



EFEITO DA EXPOSIÇÃO DO CIGARRO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E SUPERFICIAIS EM CERÂMICA DE ZIRCÔNIA

Palavras-Chave: zircônia, cerâmica, fumaça, produtos de tabaco

Autores/as:

EDUARDA CAUANE GOULART DE FARIA [FOP]

SUELEM CHASSE BARRETO [FOP]

MARCELA ALVAREZ FERRETTI [FOP]

RODRIGO BARROS ESTEVES LINS [UEPB]

GRACE MENDONÇA DIAS DE SOUZA [UNIVERSITY OF TORONTO]

FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR [FOP]

RESUMO:

O estudo avaliou o efeito da exposição à fumaça de cigarro nas propriedades mecânicas e superficiais da zircônia por meio de ensaio de resistência à flexão de três pontos em máquina de ensaio universal, avaliação da microdureza em micrômetro digital, análise de cor com auxílio de espectrofotômetro, determinação de rugosidade com perfilômetro e caracterização de superfícies por difração de raios-X. Foram utilizados 10 maços de cigarro e 20 barras e 20 blocos de zircônia parcialmente estabilizados com ítria (Y-TZP), os quais foram divididos aleatoriamente em dois grupos experimentais: G1 (controle) – não exposto à fumaça de cigarro e G2 – com exposição à fumaça de cigarro. Os espécimes foram sinterizados em estufa apropriada (Vita zyrcomat 6000 MS, Vita Zahnfabrik, Alemanha) de acordo com as normas do fabricante. O polimento com lixa de carboneto de silício nas granulações #320, 400, 600, 1200 e 2000 foi realizado em uma superfície de cada amostra, seguido de discos de feltro com pasta diamantada de granulações 6, 3, 1 e 0,5 μ m (AROTEC Ind. Com- São Paulo, Brazil) respectivamente em uma politriz (Arotec Ind. Com., São Paulo, Brasil) sob irrigação constante com água. Em seguida, todas as amostras foram submetidas a tratamento térmico (taxa de aquecimento de 5°C/min; duração: 2h a 1200°C; taxa de resfriamento: 1°C/min) para eliminar qualquer tensão compressiva gerada pelo polimento. As amostras foram expostas à fumaça de cigarro e a uma máquina de fumaça desenvolvida pelo Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – 2011 (registro sob número 01810012043 INPI – Instituto Nacional da Propriedade Industrial), que permite a impregnação de pigmentos e substâncias contidas nos cigarros, nos materiais restauradores, a fim de reproduzir as condições in vitro da cavidade oral de fumantes. Para a análise estatística, foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado, submetido à ANOVA de 2 fatores para medidas repetidas com Bonferroni e teste de Tukey com nível de significância de 5%. Para todos, os dados foram aprovados no teste de Kolmogorov-Smirnov na normalidade.

MATERIAIS E MÉTODOS:

Materiais

Um disco de zircônia parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) (Ceramill Zolid, Amann Girrbach, Austria) e 10 pacotes de cigarro Marlboro (Philip Morris Brasil Ind. e Com. Ltda., Santa Cruz do Sul, RS, Brasil).

Métodos

Um bloco pré sinterizado de Y-TZP foi levado a cortadeira metalográfica de alta precisão (Isomet 1000, Buehler) e um disco diamantado (15LC, Buehler, Lake Bluff, IL, USA), foi acoplado a essa. Os cortes foram realizados na velocidade de 500 rpm, sob irrigação constante de água para se obter 20 barras (20 mm x 5 mm x 3 mm) e 20 blocos (12.5mm x 6mm x 2.5mm). Em seguida, os espécimes foram sinterizados em forno apropriado (Vita zyrcomat 6000 MS, Vita Zahnfabrik, Germany) de acordo com as normas do fabricante e a dimensão de todas as barras e blocos de zircônia foram reduzidas devido à densificação da zircônia (aproximadamente 20%) sendo a dimensão final dos espécimes de 16 mm x 4 mm x 2,5 mm e 10mm x 5mm x 2mm, respectivamente. Em uma superfície de cada espécime foi feito polimento com lixas de carvão de silício de granulações #320, 400 e 600 seguida de discos de feltro com pasta diamantada de granulações 6, 3, 1 e 0,5mm (AROTEC Ind. Com- São Paulo, Brasil) respectivamente em politriz (Arotec Ind. Com., São Paulo, Brasil) sob constante irrigação com água. No intervalo de cada granulação de lixa e de pasta diamantada + feltro, as amostras foram levadas a cuba de ultra-som (Ultrasound Ultrason 1440 D-Odontobrás Ind. E Com. Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brasil) por 10 minutos para remoção de detritos. Em seguida, todas as amostras foram submetidas ao tratamento térmico (taxa de aquecimento de 5°C/min; tempo de duração: 2h a 1,200°C; taxa de resfriamento: 1°C/min) para eliminar qualquer tensão compressiva gerada pelo polimento.

Grupos experimentais

Para o estudo utilizou-se 20 barras e 20 blocos, os quais foram divididos aleatoriamente, de acordo com os grupos experimentais: G1 (controle) sem exposição à fumaça de cigarro e G2 com exposição à fumaça.

Exposição à fumaça de cigarro

Foi utilizado a máquina de fumaça desenvolvida pelo Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Piracicaba - 2011 (registrado sob o n ° 01810012043 INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial), que permite a impregnação de pigmentos e substâncias contidas no cigarro, nos materiais restauradores, a fim de reproduzir in vitro as condições da cavidade bucal de fumantes. A máquina funciona com a aspiração e condução da fumaça através de compartimentos com o objetivo da fumaça circular no ambiente e permitir, assim, a deposição de produtos químicos nos espécimes. O ciclo é programado dentro de um intervalo de tempo, que simula aspiração do fumo normalmente realizada por um fumante, com duração de 3 segundos. O temporizador permite que o ar ambiente seja inalado a cada 10 segundos, simulando, assim, a exaustão de fumo e posterior eliminação. Os espécimes foram submetidos à fumaça de um pacote de cigarro Marlboro (Philip Morris Brasil Ind. e Com. Ltda., Santa Cruz do Sul, RS, Brasil) por dia, em um total de 5 dias (Bertoldo et al., 2011). Entre uma simulação e outra, as amostras foram armazenadas em saliva artificial a 37°C, sendo que a cada 24 horas estas foram lavadas com água destilada e re-imersas em nova solução de saliva artificial para prevenir a sedimentação (Bertoldo et al., 2011).

Resistência flexural

A resistência flexural (n=10) foi avaliada através do teste de resistência em três pontos (ISO/CD 6872.2) em uma máquina de teste universal (Instron Model 8501; InstronCorp., Grove City, PA, USA). Distância entre as barras de suporte inferior foi de 12 mm e a barra superior com carga de (500N) foi aplicada no centro da amostra a uma velocidade de 1.0 mm/min até a falha da amostra. A carga de falha foi anotada e a resistência flexural foi calculada considerando as dimensões das amostras, segundo a seguinte equação:

$$\sigma = \frac{3Pl}{2wb^2}$$

Onde: P – carga de rompimento das amostras, in Newtons; *l* – distância entre os suportes em milímetros; *w* – largura da amostra em milímetros; *b* – espessura da amostra em milímetros.

Os fragmentos fraturados foram coletados, limpos em cuba ultrassônica por 10 minutos em acetona e foram mantidos em containers plásticos à temperatura ambiente (~23°C). Estes fragmentos fraturados foram submetidos à análise de fractografia e DRX.

Microdureza

A microdureza foi realizada após o período de armazenagem de 24 h, em um microdurômetro digital HMV-G20 (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão). Os corpos de prova foram individualmente adaptados sobre uma placa de vidro com adesivo dupla face e então levados ao microdurômetro, com as seguintes condições de teste: força de 100 kgf aplicadas através de indentação Vickers durante 15 s. Foram realizadas três leituras na superfície de cada corpo de prova e a média foi registrada.

Cor

Para análise de cor, as amostras foram mensuradas em 2 tempos: antes e após a exposição à fumaça para obtenção da variação de cor (ΔE). A mensuração da cor foi realizada com o auxílio de espectrofotômetro (CM-700d, Konica Minolta Investment Ltd. Sensing Business Division, Osaka, Japão) previamente calibrado de acordo com as recomendações do fabricante. Assim, as amostras foram posicionadas em dispositivo de teflon (porta amostra) dentro de câmara de luz (GTI MiniMatcher MM 1 GTI Graphic Technology Inc., New York, NY, EUA) para simular a luz do dia, padronizando assim o ambiente durante as leituras. A distribuição espectral obtida foi quantificada no sistema CIE $L^*a^*b^*$ em três coordenadas para permitir o cálculo da variação de cor, no qual: L^* expressa o eixo da luminosidade (branco-preto), o a^* representa o eixo verde-vermelho e o b^* equivale ao eixo azul-amarelo. A variação de cor (ΔE) foi calculada usando a seguinte fórmula: $\Delta E = [(L1 - L0)^2 + (a1 - a0)^2 + (b1 - b0)^2]^{1/2}$.

Rugosidade

A rugosidade superficial foi determinada com perfilômetro (SE- 1700; KosakaLab., Tóquio, Japão), devidamente calibrado para leitura no padrão ASNI, equipado com uma ponteira de diamante com raio de 0,5 μm , com precisão de 0,1 μm com CUT off de 0,25 mm, e comprimento de leitura de 1,25mm com velocidade média de 0,1 mm/s. As amostras foram fixadas em uma base de acrílico paralela à superfície do equipamento para a realização de 3 leituras por amostra sendo que em cada leitura, a amostra foi rotacionada em 120° para que as 3 leituras passassem sobre um mesmo ponto no centro da amostra. O valor de R_a para cada amostra foi determinado pela média aritmética dessas três leituras.

Análise por difração de raio X

A análise quantitativa da transformação de fase ($n=3$) foi conduzida para se determinar a quantidade relativa de fase -m e a profundidade da camada transformada sob cada condição. A análise foi realizada utilizando um difratômetro de raios - X (Bruker AXS, D8 Advance, Karlsruhe, Alemanha). Os espectros foram recolhidos no 2θ , variando entre 25-35°, a um intervalo de 1s e tamanho de 0,03°. A quantidade da fase -m foi calculada utilizando o método apresentado por Garvie e Nicholson (1972).

Análise da fractografia

As superfícies fraturadas de todos os espécimes de cada grupo foram revestidas com uma delgada camada de ouro (BalzersSCD 050 Sputter Coater, Liechtenstein) e avaliadas em MEV (JEOL, JSM – 5600 LV, Japan) operando a 20kV sob alto vácuo. Os aumentos foram de 25X e 800X para identificar o início da falha.

RESULTADOS:

Resistência flexural

O teste T mostrou que a exposição à fumaça de cigarro ($p = 0,443$) não foi significativa. Os resultados do teste de Tukey são apresentados na tabela 1. As amostras controle resultaram em valores de resistência à flexão superiores aos resultados apresentados pelo grupo com exposição à fumaça de cigarro, com valor numericamente diferente, mas sem diferença estatística.

Tabela 1. Média e desvio padrão (DP) para resistência à flexão.

Grupos	Resistência flexural (MPa)	Tukey
Exposição à fumaça	273.59 (84.8)	A
Controle	302.18 (78.1)	A

Letras minúsculas indicam diferença estatística entre os grupos de exposição à fumaça de cigarro. Teste T.

Análise por difração de raio x (DRX)

A superfície tratada de duas amostras de cada grupo foi examinada para determinar a fase cristalina pelo software PDXL usando bancos de dados ICDD. De acordo com a ficha 01.083-0113 todas as amostras foram reconhecidas como Y-TZP e os espectros de alta intensidade de DRX foram identificados como fase tetragonal para todas as amostras, mesmo após exposição à fumaça de cigarro (Figura 1). Assim, não foi possível quantificar a fase monoclinica e a fração de volume, pois a fase monoclinica não foi identificada pelo DRX.

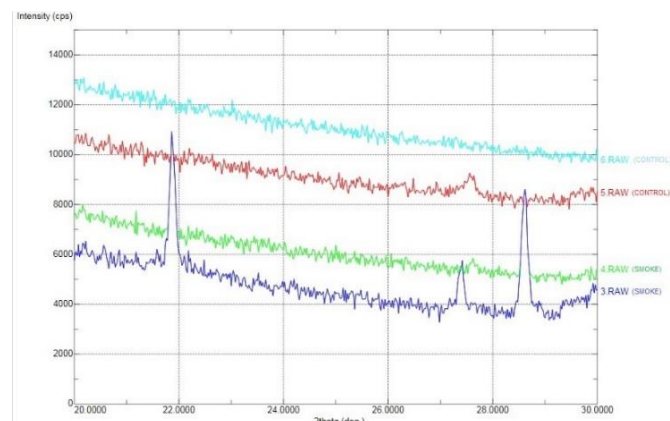


Figura 1: Representação dos espectros de difração de raios-X.

Análise de fractografia

As origens das falhas localizaram-se sempre na região superficial da área submetida ao estresse de tração, portanto, a superfície exposta à fumaça de cigarro (Figura 2). Concentração durante o teste e uma curvatura de compressão podem ser observadas no lado oposto à origem da falha no teste de resistência à flexão.

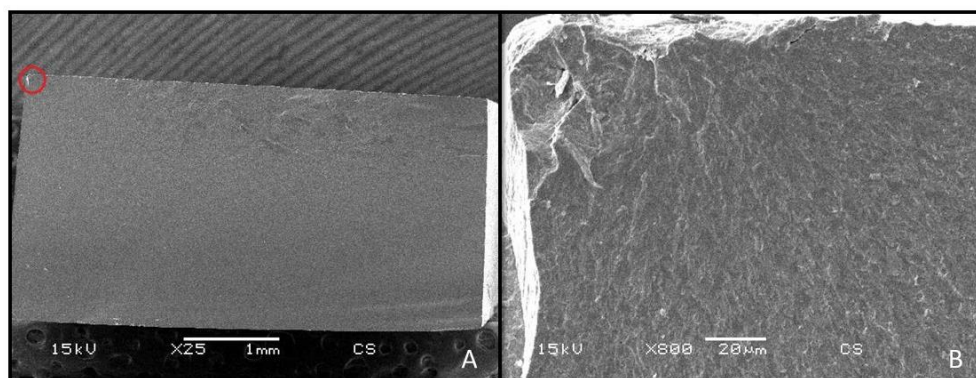


Figura 2: A – Micrografias eletrônicas de varredura (MEV) de amostras fraturadas de Y-TZP expostas à fumaça de cigarro e sob baixa ampliação (25x); B – Maior ampliação da imagem correspondente superior (círculo vermelho) destacando o local de iniciação da trinca (800x).

Rugosidade

A ANOVA de duas vias mostrou que a diferença entre os grupos ($p > 0,05$) e o fator tempo ($p > 0,05$) não tiveram efeito significativo na rugosidade da superfície. Os resultados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Média e desvio padrão (DP) da rugosidade em função da interação entre tempo e grupos.

Grupos	Rugosidade			
	Inicial		Final	
Exposição à fumaça	0.012 ($1.5 \cdot 10^{-3}$) a		0.012 ($2.5 \cdot 10^{-3}$) a	
Controle	0.011 ($1.3 \cdot 10^{-3}$) a		0.011 ($1.1 \cdot 10^{-3}$) a	
Controle	-0.81 (0.2) b	0.15 (0.1) b	0.08 (0.1) b	0.84 (0.3) b

Letras minúsculas indicam que não há diferença estatística entre os grupos de exposição à fumaça de cigarro. ANOVA de dois fatores repetiu medidas com Bonferroni.

Microdureza

ANOVA de duas vias mostrou que a diferença entre os grupos ($p > 0,005$) e tempo ($p > 0,005$) não teve um efeito significativo na microdureza. Os resultados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Média e desvio padrão (DP) para microdureza em função da interação entre tempo e grupos.

Grupos	Microdureza			
	Inicial		Final	
Exposição à fumaça	1425.12 (40.4) a		1401.88 (19.5) a	
Controle	1387.98 (61.0) a		1395.30 (31.7) a	
Controle	-0.81 (0.2) b	0.15 (0.1) b	0.08 (0.1) b	0.84 (0.3) b

Letras minúsculas indicam que não há diferença estatística entre os grupos de exposição à fumaça de cigarro. ANOVA de duas vias repetiu medidas com Bonferroni.

Cor

O teste T indicou diferença estatisticamente significativa na cor do Y-TZP devido a exposição à fumaça de cigarro ($p < 0,001$), conforme mostra a Tabela 4. A cor das amostras submetidas à fumaça do cigarro sofreu alterações.

Tabela 4. Média e desvio padrão (DP) entre os grupos com exposição à fumaça de cigarro e controle.

Grupos	ΔL	Δa	Δb	ΔE
Exposição à fumaça	-2.52 (0.8) a	0.61 (0.3) a	1.03 (0.4) a	2.83 (0.8) a
Controle	-0.81 (0.2) b	0.15 (0.1) b	0.08 (0.1) b	0.84 (0.3) b

Letras minúsculas indicam diferença estatística entre os grupos de exposição à fumaça de cigarro. Teste T.

CONCLUSÃO:

O tempo de exposição à fumaça de cigarro foi baixo para causar degradação a baixa temperatura (LTD), as amostras deveriam ter sido submetidas a este processo por mais tempo para avaliar se de fato ocorre alteração. Em relação a rugosidade, alguma alteração na superfície pode ter sido gerada, devido à deposição de substâncias do cigarro. A exposição à fumaça de cigarro alterou cor e não foi uma mudança perceptível no olho humano.