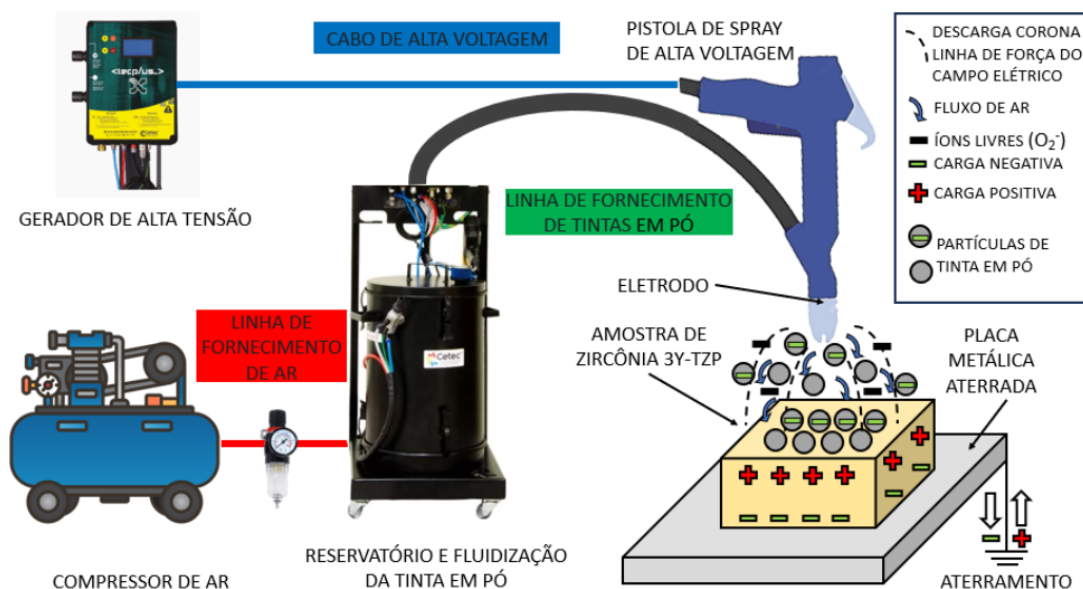


Figura 4 – Esquema da pistola corona que aplica alta tensão ao eletrodo para produzir descarga e campo elétrico. As partículas são carregadas pelo campo elétrico com a adsorção de íons. Fonte: Autor (2023).

pistola que libera o pó por meio do eletrodo. Os fatores que influenciam no carregamento das partículas incluem a resistividade elétrica do material a ser depositado, tendo as zircônias Y-TZP uma resistividade em torno de $> 10^{11}$ ohm.cm, distribuição de tamanhos das partículas de pó da tinta a forma e fluxo de ar comprimido utilizado (48). Portanto, se aplicamos um potencial de alta tensão ao eletrodo encontrado na ponta da pistola eletrostática e posicionamos um objeto aterrado diante do eletrodo, cria-se um campo elétrico cuja intensidade é maior na ponta do eletrodo. Se um elétron passa por um campo elétrico forte, ele começa a se mover nesse campo ao longo dessas linhas do campo e será acelerado pela força desse campo. Se a força do campo elétrico for adequada e o elétron tiver acumulado energia cinética suficiente enquanto viaja ao longo das linhas do campo, seu impacto na molécula de ar será forte o suficiente para dividir essa molécula, formando dois elétrons secundários e um íon positivo (o restante da molécula). Os elétrons secundários serão instantaneamente acelerados no campo elétrico e, movendo-se ao longo das linhas do campo, dividirão novas moléculas e criarão mais íons e elétrons (49).

2.4 Tinta em Pó para pintura Eletrostática

A pintura eletrostática industrial é uma técnica usada na proteção anticorrosiva, pois apresenta excelente versatilidade, facilidade de aplicação, manutenção, e custos aceitáveis. A especificação da tinta envolve alguns fatores, entre eles o conhecimento completo do processo corrosivo existente em um meio específico. Para ambientes específicos, como nas indústrias químicas, dificilmente encontra-se tintas que apresentam desempenho completo

e satisfatório para todas as condições de agressividade. As tintas de resina epóxi são as que apresentam os melhores desempenhos em ambientes ácidos, haja vista a sua boa resistência química e proteção por barreira conferida às películas.

O mecanismo de formação do revestimento da tinta pode ser explicado por algumas etapas descritas a seguir:

- a) A camada heterogênea de pó é depositada, formando uma estrutura irregular.
- b) Com o aquecimento da camada de pó, ocorre a polimerização inicial da tinta com a fusão das partículas mais adjacentes à superfície.
- c) As partículas do polímero começam a polimerizar, enquanto o ar sobe para a superfície. Se o filme ainda não estiver curado, muitas destas bolhas de ar podem gerar falhas na pintura, dependendo do ciclo de cura.
- d) Se a polimerização for muito rápida, algumas bolhas de ar podem permanecer aprisionadas no filme (50).

A pintura eletrostática é indicada para produtos médicos. Alguns pacientes apresentam alergia aos íons liberados pelas ligas metálicas. Com o uso de revestimentos, entre eles a tinta epóxi e teflon, é possível prevenir as reações alérgicas. Chaves et al. (51) observaram que a aplicação de material epóxi em fios ortodônticos diminuiu o potencial corrosivo das ligas.

As indústrias desenvolveram alguns acessórios ortodônticos estéticos com revestimento. Além dos bráquetes, dois tipos de fios ortodônticos estéticos estão disponíveis no mercado: os fios metálicos de aço inoxidável e de níquel titânio, os quais são recobertos com resina epoxídica ou Teflon® (politetrafluoretileno), com cor similar aos dentes. Entre os polímeros, os fios FRP à base de material compósito translúcido, possuem uma matriz de polímero metilmetacrilato e fibras de vidro para reforço (52).

Dentre os critérios de avaliação da biocompatibilidade de um novo material odontológico, a análise da toxicidade nas células em contato direto ou nas proximidades do material (citotoxicidade) é um ensaio essencial.

Ensaio *in vitro* de citotoxicidade são necessários no desenvolvimento de novos materiais para utilização *in vivo*. Na odontologia, vários materiais mantêm contato direto com os tecidos bucais por longo período. Até o momento, a literatura ainda é falha em relação aos estudos da avaliação da composição do recobrimento, da biocompatibilidade e corrosão dos fios ortodônticos com recobrimento estético de tintas a pó epóxi e poliéster.

Não existe na literatura aberta, referência ao emprego de recobrimento de tintas epóxi ou poliéster através de pintura eletrostática de cerâmicas odontológicas. Existem referências de recobrimentos dos materiais metálicos. Ragonha et al. mostraram que a tinta Epóxi Nobac 30 da empresa WEG (WEG Indústrias Químicas SA, Guaramirim, Santa

Catarina) em estruturas metálicas de próteses parciais removíveis Co-Cr não apresentou efeito citotóxico em ensaios in vitro de cultura de fibroblastos removidos da gengiva humana. Não se observou nenhum aumento na proliferação celular no grupo estudado (pintura epóxi) nos tempos de 24, 48 e 72h em comparação com os grupos de controle (polido e amostras de poliestireno), assim como os resultados das contagens de células não viáveis mostraram ausência de células mortas, confirmando que a tinta não teve efeito citotóxico no grupo estudado (epóxi), em comparação com os grupos de controle.

Tinta em pó é um revestimento de pintura desenvolvido em um sistema polimérico de resina, formada por compostos sólidos secos que são pré-misturados através de um misturador mecânico, são extrusados e finalmente classificados apresentando aspecto de pó (53).

Basicamente, a composição das tintas em pó e os efeitos de seus componentes podem ser apresentados resumidamente:

a. A Resina (50 a 60 %) da tinta confere as propriedades físico-químicas e de aplicação final.

b. O Endurecedor (1 a 5 %)juntamente com a resina, participa no processo de polimerização ou cura da tinta.

c. Os Aditivos (1 a 3 %)proporcionamàs tintas diferentes texturas e efeitos, melhorando algumas propriedades de aplicação e na resistência ao risco da tinta em pó após a cura.

d. O Agente de alastramento (0,5 a 1%)chamado de promotor de flow, atuam na superfície do filme, tornando a sua superfície lisa, nivelada, eliminando assim o efeito chamado casca de laranja.

e. As Cargas (0 a 35 %)são os produtos de origem mineral ou química que proporcionam algumas características ao filme curado, ajudando a reduzir o custo final da tinta.

f. Os Pigmentos (0 a 35 %)podem ser classificados em duas grandes famílias (orgânicos e inorgânicos), e são responsáveis pela cor das tintas em pó (54).

A pulverização eletrostática para recobrimento de fios ortodônticos também influenciou no desenvolvimento das tintas em pó termoconvertíveis (55). A pulverização eletrostática com tintas em pó é influenciada pelas diferentes propriedades, tais como: forma e tamanho das partículas, resistividade do substrato e composição química do pó. A eficiência dessa deposição sobre uma superfície depende da carga eletrostática nas partículas, da velocidade da corrente de ar usada na pulverização e da distância que as partículas têm de percorrer. O tamanho e a forma do objeto, a espessura e a resistividade da superfície deste objeto, a velocidade do ar devido à exaustão na cabine de pintura são

outras variáveis que também afetam a eficiência da deposição da tinta. Existem também vários aspectos importantes na deposição eletrostática:

- a. Partículas esféricas recebem com mais rapidez a carga elétrica do que as de forma irregular;
- b. As partículas maiores, por eletrizarem com mais eficiência do que as menores, depositam-se mais rapidamente na superfície do substrato;
- c. As tintas em pó mais comuns têm resistividade mais alta.

Apresentam o fenômeno da autolimitação, ou seja, a espessura máxima obtida durante a aplicação, acima da qual não há deposição eletrostática de novas partículas (56). As tintas em pó eletrostáticas possuem concentração maiores de sulfato de bário ($BaSO_4$) e dióxido de titânio como aditivos.

Outras cargas ou aditivos utilizados são o talco, bentonita, calcita, caulim, diatomita dolomita, óxido de zinco, entre outros. O sulfato de bário é um mineral natural, sólido, branco, cristalino, insolúvel e com pureza elevada, em torno de 98,5% . Encontrado em rochas ígneas, metamórficas ou sedimentares, e seus maiores produtores com maiores reservas são a China, a Índia e os Estados Unidos.

Barita ou sulfato de bário, possui alta densidade. O bário, ao contrário da barita, é um elemento químico tóxico e um metal pesado, que está presente nos minérios de barita ($BaSO_4$) e witherita (Ba_2CO_3). Já a barita não é tóxica por ser insolúvel e possui uma enorme importância econômica, sendo utilizada amplamente por diferentes segmentos da indústria.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Corte e Preparação das Amostras 3Y-TZP

No presente trabalho foram usados blocos pré-sinterizados de zircônia estabilizada com 3% Y_2O_3 . Os blocos recebem a designação comercial Soft HT, possuem 38% de translucidez e média opacidade. Na Tabela 1 são apresentadas as propriedades da zircônia Soft HT produzidas pela empresa ProtMat Materiais Avançados (Juiz de Fora MG, Brasil). Na Figura 5 mostra-se um bloco de zircônia Soft HT. De maneira resumida, a sequência adotada na parte experimental são enumeradas a seguir:

- Corte das amostras de zircônia.
- Lixamento.
- Preparação da superfície das amostras com tratamento ácido ou jateamento.
- Pintura eletrostática.
- Tratamento da superfície após a pintura com HF 10%.
- Silanização da superfície da zircônia com MDP (10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphate).
- Aplicação de cimento autoadesivo e autocondicionante na superfície das amostras para colagem à dentina sintética NG-10.
- Ensaio de cisalhamento.
- Ensaio de citotoxicidade.
- Medida de opacidade.

Os detalhes das preparações das amostras e ensaios realizados serão descritos no presente item. Os corpos de prova foram cortados no tamanho 17x 12x 5 mm (Figura 7) com o uso do micromotor odontológico Marathon 3 Champion (Talmax Produtos para Prótese Odontológica, Curitiba, PR, Brasil) de 45 W e 35.000 rpm. Os cortes foram feitos com disco de Carborundum Ninja Gold com diâmetro de 22 mm e 0,15 mm de espessura.

Após o corte, as amostras foram lixadas com lixas de carbetto de silício (SiC) com granulometrias de 320 e 400 mesh. Após o lixamento, as amostras foram sinterizadas a 1530°C-2h, em forno Nabertherm, Alemanha). A temperatura, tempo, taxa de aquecimento



Figura 5 – Bloco de zircônia Y-TZP pré-sinterizado. Fonte: ProtMat.

Tabela 1 – Propriedades e composição química nominal usado no presente trabalho. Fonte: Dados do fabricante ProtMat.

Propriedade	Valor
Resistência à flexão (MPa)	1200
Biocompatibilidade / ISO 10993-5	Não citotóxico
Coefficiente de expansão térmica ($\alpha \times 10^{-6}/^{\circ}C$)	10,6
$ZrO_2 + HfO_2 + Y_2O_3$	99,9
Y_2O_3	$5,15 \pm 0,20$
Al_2O_3	$0,25 \pm 0,10$
SiO_2	$\leq 0,02$
Fe_2O_3	$\leq 0,01$
Na_2O	$\leq 0,04$

e de resfriamento são preconizados pelo fornecedor, conforme discriminado na Tabela 2. Após a sinterização, os corpos de prova apresentaram as dimensões médias de $15 \times 10 \times 4 \text{ mm}$. Mostra-se na Figura 8 os pontos de medição das amostras.

Na Figura 6 é apresentado o fluxograma das atividades desenvolvidas neste trabalho.

Tabela 2 – Parâmetros de sinterização das amostras de zircônia Soft HT 38% Recomendação do fabricante. Fonte: ProtMat.

Temperatura de Sinterização	Unidade	Patamar1	Patamar2
Taxa de aquecimento	$^{\circ}C/\text{min}$	12	5
Temperatura	$^{\circ}C$	1530	1530
Tempo de permanência	Minutos	120	120

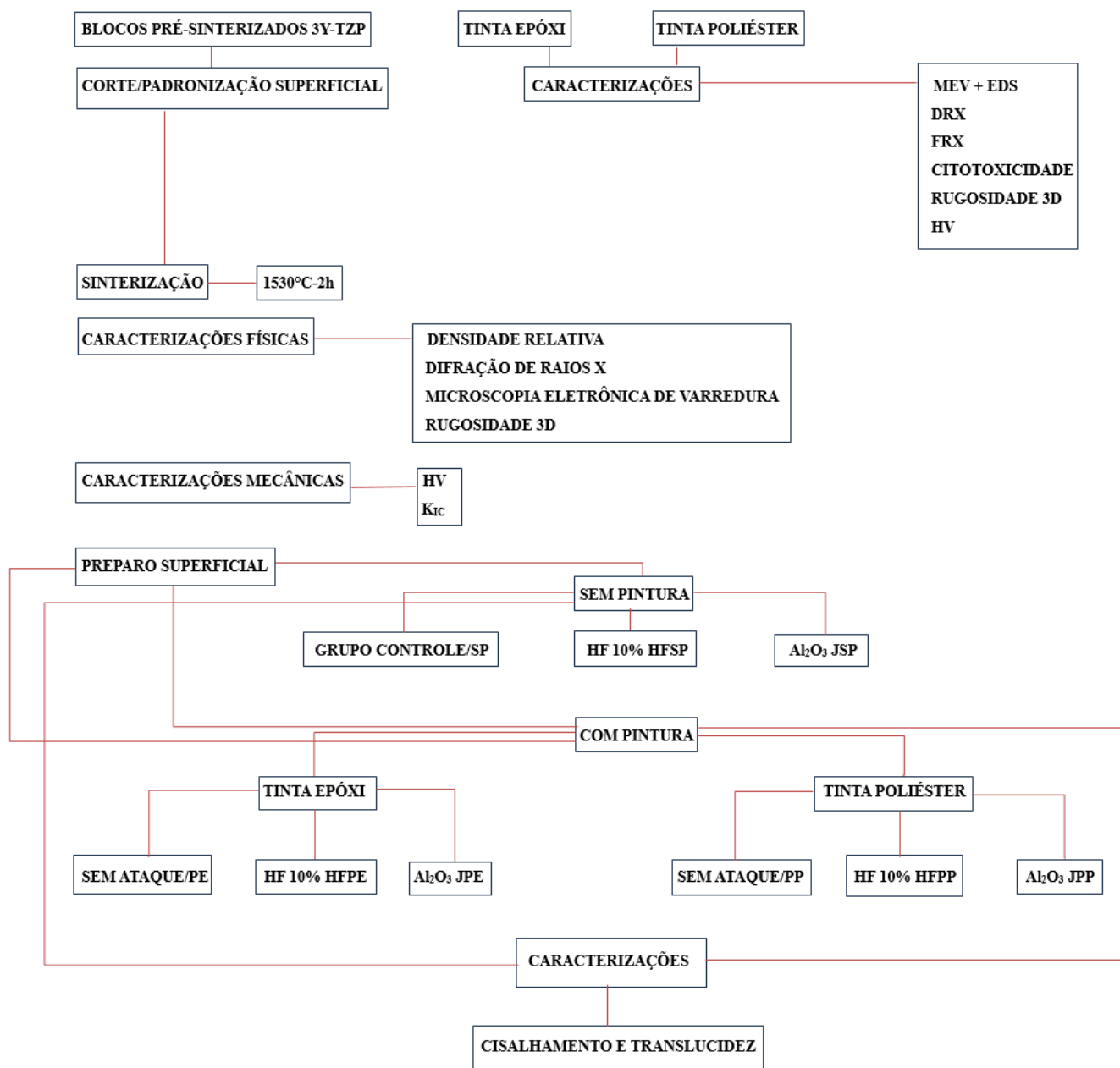


Figura 6 – Fluxograma das atividades desenvolvidas. Fonte: Autor (2023).

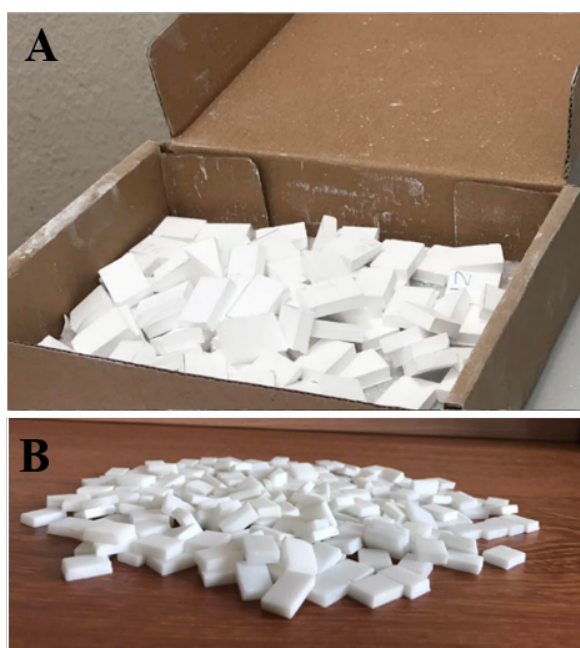


Figura 7 – a) Amostras de zircônia 3Y-TZP cortadas e pré-sinterizadas; b) Amostras de zircônias 3Y-TZP cortadas e sinterizadas. Fonte: Autor (2023).

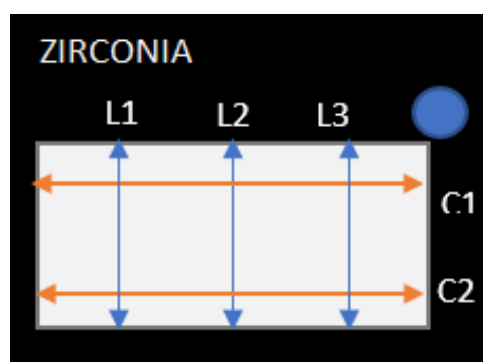


Figura 8 – Locais definidos para medir as dimensões e calcular as áreas das amostras após a sinterização. Medidas em 3 pontos da largura L1, L2 e L3, e em 2 pontos do comprimento C1 e C2 de cada amostra. Fonte: Autor (2023).

3.2 Tratamentos de superfície e cimentação

No presente trabalho foram usados 9 grupos de amostras com diferentes procedimentos de preparação da superfície. Na tabela 3 são discriminados os tratamentos da superfície das amostras. Para os 3 primeiros grupos (SP, PP e PE), a zircônia não recebeu qualquer tratamento. Os 3 seguintes grupos (HFSP, HFPP e HFPE), as amostras de zircônia foram previamente tratadas com HF 10%. Os 3 últimos grupos, as amostras de zircônia foram jateadas.

Na Tabela 3, a primeira letra das siglas significa o tratamento ou não da superfície onde:

- S: sem tratamento de superfície.
- P: pintura eletrostática.
- HF: tratamento com ácido fluorídrico.
- J: jateamento com alumina.

Todas as amostras de zircônia, com ou sem pintura, foram cimentadas à dentina sintética NG-10. O NG-10 é um compósito de matriz de resina epóxi reforçada com fibra de vidro. O Nema classe G-10 (International Paper, Hampton/SC, EUA), possui propriedades análogas à dentina. Todas as amostras foram silanizadas antes da cimentação ao NG-10, exceto o grupo SP.

Tabela 3 – Designações dos grupos das amostras e procedimento de preparação das superfícies das amostras.

Designação	Condicionamento das Superfícies
SP	Sem pintura (controle)
PP	Pintura com tinta poliéster
PE	Pintura com tinta epóxi
HFSP	Ataque ácido fluorídrico 10%, sem pintura
HFPP	Ataque ácido fluorídrico 10%, pintura com tinta poliéster
HFPE	Ataque ácido fluorídrico 10% e pintura com tinta epóxi
JSP	Jateamento óxido de alumínio e sem pintura
JPP	Jateamento óxido de alumínio e pintura com tinta poliéster
JPE	Jateamento óxido de alumínio e pintura com tinta epóxi

Os protocolos de preparo e cimentação à dentina sintética (NG-10) das amostras dos nove grupos foram realizados de acordo com as seguintes sequências:

SP (Grupo Controle) - Este grupo foi considerado como grupo controle. As amostras sinterizadas não receberam tratamento da superfície ou pintura antes da cimentação ao NG-10.

Grupo PP - As amostras de zircônia sinterizada sem qualquer tratamento prévio receberam a pintura eletrostática com tinta poliéster.

Grupo PE - Tratamento semelhante ao grupo PP, exceto que a pintura eletrostática foi feita com tinta em pó epóxi.

Grupo HFSP - Após a sinterização, as amostras foram tratadas com HF 10% e cimentadas ao NG-10. As amostras não foram pintadas.

Grupo HFPP - Após a sinterização, as amostras foram tratadas com HF 10% e pintadas com tinta poliéster. Após a pintura, a superfície foi novamente tratada com HF 10% e cimentada ao NG-10.

Grupo HFPE - Tratamento semelhante ao grupo HFPP, exceto que a pintura foi com tinta em pó epóxi.

Grupo JSP - Tratamento semelhante ao grupo HFSP, exceto que antes da pintura as amostras foram jateadas.

Grupo JPP - Tratamento semelhante ao grupo HFPP, exceto que antes da pintura foi feito o jateamento.

Grupo JPE - Tratamento semelhante ao grupo HFPE, exceto que antes da pintura foi feito o jateamento.

3.3 Tratamento da superfície com HF 10%

As amostras dos grupos HFSP, HFPP e HFPE foram submetidos ao tratamento com HF 10% antes. Após a pintura, as amostras dos grupos HFPP e HFPE foram novamente atacados com HF após a cura da tinta. Para o tratamento foi utilizado o ataque de ácido HF 10% Condac por 60 segundos na zircônia e lavados em água corrente por 60 segundos.

No grupo HFSP, zircônia sinterizada, feito ataque ácido fluorídrico 10% durante 1 minuto, lavada em água corrente por 60 segundos, não tendo sido feita pintura eletrostática epóxi ou poliéster. Feito ataque com ácido fosfórico Ultra-etch 35% por 15 segundos no NG-10, e lavado em água corrente por 60 segundos. A superfície da zircônia e o NG-10, após os ataques ácidos, foram em seguida pincelados com o adesivo Single Bond Universal, utilizando aplicador KG Brush. Em seguida, uma camada de cimento resinoso seT PP, manipulado segundo as recomendações do fabricante, foi aplicado sobre a zircônia revestida, cimentando esta ao NG-10 com o adesivo, sendo esta camada de cimento polimerizada com fotopolimerizador LED Optilight D700, durante 20 segundos.

3.4 Tratamento de superfície com jateamento

As amostras das zircônias dos grupos JSP, JPP e JPE foram submetidas antes ao tratamento com jateamento de óxido de alumínio 50 μm por 30 segundos e lavados em água corrente por 60 segundos. Após a pintura, as amostras revestidas com tinta poliéster e epóxi dos grupos JPP e JPE foram atacados com HF 10% após a cura da tinta. Para o tratamento foi utilizado o ataque de ácido HF 10% Condac por 60 segundos na tinta e lavados em água corrente por 60 segundos.

3.5 Pintura Eletrostática

Todas as amostras foram submetidas à pintura eletrostática, exceto as dos grupos SP, HFSP e JSP. Para a pintura eletrostática da zircônia foram usadas as tintas comerciais em pó Politherm 34 Nobac® epóxi lisa e a Politherm 36 Nobac® poliéster microtexturizada (WEG Indústrias Químicas SA, Guaramirim, SC, Brasil). Para a pintura foi usada a pistola Tecnoplus (Cetec Equipamentos para Pintura, Barueri, SP, Brasil), utilizando-se voltagem de 70 kV. Para a pintura, as amostras de zircônia foram colocadas em superfície metálica, sob suporte também metálico, sob aterramento elétrico, com a medição do aterramento abaixo de 10 W nesse ambiente industrial de pintura eletrostática preparado. A pistola eletrostática Tecnoplus, com vazão máxima de 400 g/min, foi instalada em posição perpendicular às amostras. A pistola tem um dispersor com bico para criar um jato circular, que ioniza o pó da tinta eletrostática. Foi utilizado o método de carga corona, numa distância fixa de 20 cm da ponta a pistola às amostras. As amostras foram pintadas com o tempo padronizado de carga corona de 7 segundos. O equipamento eletrostático Tec Plus X foi programado na tensão de voltagem de 70 kV e 123 μA de intensidade de corrente, com vazão de ar de 30 psi (2 bar) de pressão no compressor de ar industrial, isento de óleo e umidade, regulado para o equipamento. Logo após as pinturas, as amostras foram colocadas em estufa modelo industrial (Indumáquina E 2000, Pinhais, PR, Brasil) na temperatura fixa de 200°C, durante a cura de 10 minutos, conforme especificação do fabricante. Mostra-se na Figura 9 o dispositivo para a pintura desenvolvido e construído pelo autor para o jateamento de óxido de alumínio das amostras de zircônia dos grupos JSP, JPP e JPE. Este dispositivo de alumínio foi usado para a fixação do Microjato Modelo Standard e Lab (Bio-Art Equipamentos Odontológicos Ltda, São Carlos, SP, Brasil). O bico injetor ficou distante 10 mm da amostra. Para o jateamento foi usado pressão de ar por compressor odontológico, de 80 libras ou 5,5 bar, isento de óleo e umidade, com deslocamento teórico de ar de 141 l/m. As duas barras de alumínio paralelas à amostra de zircônia serviu para direcionar manualmente a direção do jateamento da amostra. Foram usadas partículas de alumina de granulometria de 50 μm (Asfer Indústrias Químicas Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil). Na Figura 10 são mostradas as amostras de zircônia

sinterizadas e pintadas com as tintas epóxi e poliéster. Na Figura 11 são mostradas amostras de zircônia sinterizada e pintadas com tinta epóxi e poliéster, cimentadas à dentina sintética NG-10.



Figura 9 – Dispositivo desenvolvido, em operação de jateamento de óxido de alumínio na zircônia. Fonte: Autor (2023).

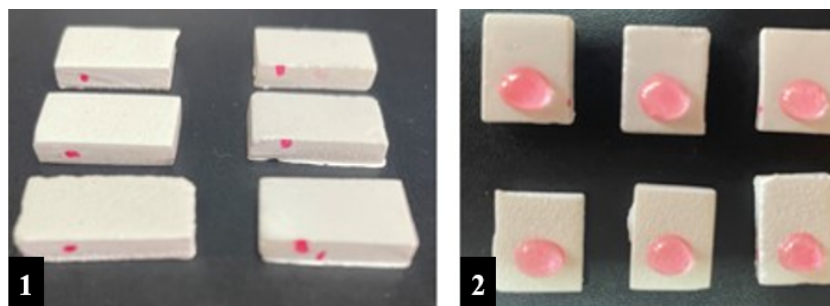


Figura 10 – Sinalização das áreas para o ataque ácido no revestimento de tinta em pó na zircônia (1) e ataque do revestimento de tinta com HF 10% Condac (2) Fonte: Autor (2023).



Figura 11 – Amostra de NG-10® cimentados na zircônia revestida por tinta epóxi e poliéster (1). Feito pinclamento de adesivo Single Bond Universal (2) no NG-10® e nesses revestimentos de tintas pintados na zircônia. A cimentação foi feita com cimento resinoso seT PP (3). Fonte: Autor (2023).

3.6 Adesão da zircônia ao NG-10

Grupo SP (Grupo Controle) - Zircônia sinterizada e sem tratamento de superfície ou pintura. Não foi feito ataque de ácido fosfórico 35% na dentina sintética NG-10. As amostras foram cimentadas ao NG-10 com Set PP ionglass™ (SDI Limited, Australia). O cimento Set PP é autoadesivo e autocondicionante, contém 35 wt. % de éster metacrilato e 65 wt. % de partículas inorgânicas. A manipulação seguiu as recomendações do fabricante. Para a polimerização foi empregado o fotopolimerizador LED Optilight D700 (Saevo, Ribeirão Preto, SP, Brasil), durante 20 segundos.

Grupo (PE) - Zircônia sinterizada e sem tratamento de superfície, pintada com tinta epóxi por 7 segundos, curada em estufa a 200°C por 10 minutos. Após a pintura, foi realizado ataque de ácido HF 10% Condac (FGM Dental Group, Joinville-SC, Brasil). A superfície do NG-10 foi tratada com ácido fosfórico Ultra-etch 35% (Ultradent Products, Inc, Indaiatuba, SP) por 15 segundos e lavado em água corrente por 60 segundos. O revestimento de tinta poliéster e o NG-10, após os ataques ácidos, foram em seguida pincelados com o adesivo Single Bond Universal, utilizando aplicador KG Brush. Em seguida, uma camada de cimento resinoso seT PP, manipulado segundo as recomendações do fabricante, foi aplicado sobre a zircônia revestida, cimentando esta ao NG-10 com o adesivo, sendo esta camada de cimento polimerizada com fotopolimerizador LED Optilight D700, durante 20 segundos.

Grupo (HFPE) - Zircônia sinterizada, feito ataque ácido fluorídrico 10% durante 1 minuto, lavada em água corrente por 60 segundos. Pintada com tinta epóxi por 7 segundos, curada em estufa a 200°C por 10 minutos. Feito ataque de ácido HF 10% Condac por 60 segundos no revestimento de tinta epóxi curado, e lavado em água corrente por 60 segundos. Feito ataque com ácido fosfórico Ultra-etch 35% por 15 segundos no NG-10, e lavado em água corrente por 60 segundos. O revestimento de tinta epóxi e o NG-10, após os ataques ácidos, foram em seguida pincelados com o adesivo Single Bond Universal, utilizando aplicador KG Brush. Em seguida, uma camada de cimento resinoso seT PP, manipulado segundo as recomendações do fabricante, foi aplicado sobre a zircônia revestida, cimentando esta ao NG-10, sendo esta camada de cimento polimerizada com fotopolimerizador LED Optilight D700, durante 20 segundos.

Grupo (JPE) - Zircônia sinterizada, feito jateamento óxido de alumínio 50µm (Asfer Indústrias Químicas Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil), pintada com tinta epóxi por 7 segundos. Feito cura em estufa a 200°C por 10 minutos. Feito ataque de ácido HF 10% Condac por 60 segundos no revestimento de tinta epóxi curado, e lavado com água corrente por 60 segundos. Feito ataque com ácido fosfórico Ultra-etch 35% por 15 segundos no NG-10, e lavado em água corrente por 60 segundos. O revestimento de tinta epóxi e o NG-10, após os ataques ácidos, foram em seguida pincelados com o adesivo Single Bond Universal, utilizando aplicador KG Brush. Em seguida, uma camada de cimento resinoso

seT PP, manipulado segundo as recomendações do fabricante, foi aplicado sobre a zircônia revestida, cimentando esta ao NG-10, sendo esta camada de cimento polimerizada com fotopolimerizador LED Optilight D700, durante 20 segundos.

3.7 Caracterizações das amostras de Zircônia

3.7.1 Determinação da densidade relativa

A densidade relativa foi determinada pela razão entre a massa específica aparente (ou densidade aparente) dos corpos de prova de zircônia sinterizados e a densidade teórica do $ZrO_2(Y_2O_3)$, de acordo com a equação 3.1:

$$\rho_{Rel} = \frac{\rho_{Sint}}{\rho_{Teórica}} \times 100\% \quad (3.1)$$

ρ_{Rel} : Densidade relativa, , (em %).

ρ_{Sint} : Densidade de massa aparente da amostra sinterizada, (g/cm^3).

$\rho_{Teórica}$: Densidade de massa aparente teórica da zircônia.(3Y-TZP) ($\rho_T = 6,05 g/cm^3$)

A densidade aparente teórica das amostras foi determinada pelo princípio de Arquimedes, através de medições em corpos de prova de zircônia, realizada em uma balança analítica Gehaka modelo AG 200 (Ind.e Com. Eletro-Eletrônica Gehaka Ltda., Brasil), com precisão de 10^{-4} g. A massa foi medida com o corpo de prova totalmente imerso em um becker contendo água destilada à temperatura ambiente, suspenso por um fio de Raiglon com 0,165mm de diâmetro, e em seguida medida com o corpo de prova repousando sobre o fundo do recipiente. A temperatura da água foi medida empregando-se um termopar tipo K. A densidade de massa aparente teórica foi calculada aplicando-se a equação 3.2.

$$\rho_{Sint} = \frac{M_2}{M_1} \times \rho_{H_2O(T)} \quad (3.2)$$

Onde:

ρ_{Sint} : Densidade de massa aparente das amostras sinterizadas,

M_1 : Massa da amostra imersa suspensa pelo fio de nylon,

M_2 : Massa da amostra imersa repousando no fundo do recipiente,

$\rho_{H_2O(Tamb)}$: Densidade da água na temperatura ambiente.

3.8 Difração de Raios X

Para a identificação das fases dos pós da tinta e das amostras de zircônia sinterizadas foi realizada por difração de raios X com o emprego de 2 difratômetros. O equipamento utilizado nas tintas em pó epóxi e poliéster foi um difratômetro de bancada Bruker D2 PHASER XE-T edition, com detector SSD160-2 e LYNXEYE-2 E LINXEYE XE-T, Figura 12. Foi utilizada radiação $\text{CuK}\alpha$, varredura 2θ entre 10° e 90° , passo angular de $0,01^\circ/\text{s}$ e velocidade de varredura de 100 s.



Figura 12 – Difratômetros de raios X utilizados nas caracterizações cristalográficas. Fonte: Autor (2023).

As fases cristalinas das amostras de zircônia 3Y-TZP sinterizadas foram determinadas por difração de raios X, utilizando um difratômetro Panalytical Empyrean usando fenda de emissão de 0,6 mm e fenda de recepção de 0,1 mm. As análises foram conduzidas com radiação $\text{Cu-K}\alpha$ em linearidade 2θ em faixa angular de $10-90^\circ$, passo angular de $0,02^\circ$ e um tempo de exposição de 3 segundos. As fases cristalinas foram identificadas por comparação com arquivos de dados JCPDS usando software de impacto Crystal Match 2.

3.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a análise da morfologia superficial dos revestimentos após pintura e a cura das tintas em pó epóxi e poliéster, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura Field Emission Gun FEI QUANTA FEG 250@. Foram feitas as metalizações das amostras com filme de ouro utilizando o equipamento para deposição por vaporização catódica Coater Sputter Emitech K550 (Quorum Technologies - Kent, Reino Unido). Para o recobrimento com ouro foi empregada a atmosfera de argônio por 1 minuto, pressão interna do equipamento de 0,1 mbar e corrente de 25 mA. Adicionalmente, utilizou-se também o MEV de Bancada TM4000 II Plus II HITACHI TABLETOP, do NIDF (Núcleo interdisciplinar de Dinâmica dos Fluidos), o qual não necessita de metalização para análises de materiais orgânicos. Foram produzidas imagens de forma backscattered, ou imagem de elétrons retroespalhados, em médio vácuo e numa intensidade de 10 kV com EDS

Bruker acoplado. Na Figura 13 são mostrados os equipamentos utilizados nessa etapa de caracterização.



Figura 13 – Microscópios eletrônicos de varredura utilizados nesse trabalho.

As microestruturas das amostras de zircônia 3Y-TZP sinterizadas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura no microscópio JEOL FEG JSM 7100F, operado a 20 kV, com detector de raios X por espectroscopia de energia dispersiva (XEDS - JEOL®, modelo JSM-6510LV), e EDS com tempo de espera de 102,1 segundos, a uma voltagem de 20 kV e ângulo de saída de 35°. Os contornos dos grãos foram revelados por ataque térmico das amostras a 1400°C por 10 minutos, com taxa de aquecimento de 25°C/min (Forno $MoSi_2$ Brody NBD-B170012IT®). As amostras foram recobertas com carbono (Bal Tec, modelo MED 020), e o tamanho de grão foi medido usando micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura, contando pelo menos 1500 grãos, utilizando um software dedicado (ImageJ - Fiji®).

3.10 Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS)

Para a análise semiquantitativa da composição química da tinta em pó, foi utilizado análise de espectrometria por energia dispersiva de raios X. Foi utilizada a microsonda EDS Bruker acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) TM4000 II Plus II HITACHI TABLETOP.

3.11 Fluorescência de Raios X (FRX)

A análise da composição química dos pós foi realizada por fluorescência de raios X das tintas em pó eletrostáticas epóxi e poliéster. Os ensaios foram realizados em um espectrômetro Panalytical (Zetium, Holanda), com o auxílio do software Epsilon 3 Omnion versão 1.6.A, no Instituto Militar de Engenharia.

3.12 Microdureza Vickers da zircônia e do revestimento

As análises da microdureza Vickers dos revestimentos epóxi e poliéster foram realizadas após a cura. Os ensaios foram realizados com emprego do microdurômetro Shimadzu série HMV-G (Figura 14) com auxílio do software AVPAK. As análises de microdureza Vickers das amostras de zircônia sinterizadas foram mensuradas pelo método de indentação (ASTM C1327-15) (63), usando um microindentador Vickers (Model TIME F100, China) com uma carga de 9,8 N por 30 segundos. Quinze (15) indentações foram aplicadas em cada amostra.

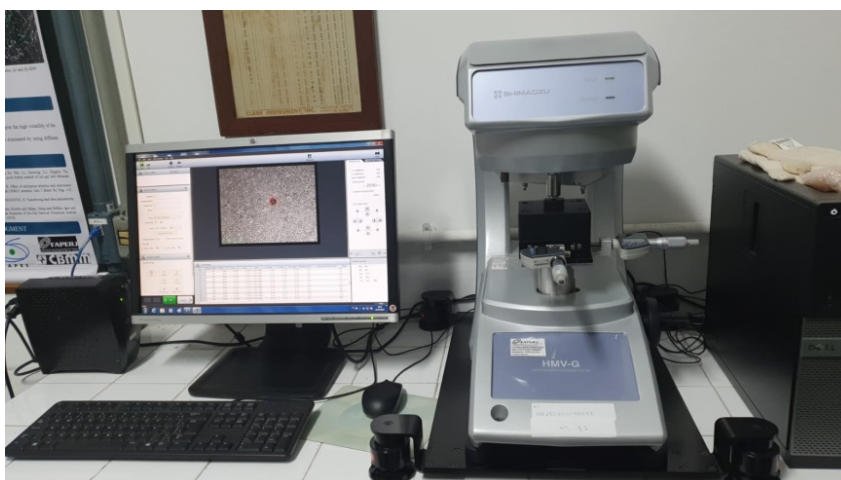


Figura 14 – Microdurômetro Vickers utilizado nesse trabalho.

3.13 Ensaio de Cisalhamento

O ensaio de cisalhamento foi realizado para quantificar a adesão da zircônia à dentina sintética NG-10. Foi quantificada a resistência da interface de adesão com o cimento resinoso autoadesivo e autocondicionante seT PP (SDI Limited). Antes dos ensaios de cisalhamento, as amostras foram cimentadas à dentina sintética NG-10. Os ensaios foram realizados empregando a máquina universal de ensaios EMIC, modelo DL-10000 (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda, Brasil), Figura 15, utilizando com velocidade de 0,5 mm/min e carga de 5000 N.

Os ensaios de cisalhamento foram realizados em duas etapas : 1) todos os protocolos de adesão foram avaliados preliminarmente com 3 amostras por grupo; 2) os grupos selecionados em função dos resultados da primeira etapa foram reensaiados, utilizando no mínimo 10 amostras em cada grupo.

Mostra-se nas Figuras 16 e 17 os detalhes dos ensaios de cisalhamento, como disposição das amostras e posições.



Figura 15 – Máquina de ensaios universal utilizado na realização desse trabalho.

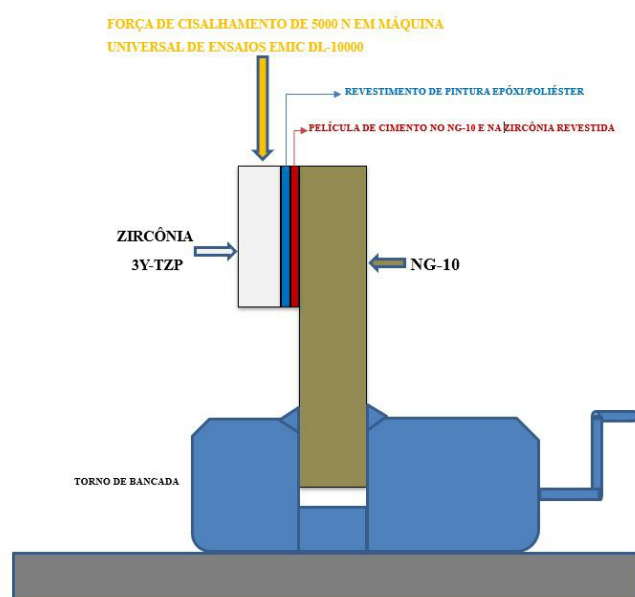


Figura 16 – Desenho esquemático (vista lateral) da força de cisalhamento aplicada na zircônia sinterizada revestida por tinta eletrostática em pó epóxi ou poliéster, cimentada com cimento resinoso seT PP no NG-10. Fonte: Autor (2023).

3.14 Rugosidade 3D

Entre os parâmetros que caracterizam a rugosidade da superfície foram quantificados o valor médio da rugosidade superficial através do parâmetro Ra (média aritmética dos valores absolutos das alturas do perfil no comprimento avaliado) e do parâmetro Rq (desvio padrão da distribuição das alturas do perfil de rugosidade). As medidas foram das

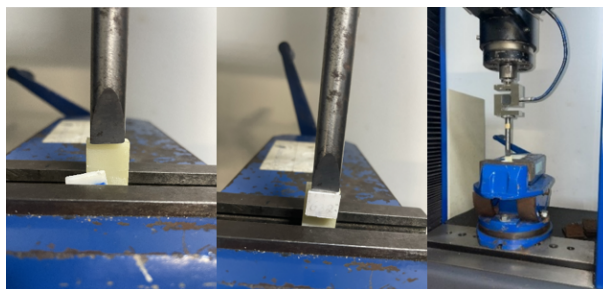


Figura 17 – Ensaio de cisalhamento com EMIC DL-10000 da união zircônia-NG-10®. Fonte: Autor (2023).

amostras de zircônia sinterizadas antes (grupo controle) e após as pinturas eletrostáticas das tintas com pó epóxi e poliéster. A análise da rugosidade foi realizada com o rugosímetro por interferometria óptica ZygoNewView 7100 (Zygo Corporation, Connecticut, Estados Unidos), mostrado na Figura 18.



Figura 18 – Rugosímetro por interferometria óptica utilizado nesse trabalho.

Foram analisadas 3 áreas por amostra. Nas amostras de zircônia revestida, as áreas foram (C1, C2 e C3). Os grupos foram designados como SP (zircônia sem pintura), PE (epóxi) e PP (poliéster), antes e após ataque ácido de HF 10%, representando as amostras sem pintura e com pintura epóxi e poliéster de todos os grupos, já que as superfícies dos revestimentos após a cura das tintas são as mesmas.

3.15 Translucidez

A opacidade foi quantificada pela razão de contraste (RC). As cores das amostras foram determinadas pela técnica de colorimetria de reflectância utilizando um espectrofotômetro modelo HPS PRO (Coralis, Brasil) seguindo as orientações da norma ISO 2471:2001 (57). Foram utilizadas amostras de zircônia com espessura de $1,0 \pm 0,1$ mm. O espectrofotômetro funciona com uma fonte de luz baseada numa escala CIE modelo

para medição CIELab, padrão D65. As medições de cor foram efetuadas colocando as amostras sobre dois suportes confeccionados por impressão 3D (estereolitografia), um na cor preta e outro na cor branca, conforme ilustrado na Figura 19. Os suportes tiveram sua cor medidas tendo o fundo branco com os parâmetros $L = 100,0$, $a = -0,3$ e $b = 1,1$. Uma segunda medição foi efetuada sobre um fundo preto com os parâmetros $L = 23,7$, $a = -0,6$ e $b = -1,3$. Este procedimento foi efetuado para evitar a interferência da luz exterior e a fuga lateral da carga de luz aplicada. A razão de contraste (RC) foi medida de acordo com as EQ. (3.3), (3.4) e (3.5).

$$RC = \frac{Y_b}{Y_w} \quad (3.3)$$

$$Y_b = \frac{(L_b + 16)}{116} \cdot Y_n \quad (3.4)$$

$$Y_w = \frac{(L_w + 16)}{116} \cdot Y_n \quad (3.5)$$

em que "RC" é a razão de contraste; "Y" é a reflectância espectral; "L" é a luminosidade; "Y_b" e "Y_w" estão relacionados com a luminância em fundo preto e branco, respectivamente. O valor de "Y_n" é a reflectância espectral da luz refletida por um difusor com reflexão perfeita, iluminado pela mesma fonte de luz que incide sobre o objeto ($Y_n = 100$).

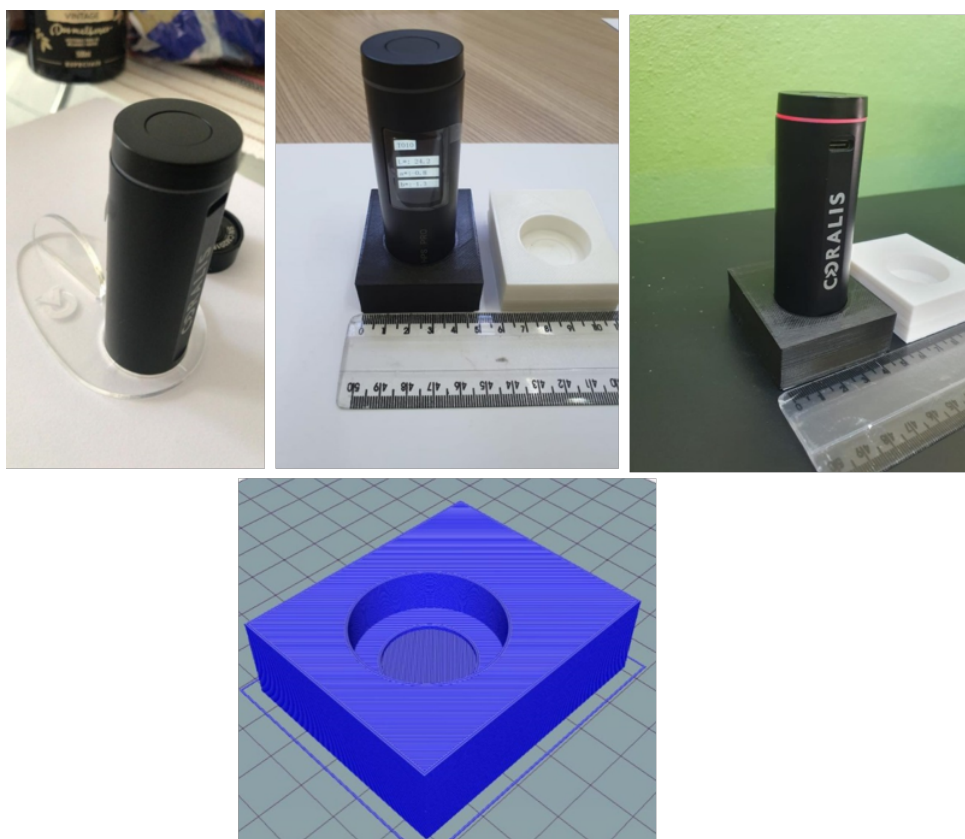


Figura 19 – Detalhes do espectrofotômetro e dos suportes desenvolvidos em impressora 3D para criação de padrão de fundo branco e fundo preto, nas medidas de cor.

3.16 Análise de Citotoxicidade

O potencial citotóxico dos pós das amostras pintadas foi determinado pelo método de eluição, utilizando células de tecido conjuntivo de camundongo.

A linhagem de fibroblastos de camundongo (L929) foi a espécie de escolha para teste. O L929 é recomendado por agências regulatórias, além de ser muito utilizada em testes de biomateriais, devido a sua fácil manutenção em cultura e por produzir resultados que possuem alta correlação com os ensaios *in vivo*.

O ensaio foi realizado em Laboratório acreditado pela Anvisa, de acordo com a ISO 10993-5:2009 (58). Esta norma técnica padroniza a avaliação de extratos de materiais poliméricos.

Pesquisas *in vitro* para avaliar a citotoxicidade e os riscos biológicos de materiais odontológicos são desenvolvidas utilizando culturas celulares provenientes de linhagens obtidas comercialmente, ou a partir de culturas primárias estabelecidas em laboratórios individualmente. Estes estudos são de grande importância para a avaliação prévia do comportamento biológico dos materiais frente aos tecidos (59).

De acordo com a ISO 10993-5:2009, esse ensaio é apropriado para a avaliação de extratos de materiais poliméricos. O procedimento possibilita a extração de amostras em intervalos de tempo variados e em temperaturas fisiológicas e não fisiológicas. É apropriado para materiais de alta densidade e possibilita o estabelecimento de curvas dose-resposta. O item de teste foi extraído na proporção de 0,2 g/mL em meio DMEM (Minimum Essential Medium) e a extração foi realizada em incubadora a 37 °C por 72 horas, seguindo as proporções descritas na ISO 10993-12:2021 (60). Quarenta e oito horas após a aplicação do item de teste, o grau de citotoxicidade foi avaliado para o ensaio de eluição. Cada cultura foi examinada microscopicamente observando-se a morfologia das células na monocamada.

Para o ensaio de citotoxicidade foi usado o método de eluição. A descrição e detalhes são apresentados a seguir.

Material utilizado- Reagentes, meio de cultura, soluções, material estéril e suprimentos diversos, frascos de borossilicato; meio de Cultura: MEM (Minimum Essential Medium) completo 1 X concentrado suplementado com com 5 % (v/v) de soro fetal bovino (SFB), 2 mM de L-glutamina e adição de 1 % de penicilina/estreptomicina;

Meio de Extração: DMEM (Minimum Essential Medium); placa plástica de cultura (35 mm de diâmetro); solução PBS.

Cultura de Células: Os ensaios foram realizados em condições assépticas segundo o OECD Principles on Good Laboratory Practice (OECD, 1998) (61).

A incubação celular foi realizada em incubadora a 37 ± 1 °C em atmosfera úmida e $5 \pm 1\%$ de CO_2 , até atingirem a subconfluência de aproximadamente 80%.

O processo de descolamento celular ocorre pela ação da solução de Tripsina-EDTA 0,25%.

Preparação do item de teste: Foi extraído na proporção de 0,2 g/mL em meio DMEM (Minimum Essential Medium).

Extração do item de teste: O item de teste e o meio de cultura foram colocados em frascos de borossilicato estéril.

O frasco foi fechado adequadamente e a extração foi realizada em incubadora a 37 °C por 72 horas.

Caracterização da Extração: A extração apresentou-se límpida, rosada e sem presença de sedimentos.

Controles- Controle Positivo: Fragmentos de látex (5 mm de diâmetro) tóxico, na proporção de 0,1 g/mL, extraído nas mesmas condições de extração do item de teste.

Controle Negativo: Fragmentos de papel de filtro (5 mm de diâmetro) atóxico, na proporção de 0,1 g/mL, extraído nas mesmas condições de extração do item de teste.

Controle Celular: 2 mL de cultura celular sem nenhum tratamento.

Controle de Extração: 10 mL do mesmo meio extrator utilizado, porém sem o item de teste, tratado com o mesmo procedimento de extração do item de teste.

Obtenção do Sistema teste de linhagens celulares de tecido conjuntivo de camundongo, adquiridas do Banco de Células do Rio de Janeiro (BCRJ), localizado no PTX-Parque Tecnológico de Xerém - Av. Nossa Sra. das Graças, 50 - Vila Nossa Sra. das Graças, Duque de Caxias - RJ, 25250-020. Foram imediatamente expandidas e alocadas em nitrogênio líquido, conforme o ITR-TXII 03 – criopreservação de células.

Nesse estudo, as células foram descongeladas e cultivadas de acordo com as especificações do fornecedor: BCRJ (data sheet) da NCTC, Clone 929 (BCRJ 0188). Em seguida, as células foram plaqueadas em placas (35 mm de diâmetro) para a realização do estudo.

Preparação das Culturas Celulares:

Foi preparado uma suspensão de células L-929 contendo cerca de 1×10^5 células por mL em meio MEM completo. 2 mL da suspensão celular obtida foi colocada em cada orifício da placa plástica de cultura (35 mm de diâmetro), e incubadas em estufa a 37 ± 1 °C em atmosfera úmida contendo 5 ± 1 % de CO_2 por 48 horas. As culturas foram preparadas em triplicatas para o item de teste e controles.

Aplicação do item de teste: Aproximadamente 48 horas após a suspensão das culturas, foi utilizado para o estudo as que apresentarem uma monocamada celular uniforme e próxima a confluência (superior a 80%).

Foi aspirado com pipeta Pasteur o meio de cultura das placas, e substituído por 1 mL de extrato do item de teste e controles, seguido de nova incubação por 48 horas em incubadora umidificada, à 37 ± 1 °C com uma atmosfera de 5 ± 1 % CO_2 .

Avaliação da Citotoxicidade: Quarenta e oito horas após a aplicação dos extratos do item de teste e controles, foi avaliado qualitativamente o grau de citotoxicidade, observando-se microscopicamente o aspecto e morfologia das culturas celulares. As condições de todas as culturas foram examinadas ao microscópio comum (aumento de 200 vezes e 400 vezes) e os graus de citotoxicidade determinados numa escala de 0 a 4 como mostrado na Tabela 4.

Por ser um método qualitativo, as análises microscópicas foram realizadas pelo mesmo analista em dois tempos diferentes.

Tabela 4 – Método de Classificação da reatividade para Eluição (ISO 10993-5:2009) Fonte: Autor (2023).

Condições das Culturas	Reatividade	Classificação
Grânulos intracitoplasmáticos descontínuos; sem lise celular	Nenhuma	0
Até 20% das células são redondas, vagamente unidas, sem grânulos intracitoplasmáticos; células lisadas são ocasionalmente presentes.	Leve	1
Até 50% das células são redondas e desprovidas de grânulos citoplasmáticos; sem lise celular extensiva e áreas vazias entre as células.	Suave	2
Até 70% das camadas contêm células arredondadas ou lisadas	Moderada	3
Destruição quase integral das camadas de células	Severa	4

Cálculos do Resultado

A validade do estudo foi testada a partir das respostas das células ao tratamento pelo controle negativo e positivo. O controle negativo pela ausência de reação citotóxica (grau 0) e o controle positivo pela nítida reação citotóxica (igual ou superior ao grau 3).

Interpretação dos Resultados

O Item de Teste é considerado satisfatório se nenhuma cultura exposta a ele mostrar citotoxicidade superior ao grau 2 (citotoxicidade suave).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização Cristalográfica e Microestrutural das Tintas em Pó Epóxi e Poliéster

Mostra-se nas Figuras 20 e 21 o difratograma de raios X e as micrografias das morfologias das partículas de tinta em pó epóxi. Nas Figuras 22 e 23 são apresentados os resultados de caracterização cristalográfica e microestrutural da tinta poliéster. Os resultados da análise Rietveld dos pós de tinta e suas respectivas análises químicas por EDS são apresentados na Tabela 5 e nas Figura 24 e Figura 25, respectivamente.

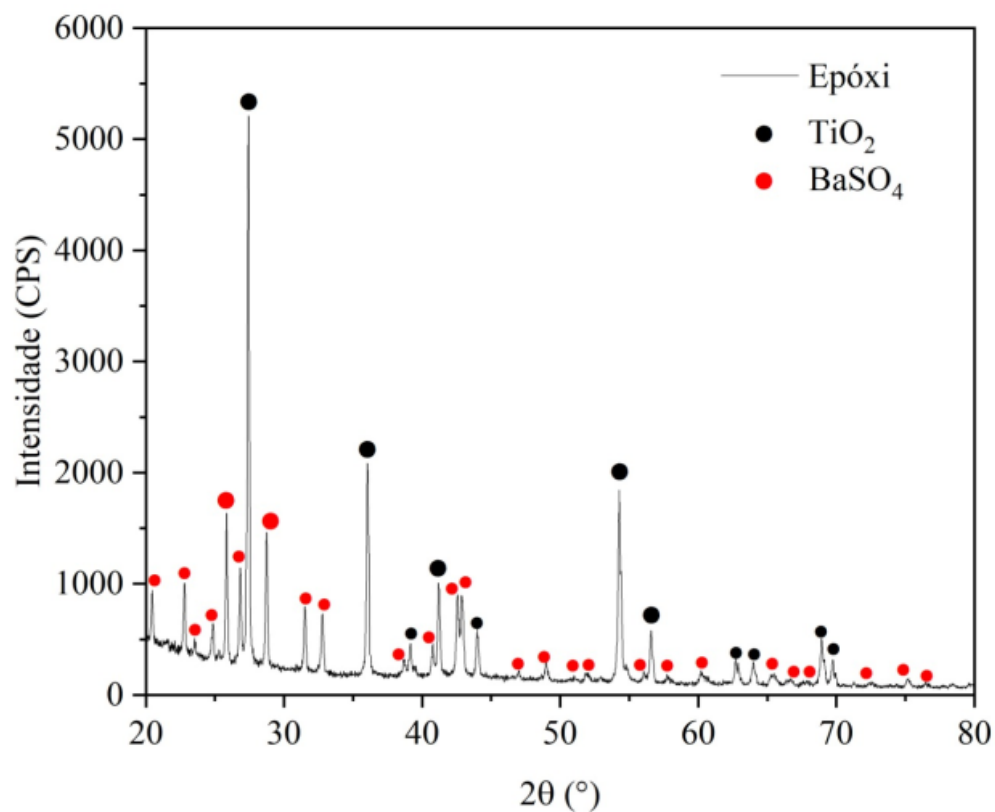


Figura 20 – Difratograma da tinta epóxi. Fonte: Autor (2023).

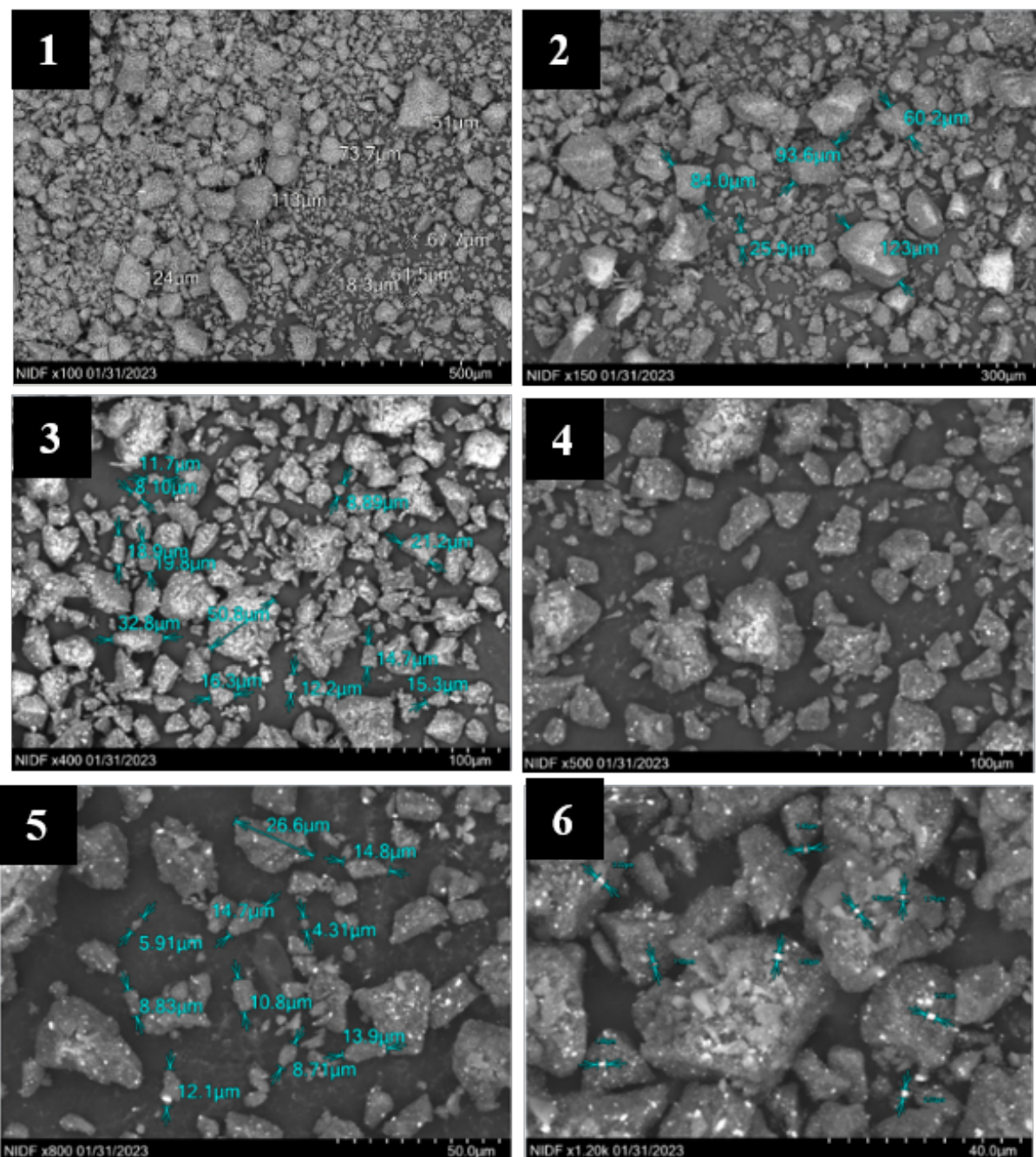


Figura 21 – Micrografias de microscópio eletrônico de varredura da tinta em pó epóxi nas ampliações 1) 100x; 2) 150x; 3) 400x 4) 500x; 5) 800x; 6) 1200x. Fonte: Autor (2023).

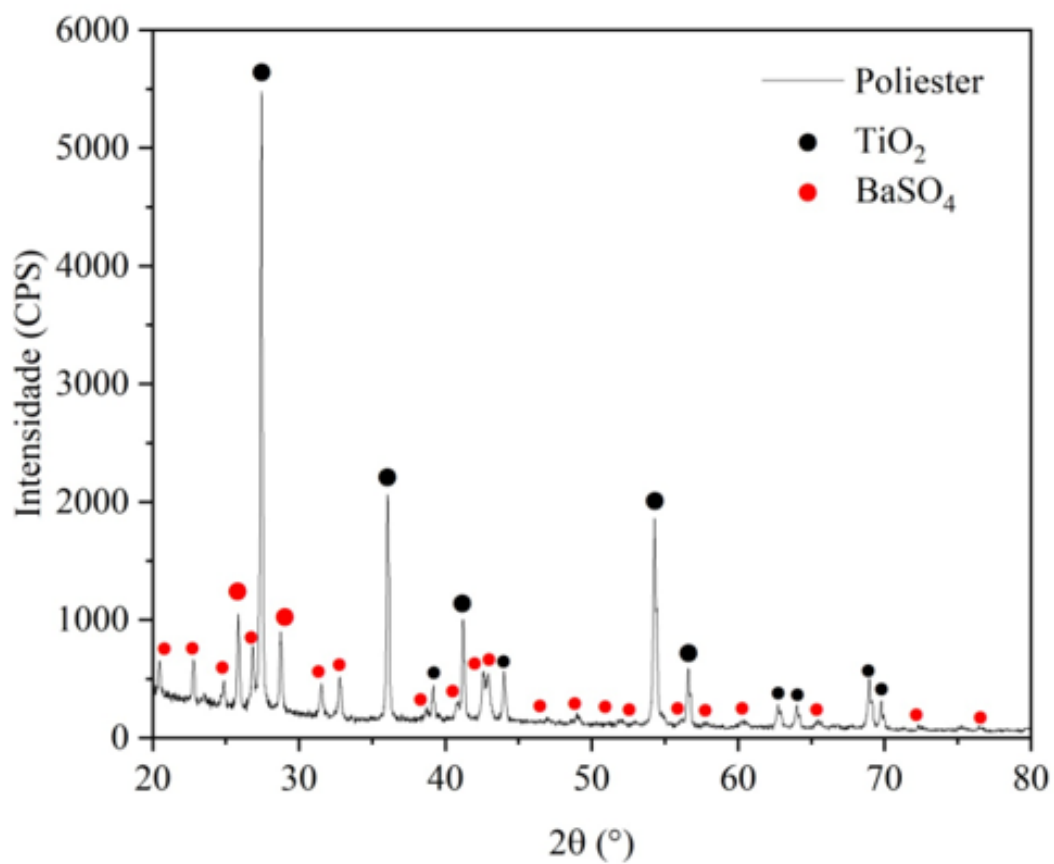


Figura 22 – Difratoograma da tinta poliéster. Fonte: Autor (2023).

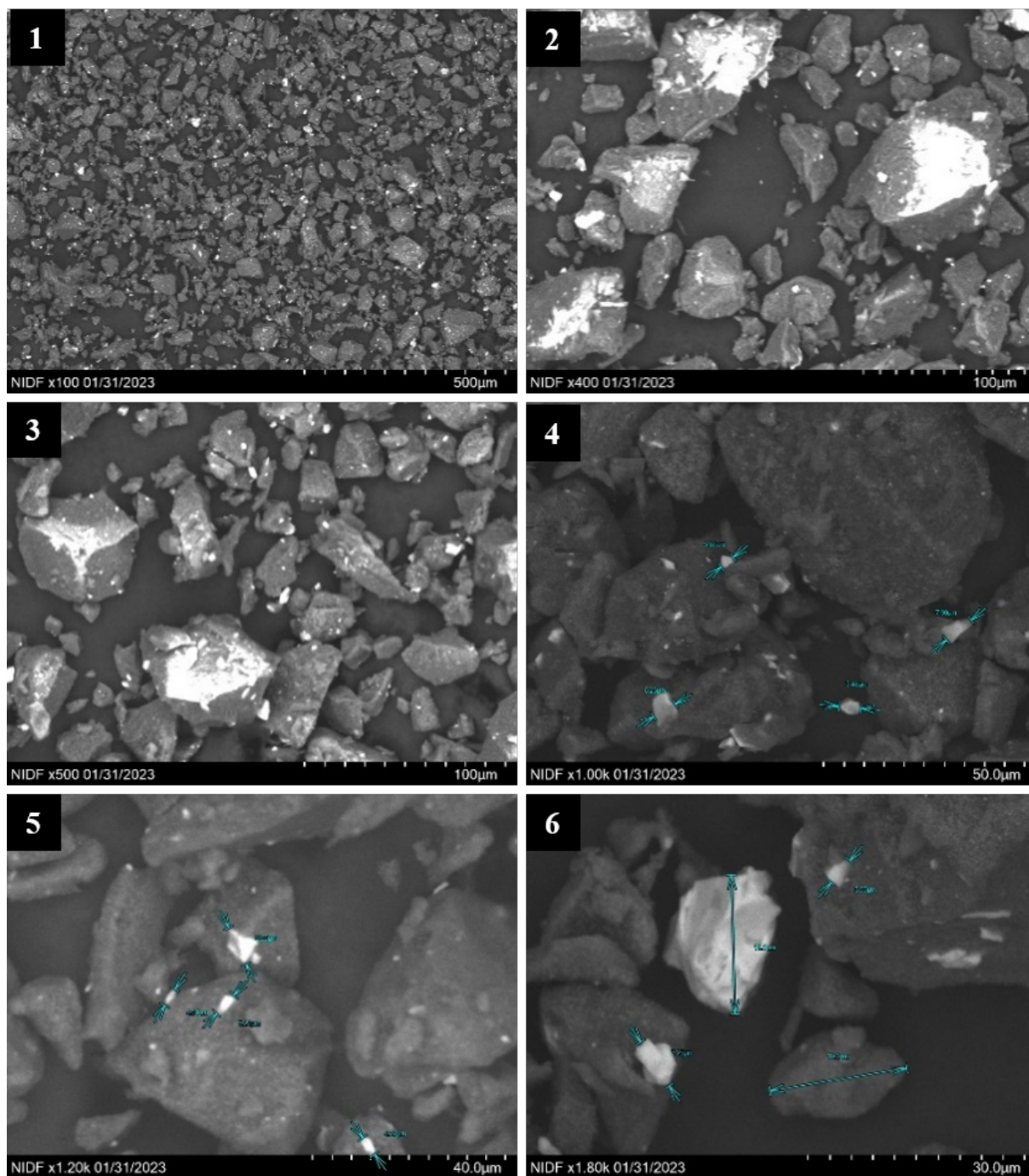


Figura 23 – Micrografias de microscópio eletrônico de varredura da tinta em pó poliéster. Ampliações: 1) 100x; 2) 400x; 3) 500x 4) 1000x; 5) 1200x; 6) 1800x.

Tabela 5 – Resultado refinamento de Rietveld realizado nas tintas epóxi e poliéster utilizados na pintura eletrostática. Fonte: Autor (2023).

Tinta epóxi ($\chi^2 = 2,56$)					
Parâmetros de rede					
Fases Cristalinas	"a"	"b"	"c"	Volume (Å³)	%
<i>TiO₂</i>	4,5965	4,5965	2,9604	62,54	76,0
<i>BaSO₄</i>	8,8816	5,4572	7,1590	346,9	24,0
Tinta poliéster					
<i>TiO₂</i>	4,5956	4,5956	2,9598	62,41	81,4
<i>BaSO₄</i>	8,8754	5,4552	7,1562	346,5	18,6
<i>BaSO₄</i> – Grupo espacial: (62) P n m a, Ficha ISCD 33732					
<i>TiO₂</i> – Grupo espacial: (136) P 42/m n m, Ficha ICSD 109469					

As morfologias do pó da tinta epóxi mostram que as partículas têm uma forma semiesférica irregular, com tamanhos variados entre 1 μm e 150 μm . Os espectros da composição química do pó na tinta epóxi (Figura 24) mostraram titânio, carbono, enxofre, bário e oxigênio presentes. Os resultados da difração de raios X (Tabela 5) mostraram que o pó da tinta epóxi é composto por BaSO_4 (24%) e óxido TiO_2 (76%). O sulfato de bário não é tóxico devido à sua insolubilidade. O BaSO_4 é frequentemente utilizado como agente de contraste em exames de diagnóstico gastrointestinal por raios X. O pó de TiO_2 é normalmente utilizado como pigmento branco em tintas, cosméticos, protetores solares e batons. É quimicamente estável, não tóxico e tem um custo relativamente baixo. Além disso, absorve radiação com um comprimento de onda de 365 nm, o que o torna atrativo para várias aplicações, entre elas o aumento do brilho, da opacidade e da cor branca na indústria das tintas. Os cristais de TiO_2 possuem três formas alotrópicas: anatase (tetragonal), rutilo (tetragonal) e brookita (ortorrômbica). As diferenças entre a anatase e o rutilo são a simetria cristalina e os parâmetros de rede. A anatase tem uma estrutura tetragonal com grupo espacial I41/amd, parâmetros de rede $a = b = 3,7842 \text{ \AA}$, e $c = 9,5146 \text{ \AA}$. O rutilo tem simetria tetragonal, estrutura cristalina com simetria P42/mnm, e parâmetros de rede $a = b = 4,596 \text{ \AA}$, e $c = 2,960 \text{ \AA}$. O BaSO_4 tem uma estrutura cristalina ortorrômbica, simetria Pnma, e planos de clivagem na face cristalográfica {001} (62). O BaSO_4 tem aplicações industriais em fluidos de perfuração de gás e como aditivo em tintas, pigmentos, vernizes, vidros, papéis e plásticos (63).

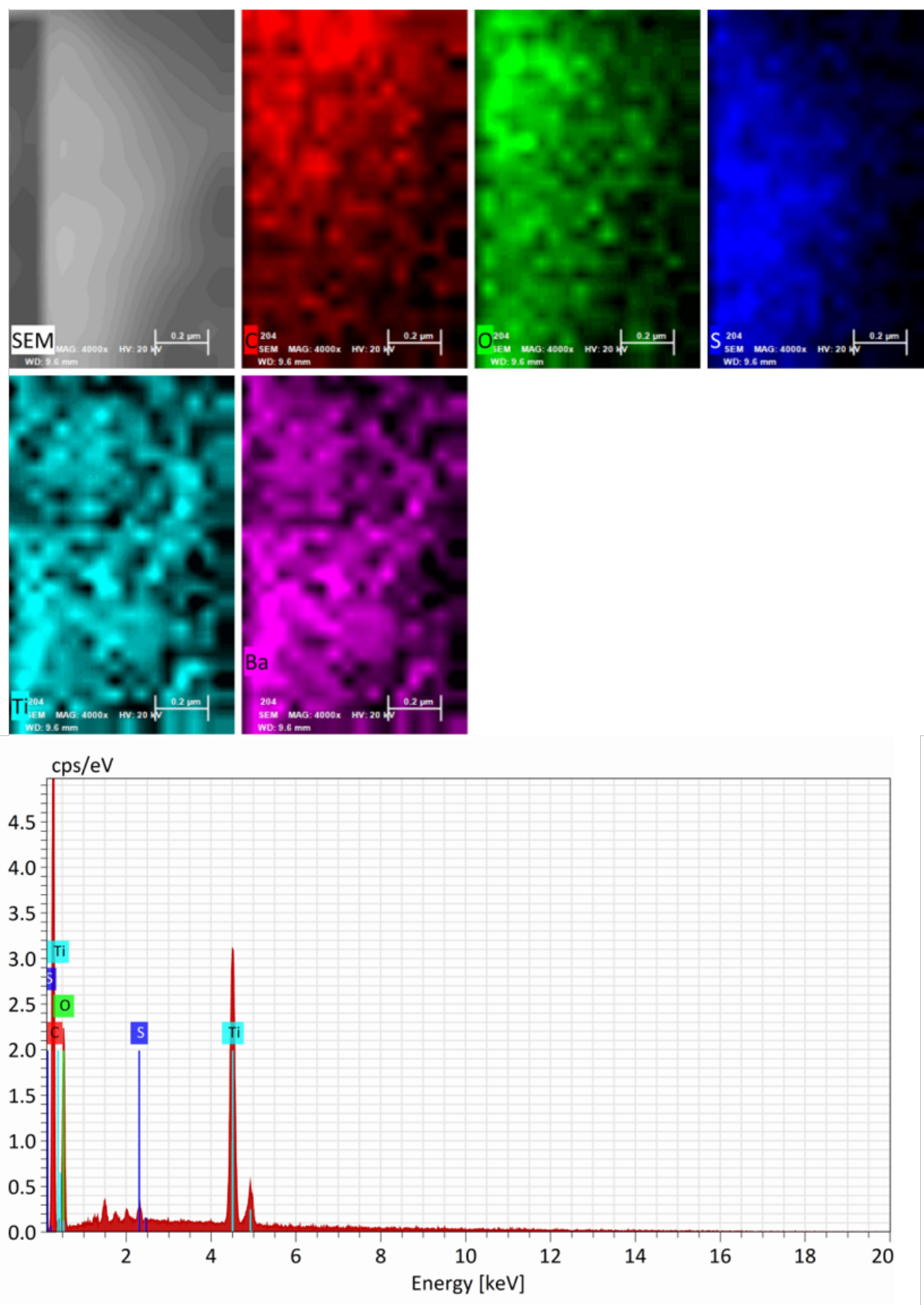


Figura 24 – Mapeamento e espectro por EDS da tinta em pó epóxi utilizada na pintura eletrostática da zircônia. Fonte: Autor (2023).

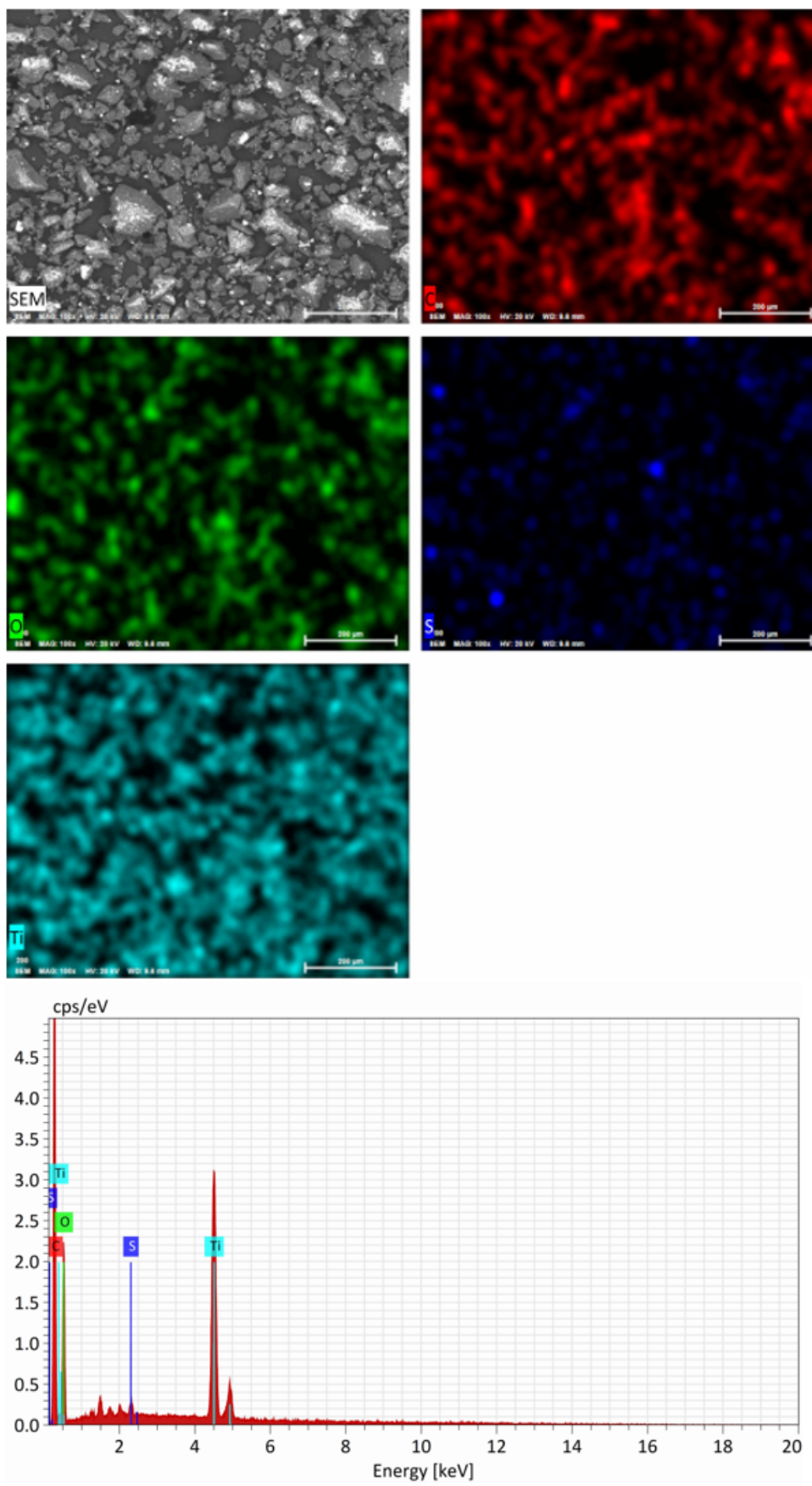


Figura 25 – Mapeamento e espectro por EDS da tinta em pó poliéster utilizada na pintura eletrostática da zircônia. Fonte: Autor (2023).

As morfologias do pó da tinta poliéster mostram que as partículas têm uma forma retangular irregular ou acicular, de bordas e quinas acentuadas (Figura 21), com tamanhos entre 4 μm e 123 μm . Os espectros da composição química do pó (Figura 24) mostraram também titânio, carbono, enxofre, bário e oxigênio, como na tinta epóxi, variando apenas a porcentagem de cada elemento químico encontrado. A difração de raios X (Tabela 5) mostrou que o pó de tinta poliéster é composto por O BaSO_4 (18,6 %) e óxido TiO_2 (81,4 %), mantendo-se iguais os mesmos grupos espaciais:

- O BaSO_4 – Grupo espacial: (62) $Pnma$
- TiO_2 – Grupo espacial: (136) $P42/mnm$

4.1.1 Fluorescência de Raios X

Os resultados de fluorescência de raios X realizados nos pós de tintas epóxi e poliéster são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Fluorescência de raios X das tintas epóxi e poliéster. Autor (2023)

Tinta Epóxi						
P	S	Ca	Ti	Fe	Br	Rb
0,579%	1,928%	0,133%	77,237%	204,9 ppm	548,8 ppm	0,0 ppm
Sr	Zr	Nb	Sn	Ba	Pt	
771,4 ppm	0,600%	252,5 ppm	324,4 ppm	18,467%	43,4 ppm	
Tinta Poliéster						
P	S	Ca	Ti	Fe	Mo	Mg
0,128%	3,774%	0,261%	31,132%	438,6 ppm	22,3 ppm	454,0 ppm
Sr	Zr	Nb	Si	Ba	Cu	
0,138%	0,273%	123,0 ppm	0,377%	63,429%	103,7 ppm	

4.1.2 Avaliação Biológica das Tintas - Citotoxicidade

Os testes de citotoxicidade das tintas realizados nesse estudo foram executados durante 24, 48 e 72 horas e os resultados mostraram que não houve aumento da proliferação celular. Os resultados mostraram uma baixa taxa de crescimento celular nos testes de cultura de células, independentemente dos testes de citotoxicidade. Ragonha et al.(13) observaram que a liga Co-Cr com revestimento obtido com a pintura eletrostática com tinta epóxi permite a adesão, espalhamento e proliferação de fibroblastos humanos. A partir de 96 e 120 h, ocorre aumento da proliferação celular e baixa taxa de morte celular, confirmando que a tinta epóxi é biocompatível nos testes in vitro. Os resultados dos testes de citotoxicidade realizados no presente trabalho, ratificam os resultados de Ragonha et al.(13) indicando que a tinta epóxi não apresenta sinais de citotoxicidade. Durante os

testes, foram encontrados grânulos intracitoplasmáticos descontínuos nos testes, sem lise celular. As células apresentaram-se intactas, sem qualquer alteração morfológica, atingindo uma subconfluência de aproximadamente 100%. Os resultados foram idênticos ao controle negativo, apresentando um índice de ação citotóxica de 0, com efeito não tóxico para a linha celular NCTC Clone 929 (ATCC CCL 1). No controle positivo, a características de toxicidade verificou-se pela quase destruição das camadas celulares. Os resultados dos testes de citotoxicidade da tinta poliéster em pó, ou mesmo em fragmentos curados desse revestimento obtidos no presente trabalho, indicaram que a tinta poliéster também não apresenta sinais de citotoxicidade. Características bastante similares aos resultados obtidos para a tinta epóxi, foram observadas na tinta poliéster. Considerando que as tintas são compostas basicamente da mesma formulação química (TiO_2 e BaSO_4) e características morfológicas das partículas, fica elucidado que a matriz polimérica de poliéster não interfere na biocompatibilidade da tinta utilizadas nessa tese bem como a tinta epóxi. Na literatura sobre a biocompatibilidade da tinta epóxi foi encontrado um único trabalho referente ao tema. Há carência total de literatura referente aos aspectos biológicos desse revestimento de poliéster. Portanto esses resultados são importantes para validação da técnica. Assim, os resultados dos testes de citotoxicidade indicam, em caráter preliminar, que há potencial para uso dessa técnica de pintura eletrostática utilizando ambas as tintas para aplicações dentárias. É importante realizar testes complementares seguindo as normas técnicas em vigor para aprovação dos protocolos aqui estudados na área odontológica.

4.2 Caracterização das amostras de zircônia

4.2.1 Densidade Relativa

Na Figura 26, são apresentados os resultados de medidas de densidade relativa das amostras de zircônia após sinterização.

Pode ser observada que a densidade relativa das amostras pré-sinterizadas é da ordem de 55% da densidade teórica do material, portanto, o material ainda apresenta porosidade residual alta. Essas características das matérias-primas (blocos) de zircônia, são importantes para o processo de usinagem dos blocos cerâmicos, usualmente realizadas por fresagem CAD/CAM, pois permitem que as fresas não sofram desgastes excessivos e garantam a qualidade superficial das próteses usinadas. Contudo, as próteses dentárias à base de zircônia somente poderão ser utilizadas após densificação completa utilizando sinterização em altas temperaturas, cujo objetivo principal é eliminar porosidade residual e garantir efeitos estéticos associados a alta resistência mecânica. Nesse sentido, os resultados apresentados na Figura 26. indicaram densidade relativa superior a 99% ao material. Essas características são semelhantes as próteses dentárias e permitem a reprodutibilidade com situações clínicas reais no sentido das superfícies originais e suas sequencias nos protocolos

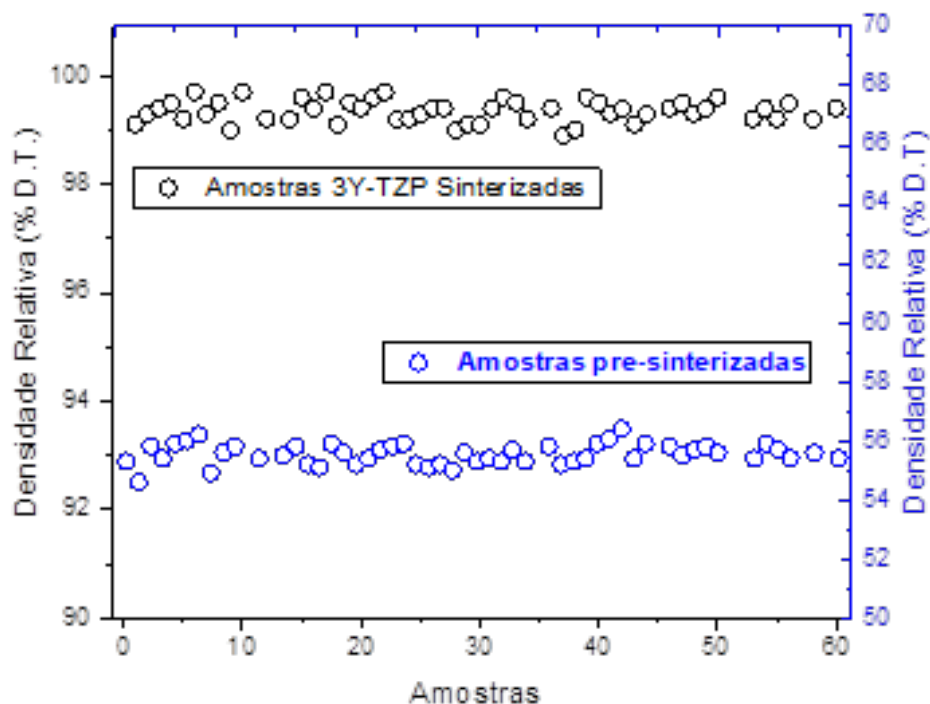


Figura 26 – Densidade relativa das amostras pré-sinterizadas e após sinterização a 1530°C-2h. Fonte: Autor (2023).

de recobrimento estudados nesse trabalho.

4.2.2 Caracterização Cristalográfica e Microestrutural

Mostra-se na Figura 27 o difratograma e a morfologia da zircônia sinterizada (Y-TZP).

O resultado da análise de difração de raios-X da zircônia, indicou uma elevada percentagem de ZrO_2 -tetragonal como fase cristalina principal (75%) e ZrO_2 cúbico como fase secundária (perto de 25%). A microestrutura apresenta um tamanho de grão refinado, com grãos tetragonais menores que $1 \mu m$. A densidade relativa foi de $99,6 \pm 0,4\%$, promissora para aplicações estruturais. Esta estrutura cristalina, a microestrutura refinada e a elevada densificação aumentam as propriedades mecânicas.

Na Figura 28 são mostrados os valores médios de dureza e tenacidade à fratura das amostras de zircônia sinterizada a 1550°C-2h.

Utilizou-se a metodologia determinando os valores de dureza das amostras seguindo a norma ASTM C1327-15 (64), a qual fornece o método de teste padrão para obter a dureza Vickers de cerâmicas avançadas. Devido a razões estatísticas, foram realizadas cerca de 15 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das 05 amostras utilizadas e

aplicando carga de indentação de 1000 gF. As indentações foram realizadas de maneira que as distâncias entre os centros das impressões fossem superiores a quatro vezes a diagonal da indentação ($4d$), para evitar a possibilidade de interferência do campo de tensão da indentação anterior na nova indentação realizada. Observando os resultados encontrados de dureza Vickers nas amostras de zircônia do estudo, nota-se que os valores estão na ordem de 1200-1295 HV, demonstrando valores pertinentes de dureza encontrados na literatura.

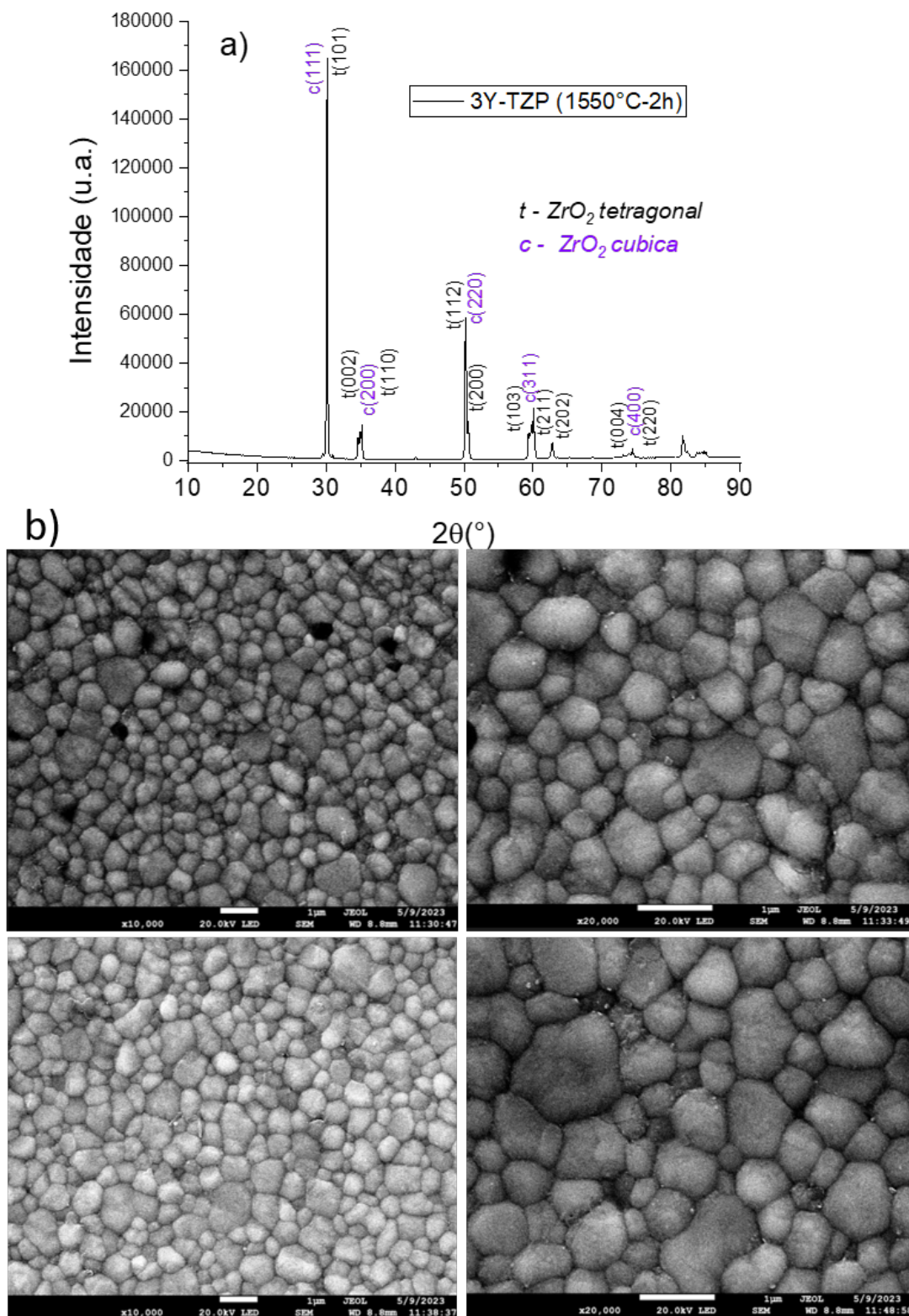


Figura 27 – (a) Difratoograma de raios X; (b) morfologia representativa da zircônia Y-TZP sinterizada a 1550 °C por 2 h. Fonte: Autor (2023).

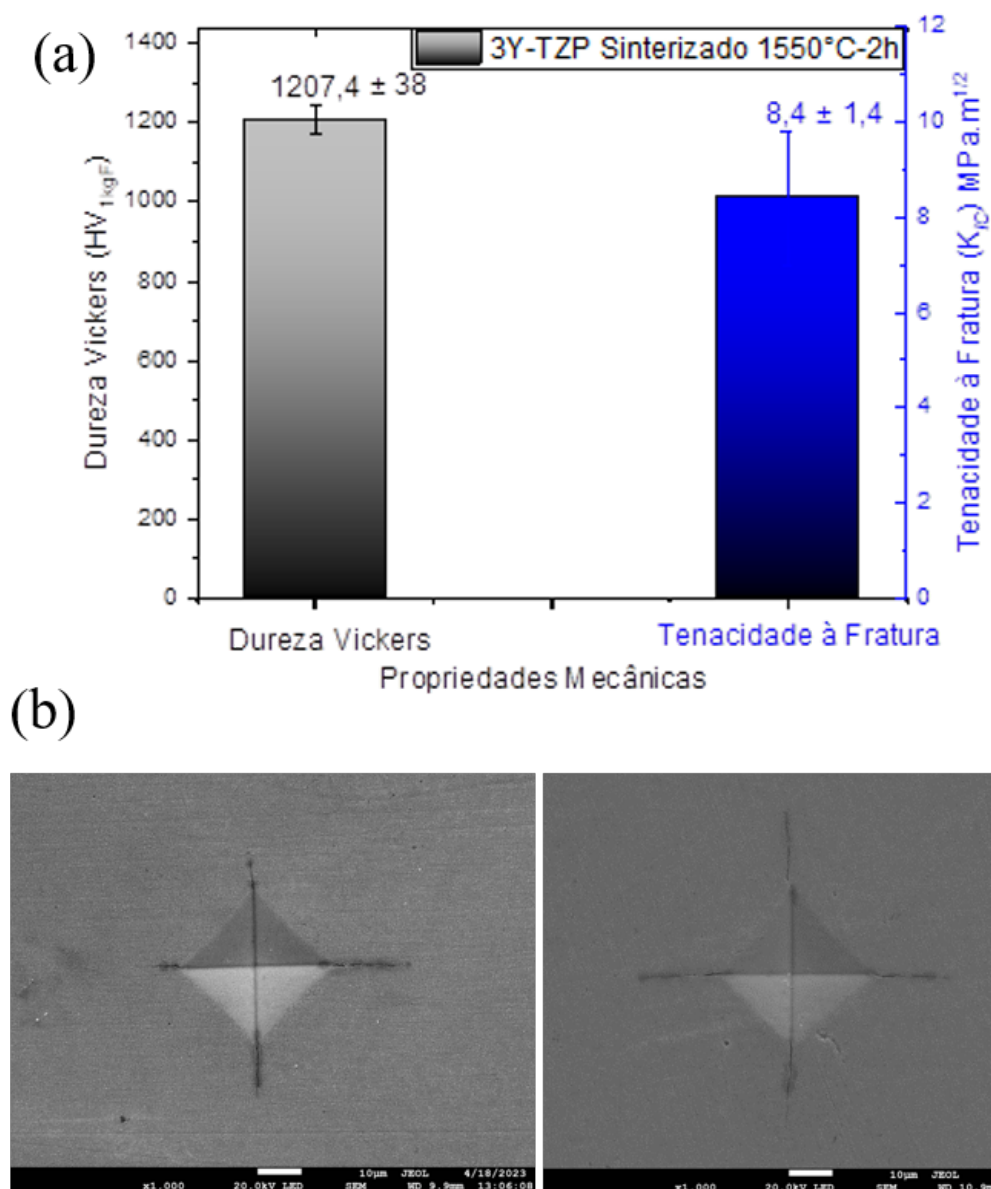


Figura 28 – (a) Dureza e tenacidade à fratura das amostras de zircônia sinterizadas, b) típicas indentações Vickers e detalhes das trincas nos vértices das indentações. Fonte: Autor (2023).

4.3 Resistência ao Cisalhamento

Após as preparações das amostras fez-se o teste da resistência a adesão na dentina sintética NG-10. Os resultados são apresentados na Figura 29.

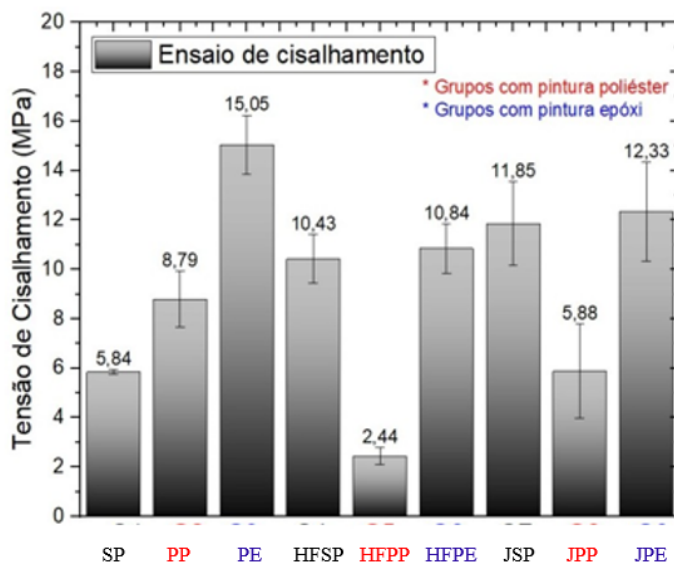


Figura 29 – Resistência ao cisalhamento da união da zircônia à dentina sintética NG-10. Fonte: Autor (2023).

Na Figura 29 pode-se observar que as amostras do grupo PE (amostra pintada com tinta epóxi) apresentaram resistência ao cisalhamento 257% maior que as amostras do grupo SP (sem pintura). Comparando a influência do tipo de tinta, o grupo PE (tinta epóxi) apresentou resistência ao cisalhamento 71% maior que o grupo PP (tinta poliéster). Comparando os resultados das amostras em que fez-se o ataque com HF 10%, grupos HFSP, HFPP E HFPE, as amostras sem pintura (HFSP) apresentaram falha com tensão de 10,43 MPa, a qual foi semelhante a do grupo HFPE (pintura epóxi). Comparando o tipo de tinta, a pintura poliéster (HFPP) resistiu 2,44 MPa e a pintura com epóxi (HFPE) resistiu 10,84 MPa. Comparando os resultados das amostras em que fez-se o jateamento com alumina, grupos JSP, JPP E JPE, as amostras sem pintura (JSP) apresentou falha com tensão de 11,85 MPa, a qual foi semelhante a do grupo JPE (pintura epóxi). Comparando o tipo de tinta, a pintura poliéster (JPP) resistiu 5,88 MPa e a pintura com epóxi (JPE) resistiu 12,33 MPa. Dado a similaridade e composição química entre as duas tintas, tende-se a definir essa variação de resultado em função das características de polimerização durante a cura, que não foi estudado no presente trabalho. O mesmo tipo de comportamento ocorre com o jateamento com a alumina. A pintura com tinta poliéster reduz a resistência ao cisalhamento. A pintura com tinta epóxi (Grupo JPE) é 109% maior que a pintura com tinta poliéster (Grupo JPP) e 4% maior que o grupo (JSP) (somente jateada e sem pintura). Portanto, foi decidido desenvolver o restante do trabalho com a tinta epóxi, o

qual induz resultados sempre superiores aos protocolos originais e muito melhores que o protocolo de poliéster. Observamos uma pequena melhoria na adesão, conforme vemos na literatura, de melhores tensões cisalhantes com ataque ácido. Comparando os grupos com HF a 10% HFSP, HFPP e HFPE, observamos que o grupo poliéster HFPP reduz a adesão entre os grupos HFSP e HFPE. Comparando os dois grupos, observa-se que eles estão na mesma ordem de grandeza, não tendo ganhos significativos em tensão de cisalhamento do ataque de HF, mas também não observamos perda de tensão cisalhante quando se usa a pintura epóxi (grupo HFPE). Os resultados do grupo HFPP (poliéster), indica redução em 41% na tensão cisalhante do grupo poliéster em relação ao grupo SP controle, e aumento em relação ao grupo HFPE superior em 344%. Este resultado mostra que a pintura da zircônia com tinta epóxi aumenta a eficiência do processo de adesão e tensão de cisalhamento. Comparando os grupos jateados com alumina JSP, JPP e JPE observou-se um pequeno aumento de tensão cisalhante comparado com o ataque de ácido HF 10%. O grupo JSP (sem pintura) foi 13% maior de tensão de cisalhamento do que o grupo HFSP (sem pintura), e entre os grupos JPE (jateamento e epóxi) e HFPE (HF e epóxi), observou-se um aumento também de 13%.

Ao comparar-se o grupo JPE (jateamento e epóxi) com o grupo JPP (jateamento e poliéster), há diferença da tensão de cisalhamento 109% superior da adesão da tinta epóxi em relação à tinta poliéster.

Ao comparar a tensão cisalhante entre os grupos JPE (jateamento e epóxi) com o grupo SP (controle), há aumento significativo de tensão de cisalhamento da adesão da tinta epóxi de 111%. Os grupos JPP (jateamento e poliéster) e grupo SP (controle), os valores de tensão de cisalhamento foram praticamente iguais.

A pintura da zircônia de todos os grupos (sem pintura, com ataque ácido e jateada) aumenta a tensão de cisalhamento da interface de adesão à dentina sintética. As amostras pintadas com tinta epóxi do grupo PE apresentam a maior resistência ao cisalhamento. Com base neste resultado, as amostras do grupo PE foram submetidas às análises das propriedades ópticas, determinação da rugosidade e novos ensaios de cisalhamento.

4.4 Análise da Rugosidade 3D das Superfícies de Zircônia

Na Tabela 7 mostra-se os dados da rugosidade da superfície da zircônia (R_a) e (R_q), em 3 regiões (C1, C2 e C3), antes (SP) e após a pintura (PE e PP). Com o objetivo de analisar a influência da rugosidade do revestimento após a pintura, as amostras dos grupos PE e PP foram submetidas ao tratamento de ataque com HF 10% seguido da silanização com MDP. Estas amostras receberam o código PEHF e PPHF. O uso é usado na clínica para aumentar a adesão do cimento resinoso nas próteses cerâmicas.

Mostra-se na Tabela 7 que o grupo controle (SP) apresentou os maiores parâmetros

de rugosidade superficial ($R_a = 0,544 \pm 0,041 \mu\text{m}$ e $R_q = 0,646 \pm 0,035 \mu\text{m}$). Não foi observada diferença estatisticamente significativa entre as amostras pintadas dos grupos (PE) (sem com 10% de HF, $R_a = 0,070 \pm 0,021 \mu\text{m}$ e $R_q = 0,178 \pm 0,066 \mu\text{m}$) e após tratamento com HF 10%, $R_a = 0,082 \pm 0,008 \mu\text{m}$ e $R_q = 0,275 \pm 0,034 \mu\text{m}$).

Tabela 7 – Parâmetros da rugosidade R_a e R_q das amostras antes da pintura (SP), após a pintura (PE e PP) e após o ataque ácido do revestimento (PEHF e PPHF).

Grupos	Ra/Rq	Área C1	Área C2	Área C3	Média-Desvio padrão
SP	Ra	0,500	0,551	0,581	$0,544 \pm 0,041$
	Rq	0,646	0,646	0,646	$0,646 \pm 0,035$
PE	Ra	0,078	0,086	0,047	$0,070 \pm 0,021$
	Rq	0,200	0,231	0,104	$0,178 \pm 0,066$
PEHF	Ra	0,080	0,090	0,075	$0,082 \pm 0,008$
	Rq	0,239	0,307	0,280	$0,275 \pm 0,034$
PP	Ra	0,532	0,657	0,671	$0,620 \pm 0,076$
	Rq	1,692	1,082	2,132	$1,635 \pm 527,28$
PPHF	Ra	0,772	0,723	0,918	$0,804 \pm 0,101$
	Rq	2,441	2,070	2,627	$2,379 \pm 283,57$

Pode-se observar na Tabela 7 que as amostras de zircônia sem pintura (grupo SP) apresentou os maiores parâmetros de rugosidade. As amostras deste grupo foram lixadas e as ranhuras não foram removidas após a sinterização. Com a pintura, o revestimento recobriu as ranhuras do lixamento e reduziu significativamente a rugosidade. Analisando a influência do ataque com HF 10% do revestimento, pode-se observar que não houve diferença entre os grupos PE e PEHF. O mesmo comportamento ocorreu entre os grupos PP e PPHF, mas comparando os grupos PE e PP existe diferença. Este resultado pode ser associado ao fato que a tinta epóxi é denominada “tinta lisa”, e a tinta poliéster designada “tinta microtexturizada”. Este comportamento foi desenvolvido pelo fabricante e mantido sob sigilo.

A rugosidade da tinta após o condicionamento com HF 10% pode melhorar a adesão do cimento resinoso no revestimento de tinta, especialmente após a aplicação da camada de 10-MDP.

As Figuras 30 a 44 mostram a rugosidade das amostras antes e depois da pintura. Pode-se observar que o revestimento de tinta epóxi alterou a morfologia. A amostra do grupo controle (SP), sem pintura, apresenta uma superfície com picos e vales com diferentes dimensões. As amostras pintadas dos grupos (PE) com ou sem tratamento HF apresentou uma superfície com morfologia homogênea, mais lisa, com poucas variações nas dimensões dos picos e vales. Foi observado no MEV que após o condicionamento ácido da superfície pintada por mais de 2 min ocorre a degradação da matriz polimérica.

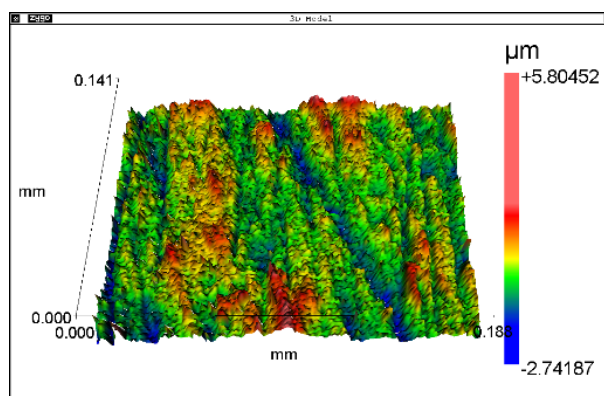


Figura 30 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C1. Ra- 0,500 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria. Fonte: Autor (2023).

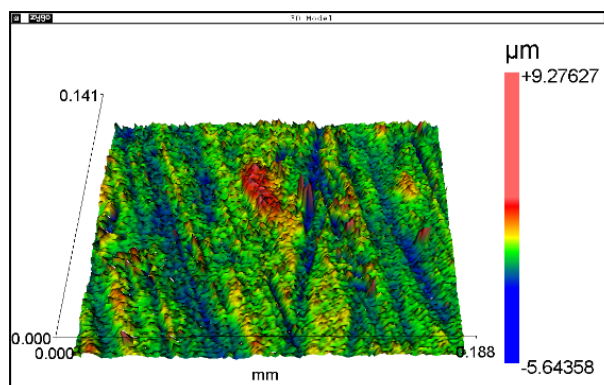


Figura 31 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C2. Ra- 0,551 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria. Fonte: Autor (2023).

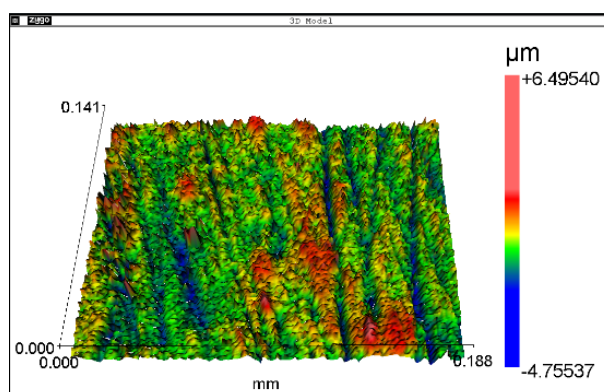


Figura 32 – Morfologia da superfície da amostra do grupo sem pintura (SP). Área C3. Ra- 0,581 µm; Rq- 0,646 µm. Imagem obtida por interferometria. Fonte: Autor (2023).

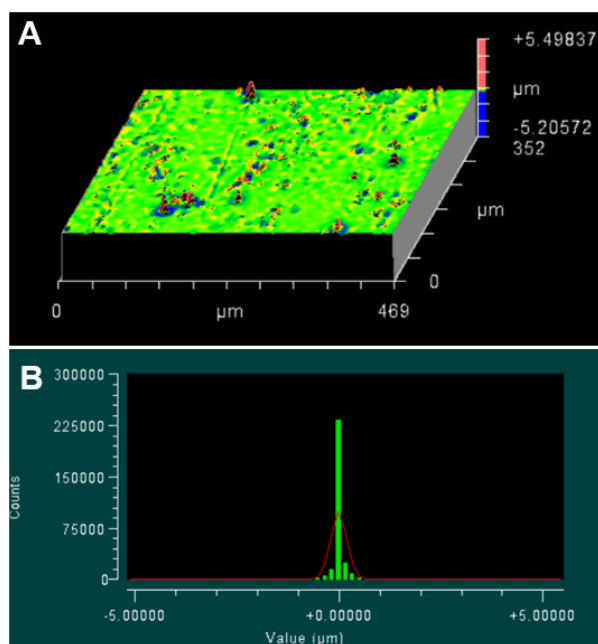


Figura 33 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C1, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,078 μm; Rq- 0,200 μm. Fonte: Autor (2023).

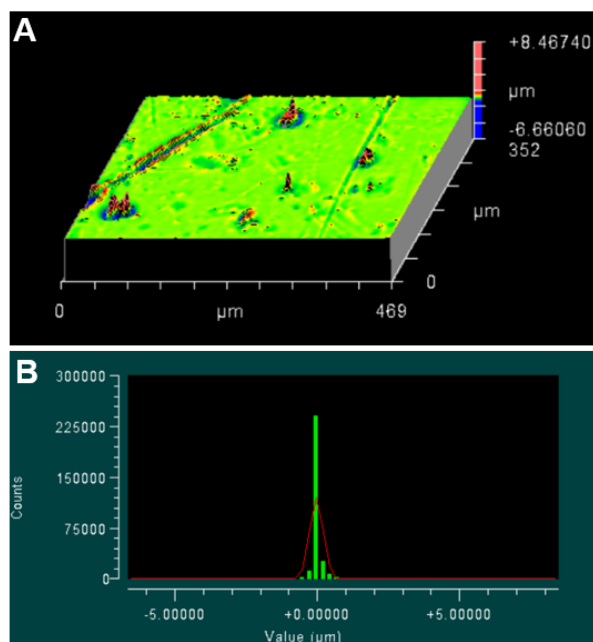


Figura 34 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C2, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,086 μm; Rq- 0,231 μm. Fonte: Autor (2023).

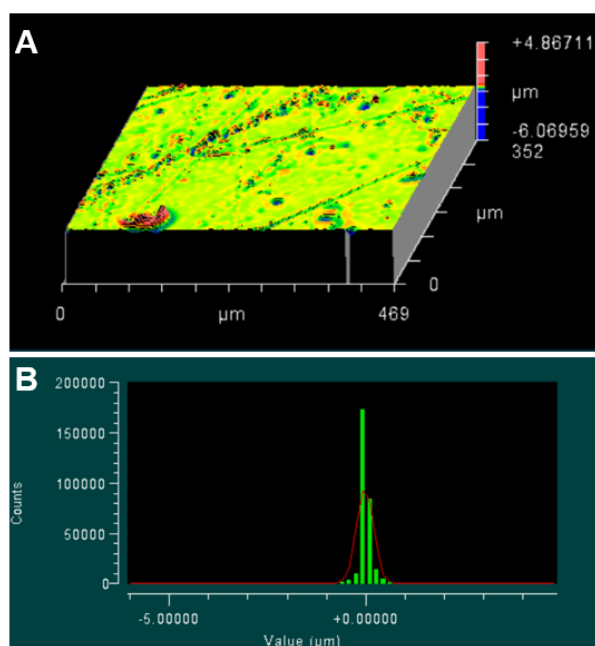


Figura 35 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C3, sem ataque HF 10% (PE). Ra- 0,082 μm; Rq- 0,202 μm. Fonte: Autor (2023).

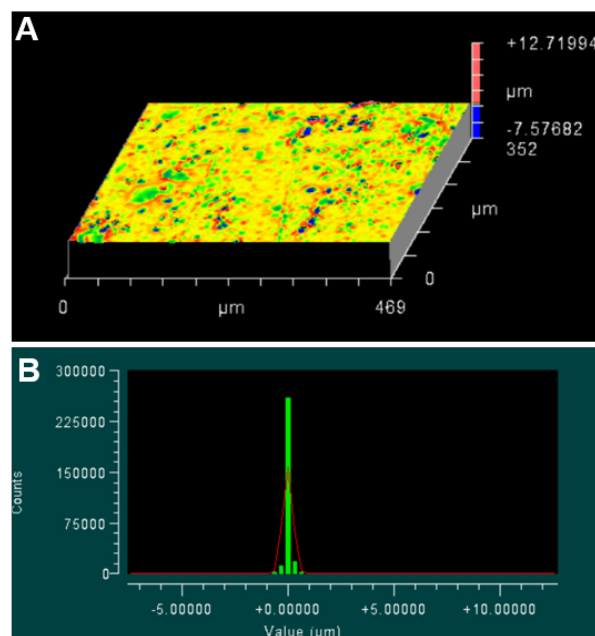


Figura 36 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C1, após ataque HF 10% 60 s. (PE) Ra- 0,080 μm; Rq- 0,239 μm. Fonte: Autor (2023).

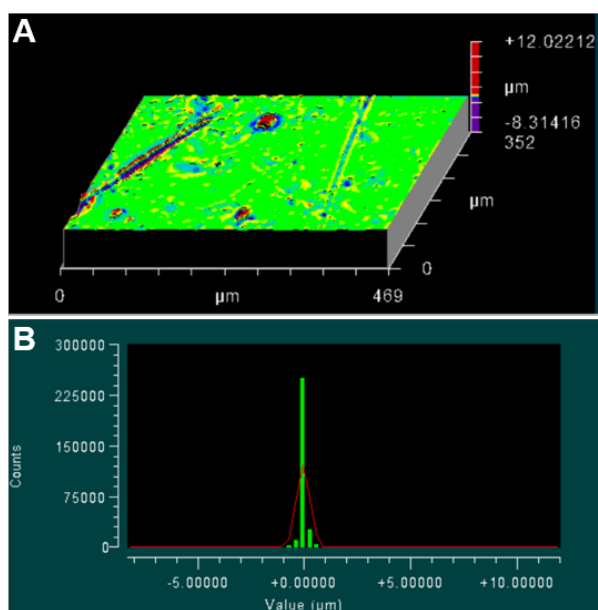


Figura 37 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C2, após ataque HF 10% 60 s. (PE) Ra- 0,090 μm ; Rq- 0,307 μm . Fonte: Autor (2023).

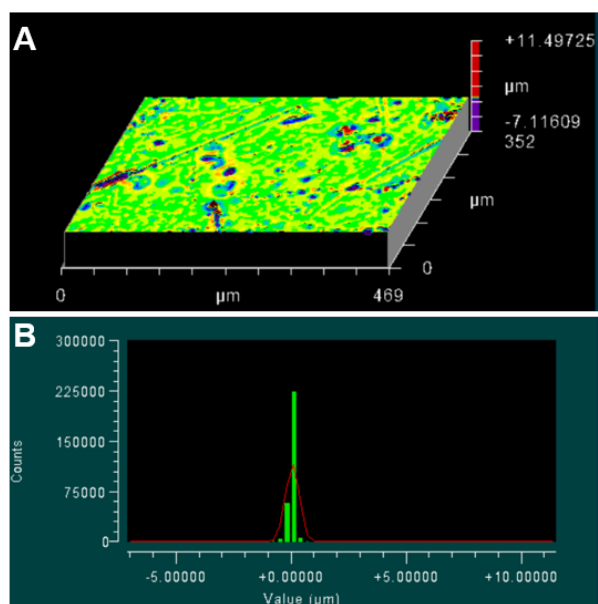


Figura 38 – Interferometria óptica (A) e histograma da superfície tinta epóxi lisa (B). Área C3, após ataque HF10% 60 s. (PE) Ra- 0,075 μm ; Rq- 0,280 μm . Fonte: Autor (2023).

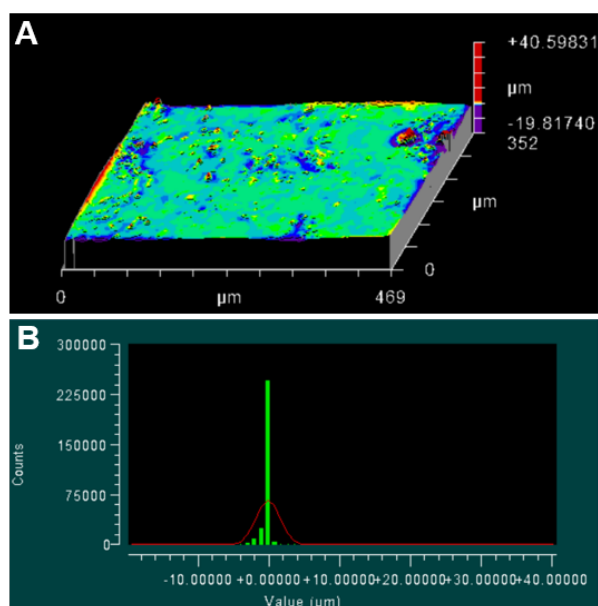


Figura 39 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C1, sem ataque HF10% 60 s (PP). R_a - 0,532 μm ; R_q - 1,692 μm . Fonte: Autor (2023).

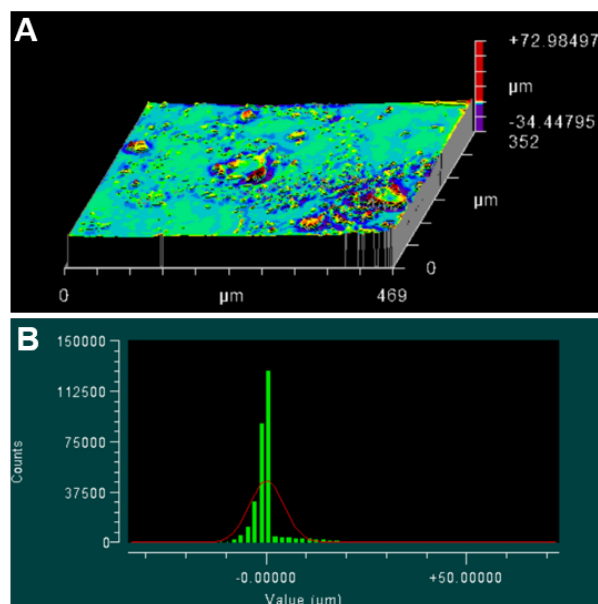


Figura 40 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C2, sem ataque HF 10% (PP). R_a - 0,675 μm ; R_q - 1,082 μm . Fonte: Autor (2023).

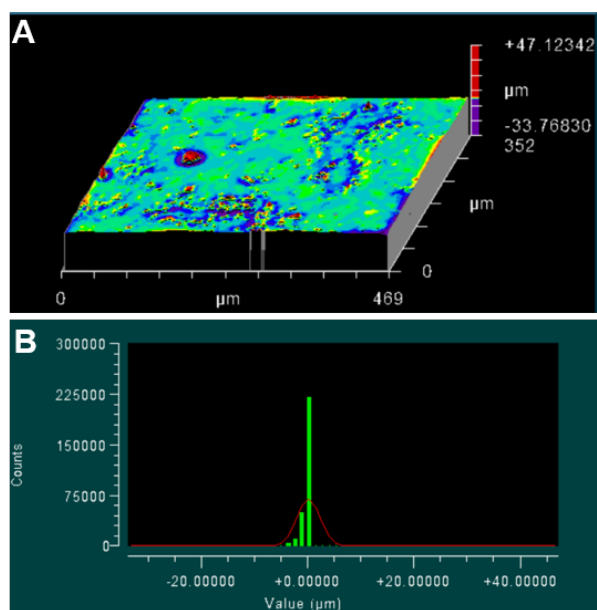


Figura 41 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C3, sem ataque HF 10% (PP). Ra- 0,671 μm ; Rq- 2,132 μm . Fonte: Autor (2023).

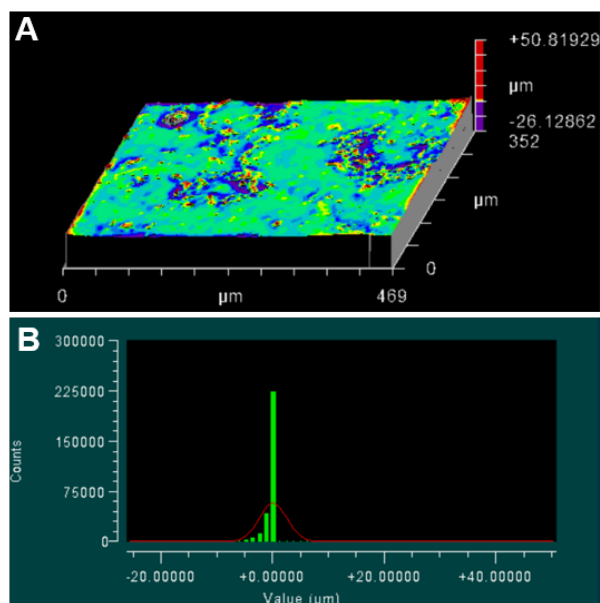


Figura 42 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C1 após ataque HF 10% (PP). Ra- 0,772 μm ; Rq- 2,441 μm . Fonte: Autor (2023).

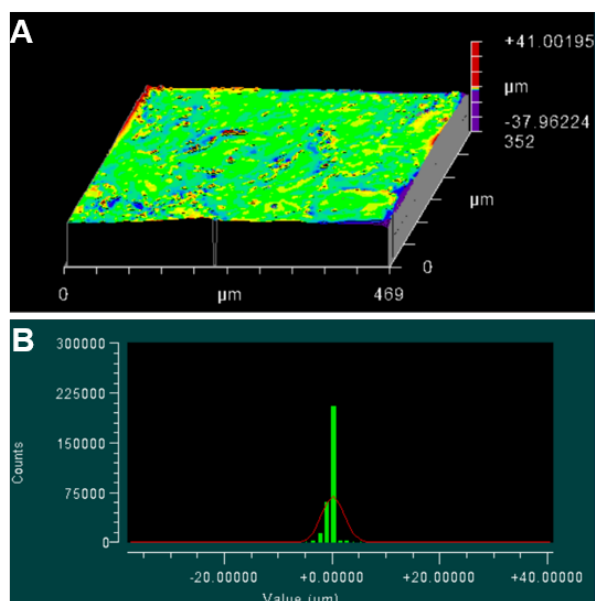


Figura 43 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C2, após ataque HF10% 60 s (PP). Ra- 0,723 μm ; Rq- 2,070 μm . Fonte: Autor (2023).

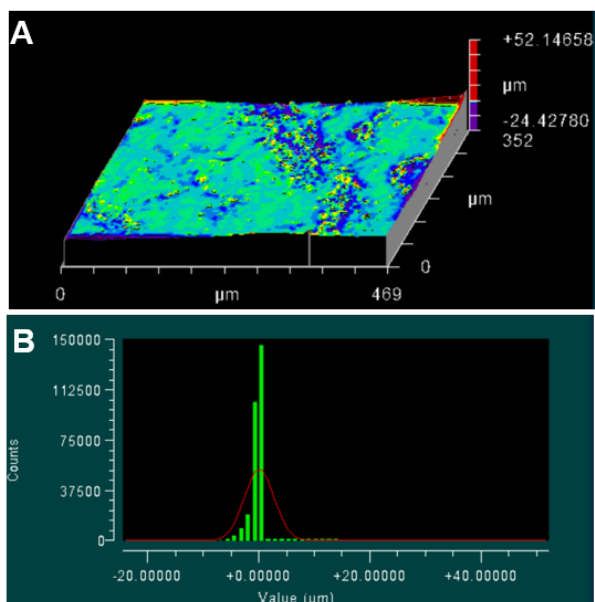


Figura 44 – Interferometria óptica (A), histograma da superfície tinta poliéster microtexturizada (B). Área C3, após ataque HF10% 60 s.(PP). Ra- 0,918 μm ; Rq- 2,627 μm . Fonte: Autor (2023).

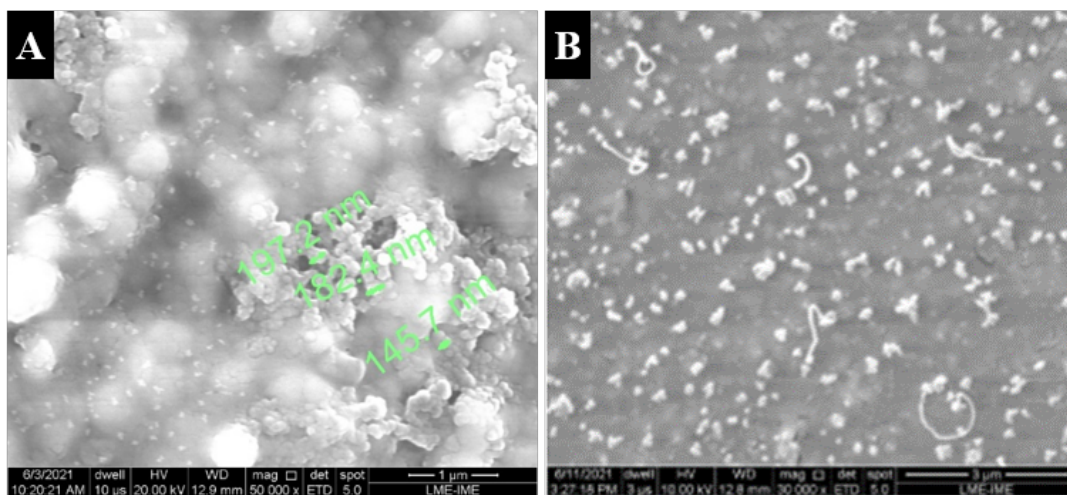


Figura 45 – Morfologia da superfície da zircônia após pintura com tinta epóxi e ataque com HF 10% do revestimento. (a) ataque com HF 10% durante 1 minuto. (b) ataque com HF 10% durante 2 minutos. Imagem MEV.

As Figuras 30 a 44 mostram a rugosidade das amostras antes e depois da pintura. Pode-se observar que o revestimento de tinta epóxi alterou a morfologia. A amostra do grupo controle (SP), sem pintura, apresenta uma superfície com picos e vales com diferentes dimensões. As amostras pintadas dos grupos (PE) com ou sem tratamento HF apresentou uma superfície com morfologia homogênea, mais lisa, com poucas variações nas dimensões dos picos e vales. Foi observado no MEV que no condicionamento ácido da superfície pintada por mais de 2 min ocorre a degradação da matriz polimérica.

4.5 Propriedades Ópticas da Zircônia Pintada com tinta Epóxi

A adesão entre materiais cerâmicos pode ser melhorada através de tratamento químico, físico e mecânico. O desafio foi desenvolver o processo para ter um bom desempenho adesivo da zircônia. Dentre os procedimentos adotados, o tratamento de superfície tem sido o mais utilizado. No presente estudo, foi realizado o desenvolvimento de pintura eletrostática com tinta epóxi em pó na zircônia 3Y-TZP. Com este procedimento, foi possível obter uma espessura de revestimento diferente alterando o tempo de pintura. O revestimento teve uma espessura máxima de 100 μm para 15 segundos de tempo de pintura, e a espessura foi de 50-65 μm para tempo de pintura de 7 segundos (ver Figura 48). A espessura entre 50-65 μm apresentou características que permitiram a adesão do cimento resinoso com eficiência e segurança.

Com o objetivo de avaliar a influência da espessura da tinta nas propriedades ópticas, as amostras foram submetidas a deposição da tinta em pó durante tempos diferentes. Mostra-se na Figura 46 os resultados da análise da razão de contraste (RC) em função do tempo de aplicação da tinta epóxi na superfície das amostras de zircônia com diferentes tratamentos de superfície. Os resultados da espectrofotometria não identificaram diferenças significativas entre os três grupos de preparação de superfície estudados PE-Sem tratamento da superfície e pintada com tinta epóxi; HFPE- Tratada com ácido hidrofúorídrico 10% (HF); JPE- jateada com óxido de alumínio (Al_2O_3).

Como esperado, a pintura eletrostática aumentou a opacidade, retratada pelos valores da razão de contraste (RC) em função do tempo de pintura. Isso ocorre porque, com o aumento do tempo de pintura, ocorre aumento da espessura da camada de tinta epóxi (branca) adicionada à superfície da zircônia. Com base neste resultado, é possível concluir que a espessura da tinta tem maior influência na opacidade do que o tratamento prévio da superfície antes da pintura. Foi possível observar que a razão de contraste para o grupo sem pintura ($\text{RC} = 0,72$) é menor em relação aos grupos com pintura. Para tempos de aplicação de tinta de 3s ou 7s, a razão de contraste foi entre 0,86 e 0,90. Tempos mais longos indicam maior opacidade, o que significaria uma perda substancial dos efeitos estéticos na zircônia dentária. Deve-se evitar maiores espessuras de tinta para

não comprometer os aspectos estéticos necessários para a utilização de próteses cerâmicas. Há necessidade de novas investigações para analisar os efeitos efetivos da aplicação do revestimento de tinta em próteses anteriores. É importante analisar a estética e seus benefícios no aumento da resistência à adesão. No presente trabalho foi escolhido o tempo de pintura de 7 segundos para permitir alguma translucidez ao material com garantia de maior resistência ao cisalhamento da adesão à dentina sintética.

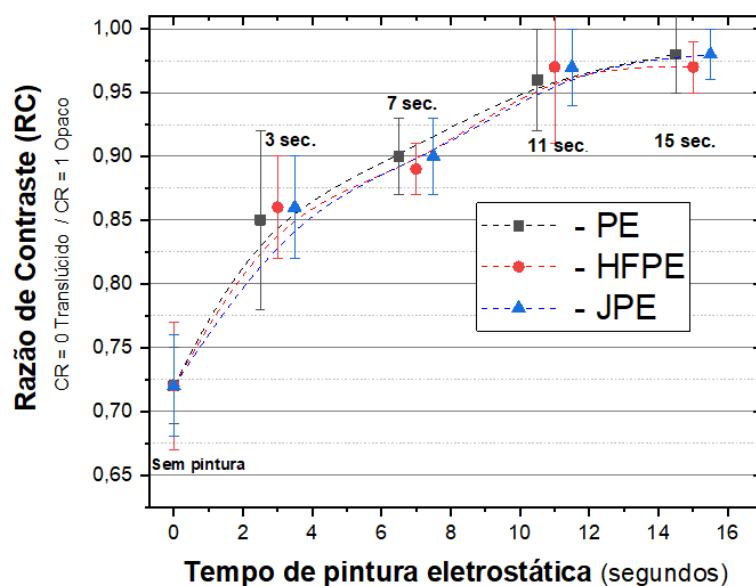


Figura 46 – Razão de contraste das amostras de zircônia 3Y-TZP em função do tempo de aplicação da pintura eletrostática. Fonte: Autor (2023).

Uma melhor opacidade resulta da difração da luz e é influenciada pelo índice de refração. Os pigmentos coloridos proporcionam opacidade através da absorção da luz visível e os pigmentos brancos proporcionam opacidade através da dispersão da luz. O pigmento branco (TiO_2) desvia e dispersa a luz (65). O ataque com ácido fluorídrico cria microcavidades na superfície da tinta, expõe as partículas de pigmento TiO_2 , aumenta a difração da luz incidente. A razão de contraste aumenta significativamente com o aumento do tempo de pintura devido ao aumento da espessura da tinta.

4.6 Resistência ao Cisalhamento dos Grupos Epóxi

Os resultados dos ensaios de cisalhamento e as respectivas análises estatísticas utilizando a análise de distribuição de Weibull são apresentados na Tabela 8 e na Figura 47, respectivamente.

A adesão entre materiais pode ser conseguida através de tratamento químico, físico e mecânico. O desafio é desenvolver o processo para ter um bom desempenho adesivo da

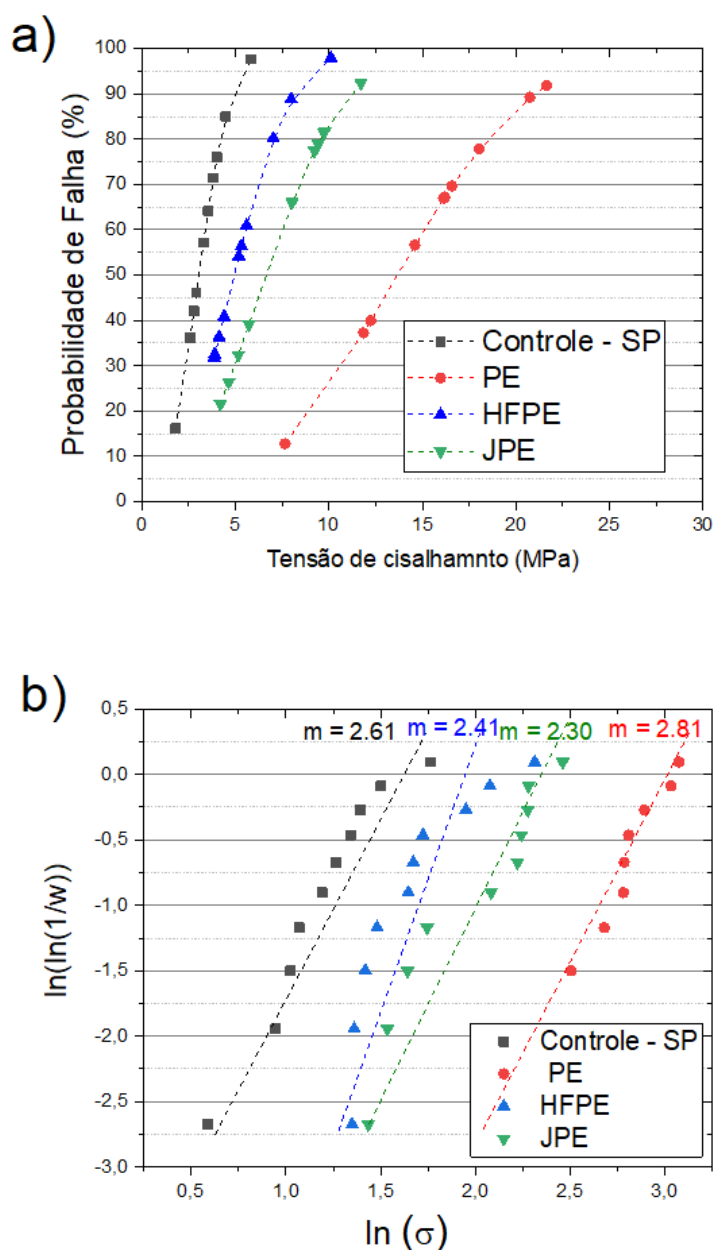


Figura 47 – Resultados estatísticos de Weibull: a) probabilidade de falha x resistência ao cisalhamento; b) Diagrama de Weibull da adesão da zircônia ao polímero NG-10 em testes de cisalhamento. Fonte: Autor (2023).

zircônia. Dentre os procedimentos adotados, o tratamento de superfície tem sido o mais utilizado (66). No presente estudo, foi realizado o desenvolvimento de pintura eletrostática com tinta epóxi em pó na zircônia 3Y-TZP. Com este procedimento, foi possível obter uma espessura de revestimento diferente. O revestimento teve uma espessura máxima de 100 μm para 15 segundos de tempo de pintura, e a espessura foi de 50-65 μm para tempo de pintura de 7 segundos (ver Figura 48). A espessura entre 50-65 μm apresentou características que permitiram a adesão do cimento resinoso com eficiência e segurança.

Tabela 8 – Resistência ao cisalhamento de adesão da zircônia à dentina sintética (NG-10) antes e depois de diferentes protocolos de tratamento de superfície propostos e parâmetros de Weibull.

Grupo	Número de Amostras	Média de Resistência (MPa)	Parâmetro de Weibull (m)
SP	$n = 10$	3.51 ± 1.13	2.61
PE		15.57 ± 4.21	2.81
HFPE		5.75 ± 2.04	2.41
JPE		7.76 ± 2.62	2.30

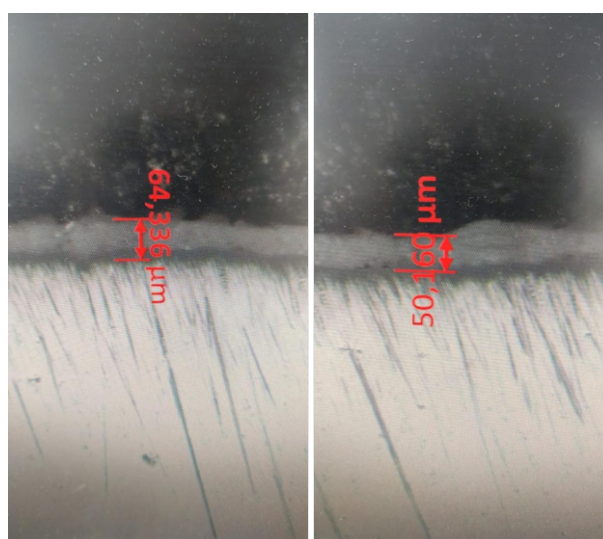


Figura 48 – Seção transversal da superfície de zircônia pintada por 7 segundos em diferentes amostras.

Os resultados mostraram que o tratamento de superfície antes da cimentação influenciou a resistência ao cisalhamento da zircônia ao NG-10. O cimento seT PP é utilizado para a cimentação de metais, resinas e todos os materiais de restauração cerâmicos e à base de cerâmica. Este cimento é um cimento de resina autoadesivo, que se liga quimicamente à estrutura do dente e a todos os tipos de material de núcleo.

A melhor adesão da zircônia ao NG-10 foi a do grupo PE. sem tratamento e apenas revestido de pintura epóxi. Estes resultados mostraram que a pintura da zircônia com tinta epóxi com uma camada do monômero 10-MDP (10-metacrilóiloxidecil-dihidrogeno-fosfato) aumentou a resistência da adesão do cimento resinoso seT PP ao NG-10. A utilização de monômeros ácidos, como o 10-MDP, estabelece uma ligação química com óxidos cerâmicos. A utilização de primers e adesivos em materiais de cimentação tem sido recomendada para aumentar a força de ligação com a zircônia. Estudos clínicos mostraram uma boa sobrevivência das próteses parciais de zircônia fixadas com cimento resinoso (66)

Lago et al.(67) relatam que o cimento resinoso autoadesivo composto por monômeros fosfatados simplifica o procedimento de cimentação, eliminando o pré-tratamento do

substrato dentário e dos materiais restauradores

Blanc, Carvalho e Elias(68) analisaram a resistência ao cisalhamento da zircônia cimentada ao NG-10 usando cimento resinoso. A resistência ao cisalhamento foi de $6,23 \pm 2,74$ MPa. É de salientar que, no presente estudo, antes do teste de cisalhamento, a NG-10 foi condicionada com ácido fosfórico a 35% durante 15 s, e Blanc et al. condicionaram o NG-10 com ácido fluorídrico a 10% durante 60s. Blanc, Carvalho e Elias(68) analisaram a resistência ao cisalhamento da zircônia cimentada ao NG-10 com o uso do adesivo RelyX U200 ($6,17 \pm 1,38$ MPa) o qual foi superior ao uso do Maxcem Elite ($2,32 \pm 1,02$ MPa) e do cimento convencional RelyX ARC (0,43 MPa). Reitera-se que, no presente estudo, o cimento seT PP utilizado não contém MDP. A união da zircônia pintada com pó epóxi eletrostático mostrou maior resistência ao cisalhamento do que o cimento resinoso autoadesivo com MDP.

Pode-se observar na Figura 45 (a) a morfologia da superfície pintada da zircônia após tratamento com ácido HF 10% durante 1 minuto possui microcavidades. A rugosidade da superfície aumentou a resistência ao cisalhamento do cimento resinoso autoadesivo seT PP sem MDP na sua composição.

Existe uma controvérsia sobre a necessidade do tratamento químico da Y-TZP com HF para melhorar a força de ligação com a dentina ou outros materiais. Alguns estudos relataram que a Y-TZP condicionada com HF não melhora a resistência de união (69). De acordo com a literatura (70), embora o condicionamento com HF crie porosidades de tamanho nanométrico na superfície da zircônia, não há contato entre o cimento resinoso e a superfície da zircônia devido à baixa viscosidade da resina. A interligação micromecânica entre a zircônia e o cimento não ocorre (71). Kim et al.(72) observaram que o pré-tratamento da zircônia com ácido HF 20% a 70-80 °C ou solução HF a 40% à temperatura ambiente aumenta a rugosidade da superfície. Os autores relataram que a utilização de HF a 40% à temperatura ambiente melhorou a adesão entre o cimento resinoso e a Y-TZP. No presente estudo, foi realizado o condicionamento ácido com HF a 10% da zircônia (Grupo HFPE).Após a pintura, a superfície da tinta epóxi foi condicionada com HF a 10%. A camada de adesivo Single Bond Universal, que contém MDP, teve contato com a superfície do revestimento epóxi atacado com o ácido. O presente trabalho é o primeiro a estudar a influência da tinta na resistência ao cisalhamento entre a zircônia e o cimento. O tratamento da superfície da zircônia 3Y-TZP com jateamento e melhora a resistência ao cisalhamento. Gomes et al.(73) verificaram que a 3Y-TZP jateada com alumina tem a ligação mais elevada do que a cerâmica sem jatear. É importante salientar que o procedimento de jateamento com alumina pode criar microfissuras na superfície da zircônia, prejudicando a adesão do cimento resinoso. No presente trabalho, as amostras de zircônia do Grupo JPE foram jateadas e depois pintadas. Com este procedimento, o adesivo (Single Bond Universal) entrou em contato com a tinta. Na literatura não há

menção da pintura da zircônia. Nas Figuras 49 a 52 são mostradas as superfícies de descolamento das amostras após os ensaios de cisalhamento. Não foi possível observar diferenças significativas nas superfícies do material após os ensaios de cisalhamento. Não foi possível estabelecer relação entre o perfil de rugosidade da superfície com os mecanismos de adesão predominantes nos materiais. No entanto, com base nos resultados obtidos, pode presumir-se que a técnica de pintura eletrostática se revelou potencialmente viável para a pintura de cerâmicas à base de zircônia. A alta densificação e condição cristalográfica apresentada pela cerâmica zircônia sinterizada (75% fase tetragonal- ZrO_2 e 25% fase cúbica ZrO_2) permite que o pó da tinta epóxi, quando sob um determinado fluxo elétrico, promova uma camada intimamente ligada à superfície das amostras de zircônia previamente polidas. Este comportamento foi observado na espessura das amostras utilizadas nos ensaios ($h=4$ mm), e nos parâmetros de pintura eletrostática adotados neste estudo (70kV/108mA). Conceitos relacionados aos mecanismos envolvidos na pintura eletrostática e aumento da adesão das cerâmicas odontológicas 3Y-TZP devem ser estudados em trabalhos futuros. Para aplicações odontológicas, os três protocolos de pintura investigados neste trabalho (PE, HFPE e JPE) apresentaram resistência à adesão com cimento resinoso superiores ao grupo controle SP ($3,51 \pm 1,13$ MPa).

Para a realização da pintura eletrostática, é fundamental o aterramento da amostra na estrutura do equipamento de pintura. No presente, as amostras de zircônia foram colocadas sobre uma placa de aço apoiada em contato com a estrutura do equipamento. Embora a zircônia tenha características de material isolante, através do tratamento da superfície e da alteração dos parâmetros de funcionamento do equipamento foi possível obter uma boa adesão da tinta nas amostras de zircônia. A melhor resistência ao cisalhamento foi a do grupo PE ($15,57 \pm 4,21$ MPa). O acabamento da superfície da zircônia, a pintura homogênea na superfície e o tratamento com 10-MDP aumentaram a adesão à dentina sintética NG-10. Quando o tratamento da superfície da zircônia foi com ácido HF (grupo HFPE) ou jateamento com Al_2O_3 (grupo JPE), a rugosidade da superfície aumentou, mas ocorreu a formação de microcavidades que facilitam a nucleação de microtrincas. Este procedimento induziu uma perda considerável da qualidade da superfície e dificultou o fluxo elétrico durante a pintura eletrostática. Conseqüentemente, dificulta a deposição homogênea da tinta na superfície da zircônia.

É essencial garantir efeitos estéticos mínimos e resistência da adesão do material para aplicações dentárias. No presente trabalho, a proposta para melhorar a qualidade estética reduziu a força de adesão para os grupos HFPE ($5,75 \pm 2,04$ MPa) e JPE ($7,76 \pm 2,62$ MPa). Porém a adesão foi maior com a pintura direta de tinta epóxi na superfície da zircônia. No entanto, novos estudos terão que ser realizados. É importante controlar os parâmetros que influenciam na espessura da tinta, entre os quais, a tensão, potência e tempo de pintura. De qualquer forma, os resultados obtidos indicam que as superfícies de zircônia pintadas com tinta epóxi devem ter um bom acabamento superficial para permitir

que o fluxo eletrônico seja homogêneo e possibilite a deposição homogênea da tinta usada na pintura eletrostática.

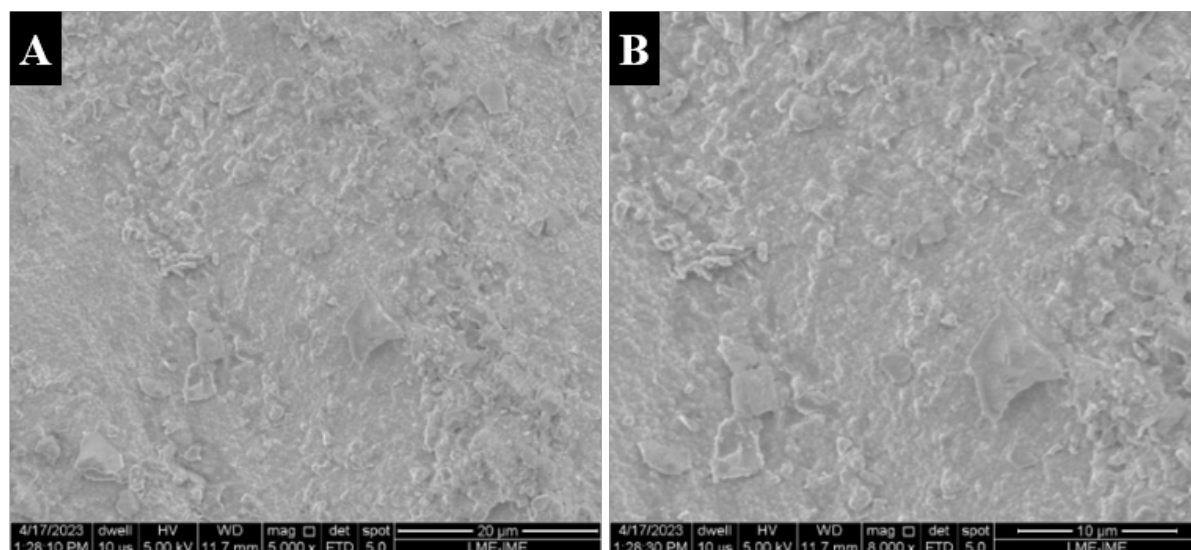


Figura 49 – Morfologia da superfície das amostras do grupo controle (SP) após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 5000 x, (b) 8000 x.



Figura 50 – Morfologia da superfície das amostras do grupo PE após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 250 x, (b) 2500x, (c) 8000 x.

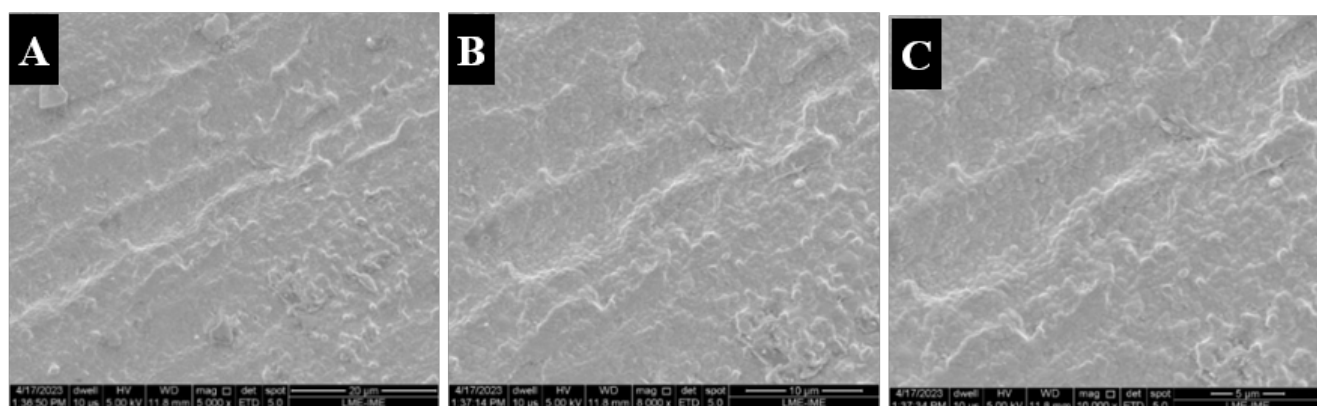


Figura 51 – Morfologia da superfície das amostras do grupo HFPE após o ensaio de cisalhamento. Aumento: (a) 5000x, (b) 8000x, (c) 10000 x.

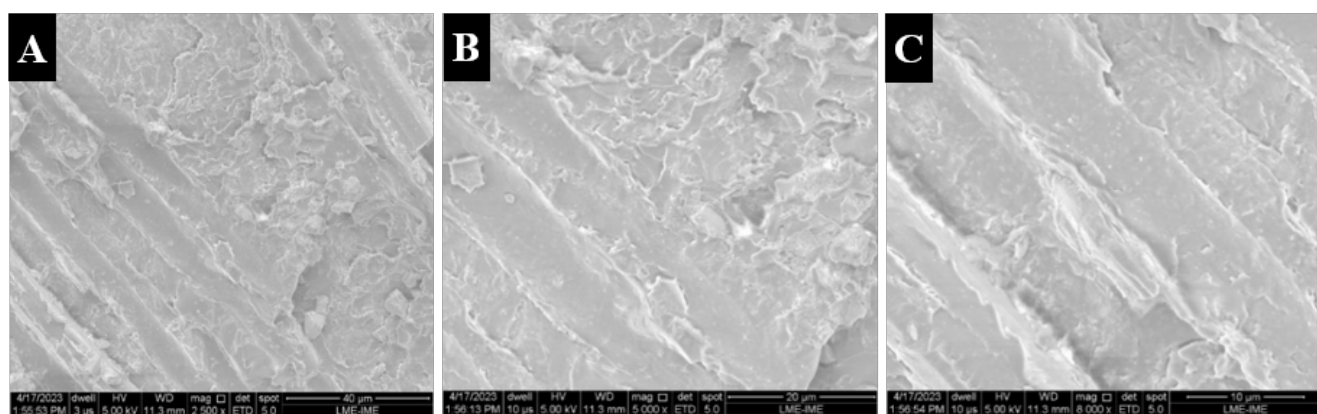


Figura 52 – Morfologia da superfície das amostras do grupo JPE após o ensaio de cisalhamento.. Aumento: (A) 2500 x, (B) 5000 x, (C) 8000 x.

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho é possível concluir que:

- a) É possível realizar a pintura eletrostática da zircônia com uso de tinta em pó epóxi e poliéster.
- b) Após a pintura eletrostática, a zircônia apresenta morfologia homogênea com a presença de microcavidades.
- c) A pintura eletrostática da zircônia aumenta sua adesão à dentina sintética NG-10.
- d) A resistência ao cisalhamento da união das amostras pintadas com a dentina sintética NG-10 é maior do que nas amostras sem pintura mesmo com tratamento com ácido ou jateamento.
- e) A maior resistência ao cisalhamento foram das amostras pintadas com tinta epóxi sem tratamento prévio com HF 10% ou jateamento.
- f) As tintas epóxi e poliéster apresentaram ausência de citotoxicidade.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar as seguintes análises nos revestimentos de tinta a pó eletrostática epóxi:

- Genotoxicidade.
- Micronúcleo in vitro – BPL.
- Avaliação da Mutagenicidade in vitro - AMES- NBPL.
- Detecção de Toxicidade Sistêmica Aguda - Extração Apolar NBPL.
- Detecção de Toxicidade Sistêmica Aguda - Extração Polar NBPL.
- Realizar análises físicas para melhor compreensão da adesão das tintas em pó eletrostáticas num substrato isolante como a zircônia.
- Realizar ensaios de cisalhamento nas amostras do grupo controle e nas amostras dos grupos pintados após a realização de ensaios de termociclagem.

REFERÊNCIAS

- 1 KOUTAYAS, S. O.; VAGKOPOULOU, T.; PELEKANOS, S.; KOIDIS, P.; STRUB, J. Zirconia in dentistry: part 2. evidence-based clinical breakthrough. *Eur J Esthet Dent*, v. 4, n. 4, p. 348–80, 2009.
- 2 GUAZZATO, M. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zircônia (y-tzp) dental ceramics. *Biomaterials*, v. 25, n. 20, p. 5042–5052, 2004.
- 3 LUTHARDT, R. G.; HOLZHUTER, M.; SANDKUHL, O.; HEROLD, V.; SCHNAPP, J. D.; KUHLSCH, E.; WALTER, M. Reliability and properties of ground y-tzp-zirconia ceramics. *J Dent Res*, v. 81, n. 7, p. 487–491, 2002.
- 4 KOSMAC, T.; OBLAK, C.; JEVNIKAR, P.; FUNDUK, N.; MARION, L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of y-tzp zirconia ceramic. *Dent Mater*, v. 15, n. 6, p. 426–433, Nov 1999.
- 5 GUAZZATO, M.; QUACH, L.; ALBAKRY, M. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of y-tzp dental ceramic. *Journal of Dentistry*, v. 33, n. 1, p. 9–18, Jan 2005.
- 6 DERAND, T.; MOLIN, M.; KVAM, K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*, v. 21, n. 12, p. 1158–1162, 2005.
- 7 KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*, v. 14, n. 1, p. 64–71, 1998.
- 8 YOSHIDA, Y.; NAGAKANE, K.; FUKUDA, R.; NAKAYAMA, Y.; OKAZAKI, M.; SHINTANI, H.; INOUE, S.; TAGAWA, Y.; SUZUKI, K.; MUNCK, J. de; MEERBEEK, B. V. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*, v. 83, n. 6, p. 454–458, Jun 2004.
- 9 ZHANG, Y.; PAJARES, A.; LAWN, B. R. Fatigue and damage tolerance of y-tzp ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 71, n. 1, p. 166–171, Oct 2004.
- 10 WOLFART, M.; LEHMANN, F.; WOLFART, S.; KERN, M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater*, v. 23, n. 1, p. 45–50, Jan 2007.
- 11 MOON, K.-E.; KIM, S.-H.; LEE, J.-B.; HAN, J.-S.; YEO, I.-S.; HA, S.-R. Effects of airborne-particle abrasion protocol choice on the surface characteristics of monolithic zirconia materials and the shear bond strength of resin cement. *Ceramics International*, v. 42, p. 1552–1562, 2016.
- 12 RÚSTICO, E. Z.; MATIAS, A. C.; GREPO, L. C. Manpower utilization in the powder coating production of a powder coating company. *Procedia Manufacturing*, v. 3, p. 332–339, 2015. ISSN 2351-9789.

- 13 RAGONHA, E. W.; MARTINEZ, E. F.; MUZILLI, C. A.; MIRANDA, M. E.; OLIVIERI, K. A. N. Cytotoxicity analysis of electrostatically applied epoxy coating onto co-cr alloy. *Revista Gaúcha de Odontologia*, v. 63, n. 3, p. 257–262, 2015.
- 14 DENRY, I.; KELLY, J. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials*, v. 24, n. 3, p. 299–307, 2008. ISSN 01095641.
- 15 VAGKOPOULOU, T.; KOUTAYAS, S. O.; KOIDIS, P.; STRUB, J. R. Zirconia in dentistry: Part 1. discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur. J. Esthet. Dent*, v. 4, n. 2, 2009.
- 16 VAGKOPOULOU, T.; KOUTAYAS, S.; KOIDS, P.; STRUB, J. Zirconia in dentistry: Part 1. discovering the nature of an upcoming bioceramic. *The European Journal of Esthetic Dentistry*, v. 4, n. 2, p. 130–151, 2009. ISSN 1862-0612.
- 17 HELMER, J. D.; DRISKELL, T. D. Research on bioceramics. In: CLEMSON UNIVERSITY. *Symposium on Use of Ceramics as Surgical Implants*. South Carolina (USA), 1969.
- 18 PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, v. 20, n. 1, p. 1–25, 1999.
- 19 GARVIE, R. C.; HANNINK, R. H.; PASCOE, R. T. Ceramic steel. *Nature*, v. 258, n. 5537, p. 703–704, 1975.
- 20 VANDERLEI, A. D.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: Comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*, v. 39, n. 1, p. 50–63, 2014.
- 21 LUNG, C. Y. K.; BOTELHO, M. G.; HEINONEN, M.; MATINLINNA, J. P. Resin zirconia bonding promotion with some novel coupling agents. *Dent Mater*, v. 28, n. 8, p. 863–872, 2012.
- 22 MAROULAKOS, G.; THOMPSON, G.; KONTOGIORGOS, E. Effect of cement type on the clinical performance and complications of zirconia and lithium disilicate tooth-supported crowns: A systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 121, n. 5, p. 754–765, May 2019.
- 23 LIMA, R.; BARRETO, S.; ALFRISANY, N.; PORTO, T.; SOUZA, G. de; GOES, M. de. Effect of silane and mdp-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. *Dental Materials*, v. 35, n. 11, p. 1557–1567, Nov 2019.
- 24 OZCAN, M.; VALLITTU, P. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dental Materials*, v. 19, n. 8, p. 725–731, 2003.
- 25 ROMÁN-RODRÍGUEZ, J.; FONS-FONT, A.; AMIGÓ-BORRÁS, V.; GRANELL-RUIZ, M.; BUSQUETS-MATAIX, D.; PANADERO, R.; SOLÁ-RUIZ, M. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*, v. 18, n. 1, p. e115–23, Jan 1 2013.
- 26 SUBASI, M.; INAN, O. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers in Medical Science*, v. 29, n. 1, p. 19–27, 2014.

- 27 CASTRO, H. D.; CORAZZA, P.; PAES-JÚNIOR, T. A.; BONA, A. D. Influence of y-tzp ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dental Materials*, v. 28, n. 11, p. 1191–7, Nov 2012.
- 28 AMARAL, R.; OZCAN, M.; BOTTINO, M.; VALANDRO, L. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dental Materials*, v. 22, n. 3, p. 283–290, Mar 2006.
- 29 ABOUSHELIB, M.; KLEVERLAAN, C.; FEILZER, A. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 98, n. 5, p. 379–388, 2007.
- 30 TANAKA, R.; FUJISHIMA, A.; SHIBATA, Y.; MANABE, A.; MIYAZAKI, T. Co-operation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *Journal of Dental Research*, v. 87, n. 7, p. 666–670, 2008.
- 31 CAVALCANTI, A. A. N. *Características da união à cerâmica de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio*. 92 p. Ph.D. Thesis — Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, SP, Brazil, 2008. Disponível em: <<https://example.com/thesis-link>>.
- 32 FOXTON, R. et al. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *Journal of Prosthodontics*, v. 20, p. 84–92, 2011.
- 33 SUBASI, M.; INAN, O. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers in Medical Science*, v. 27, p. 735–742, 2012.
- 34 AKYL, M.; UZUN, I.; BAYINDIR, F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomedicine and Laser Surgery*, v. 28, n. 6, p. 701–708, 2010.
- 35 AKIN, H.; OZKURT, Z.; KIRMACI, O. et al. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomedicine and Laser Surgery*, v. 29, n. 12, p. 797–802, 2011.
- 36 KERN, M.; BARLOI, A.; YANG, B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *Journal of Dental Research*, v. 88, n. 9, p. 817–822, 2009.
- 37 YANG, B.; BARLOI, A.; KERN, M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater*, v. 26, n. 1, p. 44–50, 2010.
- 38 YUN, J.; HA, S.; LEE, J.; KIM, S. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to y-tzp ceramic. *Dent Mater*, v. 26, n. 7, p. 650–658, 2010.
- 39 MENANI, L.; FARHAT, I.; TIOSSI, R. et al. Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. *J Prosthet Dent*, n. 112, p. 357–64, 2014.
- 40 RODRÍGUEZ, J. et al. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*, v. 18, n. 1, p. e115–23, 2013.

- 41 MORADABADI, A.; ROUDSARI, S.; YEKTA, B. et al. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. *Materials Science and Engineering*, n. 34, p. 311–7, 2014.
- 42 FU, J.; KRANTZ, M.; ZHANG, H.; ZHU, J.; KUO, H.; WANG, Y. Investigation of the recyclability of powder coatings. *Powder Technology*, v. 211, n. 1, p. 38–45, 2011.
- 43 THOMAS, A.; SALEH, K.; GUIGON, P.; CZECHOWSKI, C. Characterisation of electrostatic properties of powder coatings in relation with their industrial. *Powder Technology*, v. 190, n. 1-2, p. 230–235, 2008.
- 44 FEDRIZZI, L.; RODRIGUEZ, F.; ROSSI, S.; DE, F. Corrosion study of industrial painting cycles for garden furniture. *Progress in Organic Coatings*, v. 46, n. 1, p. 62–73, 2003.
- 45 JOZSEF, B.; BLAGA, P. Factors that generate nonconformities in electrostatic powder painting. *Procedia Technology*, v. 19, p. 1089–1093, 2015.
- 46 CHANG, J.; LAWLESS, P.; YAMAMOTO, T. Corona discharge processes. *IEEE Trans. Plasma Sci.*, v. 19, n. 6, p. 1152–1166, 1991.
- 47 HAKBERG, B.; LUNDQVIST, S.; CARLSSON, B.; HöGBERG, T. A theoretical model for electrostatic spraying and coating. *Journal of Electrostatics*, v. 14, p. 255–268, 1983.
- 48 BAILEY, A. G. The science and technology of electrostatic powder spraying, transport and coating. *Journal of Electrostatics*, v. 45, n. 2, p. 85–120, 1998.
- 49 GUSKOV, S. Electrostatic phenomena in powder coating. new methods of improving faraday-cage coating, finish quality and uniformity, and recoating operations. *ipcm®47 Magazine*, 2017.
- 50 WICKS, Z. W.; JONES, F. N.; PAPPAS, S. P.; WICKS, D. A. *Organic Coatings: Science and Technology*. [S.l.]: Wiley-Interscience, 2007.
- 51 CHAVES, C. A.; MACHADO, A. L.; VERGANI, C. E.; SOUZA, R. F. D.; GIAMPAOLO, E. T. Cytotoxicity of denture base and hard chairside reline materials: a systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 107, n. 2, p. 114–127, 2012.
- 52 IMAI, T.; WATARI, F.; YAMAGATA, S.; KOBAYASHI, M.; NAGAYAMA, K.; NAKAMURA, S. Effects of water immersion on mechanical properties of new esthetic orthodontic wire. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, v. 116, n. 5, p. 533–538, 1999.
- 53 POWDER COATING INSTITUTE. *Powder Coater's Manual*. The Woodlands, TX, 2009.
- 54 WEG TINTAS. *Apostila para curso de pintura industrial em pó DT-13*. Guaramirim, 2009.
- 55 BANDEIRA, A. M. B. *Avaliação da força de atrito de fios ortodônticos recobertos com resina epoxídica*. Tese (Doutorado) — Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2004.

- 56 YOUSUF, S.; BARRINGER, S. A. Modeling non-electrostatic and electrostatic powder coating. *J. Food Eng.*, v. 83, n. 4, p. 550–561, 2007.
- 57 TÉCNICAS, A. B. de N. *NBR NM ISO 2471 - papel e cartão- Determinação da opacidade (fundo de papel) - Método da reflectância difusa*. [S.l.], 2001.
- 58 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Biological evaluation of medical devices — Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity*. 2009. ISO 10993-5:2009(en).
- 59 BARABA, A.; PEZELJ-RIBARIC, S.; ROGULJIC, M.; MILETIC, I. Cytotoxicity of two bioactive root canal sealers. *Acta Stomatologica Croatica*, v. 50, n. 1, p. 8–13, 2016.
- 60 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Biological evaluation of medical devices - Part 12: Sample preparation and reference materials*. 2021.
- 61 ORGANIZATION FOR ECONOMIC COOPERATION AND DEVELOPMENT. *Principles on Good Laboratory Practice*. Paris, 1998.
- 62 HORN, M.; SCHWEBDTFEGER, C.; MEAGHER, E. Refinement of the structure of anatase at several temperatures. *Z fur KristCryst Mater*, v. 136, n. 1-6, p. 273–281, 1972.
- 63 BINMERDHAH, A. B.; YASSIN, A. A. M.; MUHEREI, M. A. Laboratory and prediction of barium sulfate scaling at high-barium formation water. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 70, n. 1-2, p. 79–88, 2010.
- 64 ASTM INTERNATIONAL. *ASTM C1327 - 05 - Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*. West Conshohocken, 2015.
- 65 DEVOS, W.; MOENS, L.; BOHLEN, A. V.; KLOCKENKAMPER, R. Ultra-microanalysis of inorganic pigments on painted objects by total reflection x-ray fluorescence analysis. *Studies in Conservation*, v. 40, n. 3, p. 153–162, 1995.
- 66 YANG, L.; CHEN, B.; XIE, H.; CHEN, Y.; CHEN, Y.; CHEN, C. Durability of resin bonding to zirconia using products containing 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate. *J Adhesive Dent*, v. 20, n. 4, p. 279–287, 2018.
- 67 LAGO, C. T. S. R.; LAGO, B. L. T.; CARLI, J. P. D.; FARINA, A. P. Influence of ceramic primers on microshear bond strength to zirconia. *Biosci J*, p. e38035, 2022.
- 68 BLANC, K. G. N. F.; CARVALHO, D. T.; ELIAS, C. N. Influence of the zirconia cleaning method on prosthesis adhesion after saliva contamination. *Rev Odontol UNESP*, p. e20190068, 2019.
- 69 BONA, A. D.; BORBA, M.; BENETTI, P.; CECCHETTI, D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Brazilian Oral Research*, v. 21, n. 1, p. 5–10, 2007.
- 70 LIU, D.; TSOI, J.; MATINLINNA, J. P.; WONG, H. M. Effects of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 46, p. 23–30, 2015.
- 71 SRIAMPORN, T.; THAMRONGANANSKUL, N.; BUSABOK, C.; POOLTHONG, S.; UO, M.; TAGAMI, J. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J*, v. 33, n. 1, p. 79–85, 2014.

- 72 KIM, H. E.; LIM, M. J.; YU, M. K.; LEE, K. W. Changes in bond strength and topography for y-tzp etched with hydrofluoric acid depending on concentration and temperature conditions. *Medicina*, v. 56, n. 11, p. 568, 2020.
- 73 GOMES, A. L.; CASTILLO-OYAGU, J. E.; LYNCH, C. D.; MONTERO, J.; ALBALADEJO, A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent*, v. 41, n. 1, p. 31–41, 2013.
- 74 SANTOS, C.; ELIAS, C. N. Comparação das propriedades mecânicas e biocompatibilidade de blocos de zircônias nacionais e importadas para uso em próteses implantossuportadas. *Revista Brasileira de Implantantes*, p. 13–16, 2007.

ANEXO A – MEDIDAS DE CISALHAMENTO E MICRODUREZA

	LARGURA				COMPRIMENTO			Área mm	Força N	σ MPa
	L1 mm	L2 mm	L3 mm	L Média mm	C1 mm	C2 mm	C Média mm			
SP-1	11.96	11.97	11.78	11.90	116.45	16.70	16.58	197.29	1165.89	5.90
SP-2	11.65	11.84	11.78	11.76	16.34	16.68	16.51	194.10	1135.58	5.85
SP-3	11.60	11.79	11.59	11.66	13.50	13.60	13.55	157.99	915.10	5.79
PP-1	10.96	10.98	10.96	10.97	14.55	14.66	14.61	160.168	1241.59	7.75
PP-2	10.84	11.04	11.05	10.98	16.37	16.36	16.37	179.633	1798.37	10.01
PP-3	10.75	10.68	10.60	10.68	15.81	16.02	15.92	169.919	1463.42	8.61
PE-1	11.1	11.17	11.22	11.16	14.45	14.36	14.41	160.808	-----	-----
PE-2	9.92	9.86	9.8	9.86	13.46	13.58	13.52	133.307	1937.74	14.53
PE-3	10.77	10.73	10.82	10.77	14.81	14.87	14.84	159.876	2626.10	16.42
HFSP-1	10.3	10.27	10.27	10.28	14.09	13.73	13.91	142.995	1579.93	11.04
HFSP-2	11.82	11.01	11.08	11.30	14.62	14.63	14.63	165.311	2089.63	12.64
HFSP-3	11.11	11.03	11.1	11.08	14.84	14.70	14.77	163.652	2051.36	12.53
HFPP-1	10.7	10.69	10.22	10.54	14.50	14.61	14.56	153.361	423.01	2.75
HFPP-2	10.02	10.05	10.19	10.09	14.19	14.17	14.18	143.029	297.02	2.07
HFPP-3	10.92	10.86	10.78	10.85	15.25	15.68	15.47	167.847	419.96	2.50
HFPE-1	9.92	9.84	9.76	9.84	14.14	14.7	14.42	141.893	1543.18	10.87
HFPE-2	9.79	9.77	9.98	9.85	14.26	14.32	14.29	140.709	1268.85	9.01
HFPE-3	9.59	9.69	9.73	9.67	14.41	14.41	14.41	139.345	920.52	6.60
JSP-1	10.25	10.31	10.35	10.30	13.71	13.70	13.71	141.207	1664.26	11.78
JSP-2	10.16	10.04	9.96	10.05	14.21	14.08	14.15	142.204	1925.38	13.53
JSP-3	10.4	10.36	10.3	10.35	14.95	14.99	14.97	154.989	2365.99	15.26
JPP-1	10.65	10.73	10.73	10.70	13.91	14.08	14.00	149.793	901.39	6.01
JPP-2	10.76	10.75	10.61	10.71	14.01	14.09	14.05	150.429	1173.34	7.79
JPP-3	9.82	9.84	9.82	9.83	14.80	14.70	14.75	144.943	560.17	3.86
JPE-1	9.69	9.73	10.97	10.13	14.23	14.17	14.20	143.846	1146.76	7.97
JPE-2	10.94	10.92	10.79	10.88	15.56	15.57	15.57	169.399	1908.78	11.26
JPE-3	10.56	10.55	10.47	10.53	13.35	13.42	13.39	140.899	671.60	4.76

Figura 53 – Medidas de cisalhamento iniciais dos grupos SP a JPE. Fonte: Autor (2023).

Tabela 9 – Tensões de cisalhamento dos grupos SP, PE, HFPE e JPE. Fonte: Autor (2023).

	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
SP	3.51 MPa	1.13 MPa
PE	15.57 MPa	4.21 MPa
HFPE	5.75 MPa	2.04 MPa
JPE	7.76 MPa	2.62 MPa

		LARGURA				COMPRIMENTO			Área mm ²	Força N	MPa σ
		L1	L2	L3	Lmédia	C1	C2	Cmédio			
SP	GC-01	9.5	9.8	9.9	9.73	13.6	13.6	13.60	132.373	435.540	3.290
	GC-02	10.8	10.6	10.3	10.57	13	13.2	13.10	138.423	356.630	2.576
	GC-03	9.6	9.5	9.4	9.50	12.4	12.4	12.40	117.800	450.610	3.825
	GC-04	9.7	9.5	9.6	9.60	14.3	14.1	14.20	136.320	794.370	5.827
	GC-05	9.6	9.8	9.9	9.85	14.1	14	14.05	138.393	249.270	1.801
	GC-06	9.5	9.6	9.5	9.53	13.5	13.6	13.55	129.177	376.440	2.914
	GC-07	9.5	9.5	9.7	9.57	13.9	13.8	13.85	132.498	532.570	4.019
	GC-08	9.7	9.6	9.6	9.63	13.8	13.8	13.80	132.940	470.590	3.540
	GC-09	9.9	9.4	9.5	9.60	13.3	13.4	13.35	128.160	574.730	4.484
	GC-10	8.8	8.8	8.9	8.83	13.2	13.3	13.25	117.042	325.300	2.779
PE	G3-01	10.6	10.2	10.2	10.33	13.7	13.7	13.70	141.521	2284.200	16.140
	G3-02	10.1	10.4	10.5	10.33	13.2	13.8	13.50	139.500	2258.800	16.192
	G3-03	9.5	10.2	9.6	9.77	14	14.1	14.05	137.222	2969.350	21.639
	G3-04	10.6	10.5	10.6	10.57	14.3	14.4	14.35	151.632	1855.610	12.238
	G3-05	10.3	10.3	10.1	10.23	14.9	14.6	14.75	150.942	2721.270	18.029
	G3-06	11	10.9	10.8	10.90	13.5	13.6	13.55	147.695	2156.010	14.598
	G3-07	9.9	10	9.9	9.93	14.6	14.4	14.50	144.033	2388.350	16.582
	G3-08	10.1	10.3	10.2	10.20	14.3	14.1	14.20	144.840	1716.580	11.852
	G3-09	9.9	9.7	9.8	9.80	13.3	13.4	13.35	130.830	2713.310	20.739
	G3-10	9.9	9.7	9.8	9.80	15.3	15.2	15.25	149.450	1143.710	7.653
HFPE	G6-01	10.2	10.3	10.4	10.30	15	15	15.00	154.500	801.140	5.185
	G6-02	10.3	10	9.9	10.07	13.1	13.2	13.15	132.377	1337.430	10.103
	G6-03	10.3	10.2	10.1	10.20	14.1	14.1	14.10	143.820	1010.610	7.027
	G6-04	9.9	10.1	10.3	10.10	13.5	13.5	13.50	136.350	763.720	5.601
	G6-05	9.2	9.5	9.7	9.47	14.6	14.7	14.65	138.687	738.310	5.324
	G6-06	10.6	10.4	10.6	10.53	13.6	13.6	13.60	143.253	558.140	3.896
	G6-07	11.1	11.1	11.1	11.10	14.3	13.8	14.05	155.955	600.980	3.854
	G6-08	10.2	10.1	10.3	10.20	13.8	13.9	13.85	141.270	620.960	4.396
	G6-09	10.2	10.1	10.3	10.20	13.5	13.3	13.40	136.680	563.900	4.126
	G6-10	9.4	9.2	9.2	9.27	13.8	13.7	13.75	127.417	1015.860	7.973
JPE	G9-01	10.3	10.2	10.2	10.23	14.6	14.6	14.60	149.407	1454.790	9.737
	G9-02	8.8	9.8	9.8	9.47	14.4	14.4	14.40	136.320	1257.510	9.225
	G9-03	10.6	10.5	10.3	10.47	14.7	14.8	14.75	154.383	1807.350	11.707
	G9-04	10.3	10	9.8	10.03	13.7	13.8	13.75	137.958	1349.290	9.780
	G9-05	10.3	10.3	10.3	10.30	14.1	14.1	14.10	145.230	1165.720	8.027
	G9-06	9.9	9.9	9.9	9.90	14.4	14.5	14.45	143.055	663.810	4.640
	G9-07	10.8	11.1	11.3	11.07	15.3	15.2	15.25	168.767	871.580	5.164
	G9-08	11	10.3	10.1	10.47	14.2	14.6	14.40	150.720	862.780	5.724
	G9-09	11.4	11.4	11.4	11.40	14.7	14.5	14.60	166.440	1567.230	9.416
	G9-10	11.1	11.1	10.9	11.03	13.9	14.2	14.05	155.018	650.600	4.197

Figura 54 – Medidas das dimensões das amostras e tensão de cisalhamento máximo para a fratura da adesão da zircônia. Fonte: Autor (2023).

MICRODUREZA VICKERS NO REVESTIMENTO DE TINTA A PÓ CURADO E DA ZIRCÔNIA 3Y-TZP AO COMPÓSITO NG-10

A microdureza Vickers foi superior a 1200 HV e a resistência à fratura foi de $8,4 \pm 1,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Estes valores são consistentes com os encontrados na literatura sobre a cerâmica 3Y-TZP (74).

	FORÇA	COMP. HORIZ.	COMP. VERT.	MÉDIA COMP.	DUREZA HV
1	19,61 mN	55,05	48,84	51,94	1,37
2	19,61 mN	239,70	184,44	212,07	0,04
3	9,807 mN	90,86	86,43	88,65	0,24
4	9,807 mN	92,95	86,43	89,69	0,23

Tabela 10 – Medidas de microdureza Vickers na superfície pintada epóxi. Fonte: Autor (2023).

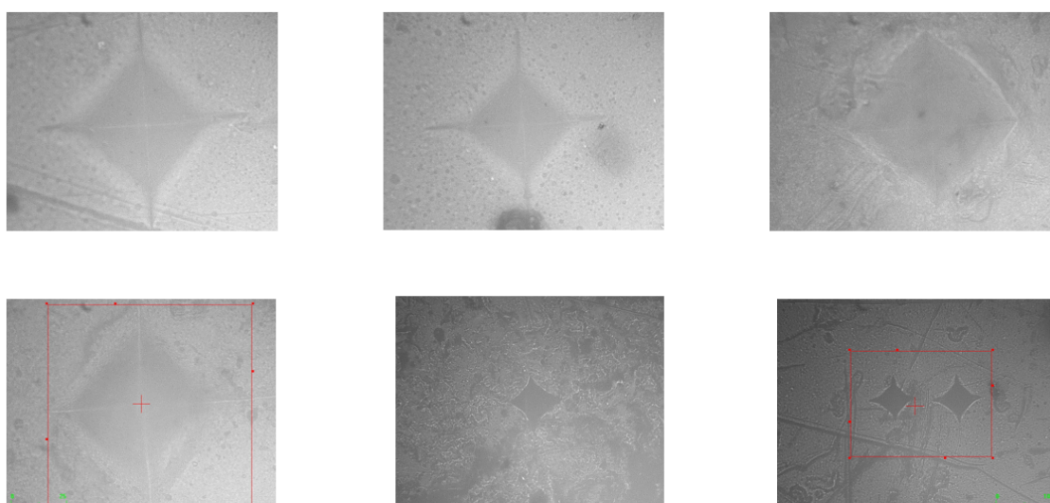


Figura 55 – Indentações de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta epóxi. Fonte: Autor (2023).

	FORÇA	COMP. HORIZ.	COMP. VERT.	MÉDIA COMP.	DUREZA HV
1	9,807 mN	92,00	89,15	90,57	0,23
2	9,807 mN	75,43	89,15	82,29	0,27
3	9,807 mN	86,10	81,98	84,04	0,26
4	9,807 mN	82,48	77,52	80,00	0,29

Tabela 11 – – Medidas de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta poliéster. Fonte: Autor (2023).

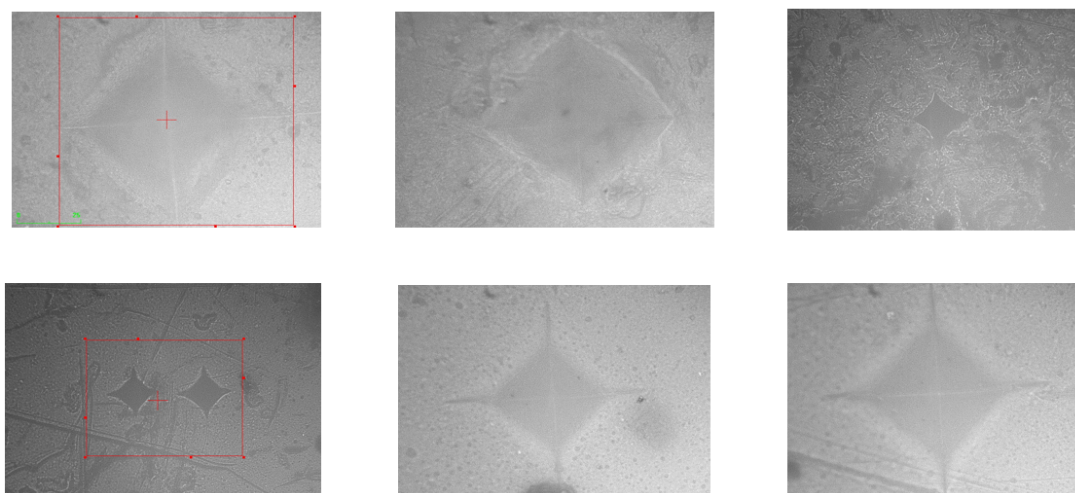


Figura 56 – Indentações de microdureza Vickers na superfície das amostras pintadas com tinta poliéster. Fonte: Autor (2023).

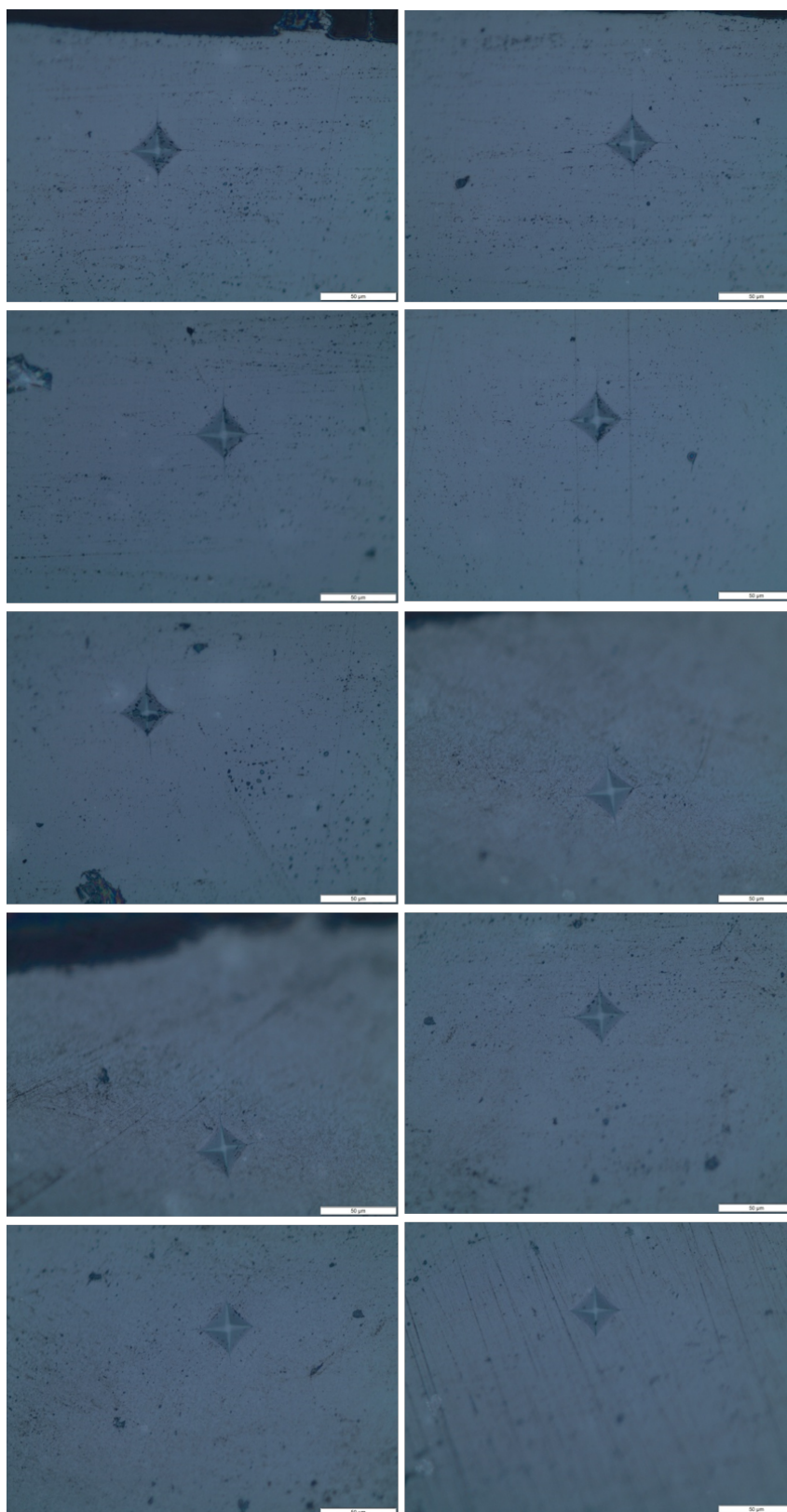


Figura 57 – Indentações de Dureza Vickers na zircônia 3Y-TZP. Fonte: Autor (2023).