



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Pedro Griebeler Oliveira

**Avaliação de Modificações de Superfície em Zircônia Estabilizada com Ítria e
Nanocompósito à base de Zircônia para Aplicações Biomédicas**

Florianópolis
2025

Pedro Griebeler Oliveira

**Avaliação de Modificações de Superfície em Zircônia Estabilizada com Ítria e
Nanocompósito à base de Zircônia para Aplicações Biomédicas.**

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Engenharia de Materiais do Campus Florianópolis da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques
Coorientador: Dr. Douglas Fabris

Florianópolis

2025

Oliveira, Pedro Griebeler

Avaliação de Modificações de Superfície em Zircônia Estabilizada com Ítria e Nanocompósito à base de Zircônia para Aplicações Biomédicas / Pedro Griebeler Oliveira ; orientador, Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques, coorientador, Douglas Fabris, 2025.

68 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Graduação em Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2025.

Inclui referências.

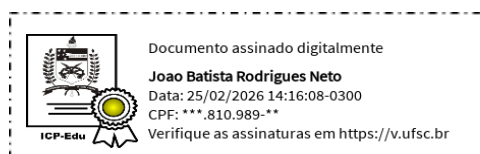
1. Engenharia de Materiais. 2. Zircônia. 3. Texturização a laser. 4. Biovidro. I. Henriques, Bruno Alexandre Pacheco de Castro. II. Fabris, Douglas. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Pedro Griebeler Oliveira

Avaliação de Modificações de Superfície em Zircônia Estabilizada com Ítria e Nanocompósito à base de Zircônia para Aplicações Biomédicas.

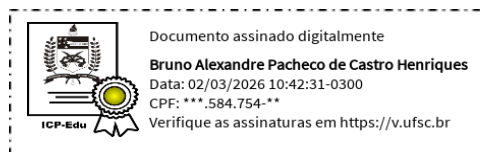
Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia de Materiais.

Local Florianópolis, 18 de Dezembro de 2025.

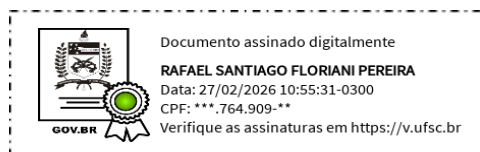


Coordenação do Curso

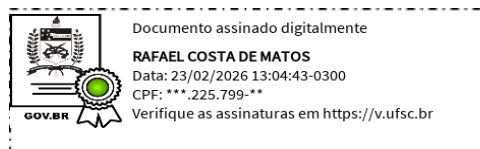
Banca examinadora



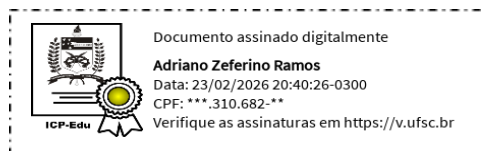
Prof. Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques
Orientador(a)



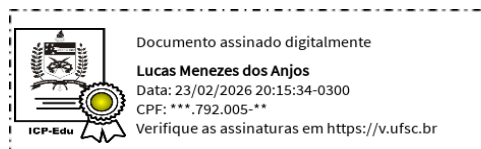
Dr. Rafael Santiago Floriani Pereira
Universidade Federal de Santa Catarina



MSc. Rafael Costa de Matos
Universidade Federal de Santa Catarina



Eng. Adriano Zeferino Ramos
Universidade Federal de Santa Catarina



MSc. Lucas Menezes dos Anjos
Universidade Federal de Santa Catarina

RESUMO

A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) e materiais à base de zircônia, como por exemplo o nanocompósito Ce-TZP/ Al_2O_3 / $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$, são materiais amplamente investigados para aplicações biomédicas devido à combinação entre propriedades mecânicas, estabilidade química e potencial de bioatividade. Entretanto, a resposta biológica desses materiais depende fortemente das características de superfície, que podem ser modificadas por diferentes técnicas físicas e químicas. Nesse contexto, este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito de tratamentos de superfície de jateamento com partículas abrasivas, infiltração com vidro bioativo S53P4 e texturização a laser por *Direct Laser Writing* (DLW) aplicados de forma isolada ou combinada aos dois materiais, buscando compreender suas influências na morfologia, topografia, molhabilidade, formação de fases e viabilidade celular. As amostras foram submetidas a sete condições distintas de tratamento, contemplando combinações entre jateamento, biovidro e DLW, e analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de dispersão de energia (EDS), interferometria óptica, difração de raios X (DRX), medições de ângulo de contato e ensaios de viabilidade celular com fibroblastos L929. As análises morfológicas revelaram diferenças marcantes entre os grupos, especialmente na distribuição e no comportamento do biovidro, que variaram conforme a ordem de aplicação dos tratamentos e o tipo de material. A interferometria confirmou a reprodutibilidade dos padrões de texturização, evidenciando sulcos regulares para ambos os materiais e variações de profundidade associadas à infiltração de biovidro. As medições de ângulo de contato demonstraram que a texturização a laser isolada produziu superfícies altamente hidrofóbicas, enquanto o jateamento e o biovidro aumentaram significativamente a molhabilidade. Os resultados estatísticos indicaram interação relevante entre os fatores avaliados, mostrando que os efeitos dos tratamentos não são independentes, mas combinados. A análise por EDS evidenciou regiões com a presença de silício e alumina, além dos elementos constituintes das matrizes dos materiais. A análise por DRX revelou formação de novas fases cristalinas e regiões amorfas associadas à presença do biovidro, principalmente nos grupos com maior deposição superficial. Por fim, os ensaios biológicos indicaram aumento da viabilidade celular em todos os grupos em relação ao grupo controle, com destaque para as amostras de 3Y-TZP texturizadas a laser, com ou sem biovidro, que apresentaram os maiores valores de absorbância. Os resultados demonstram que a combinação de técnicas de modificação superficial altera de forma significativa as propriedades estruturais, químicas e biológicas dos materiais, indicando que tratamentos sinérgicos, especialmente aqueles envolvendo biovidro e texturização a laser, representam estratégias promissoras para otimizar a interação entre implantes cerâmicos e tecidos biológicos. O conjunto das análises reforça o potencial de ambos os materiais, quando adequadamente tratados, para aplicações biomédicas que exigem alto desempenho funcional, relacionado à melhora da interação com o tecido nativo, bem como melhoria da resposta celular, evidenciada por maior adesão e viabilidade celular.

Palavras-chave: zircônia; vidros bioativos; texturização a laser; biomateriais; modificação de superfície.

ABSTRACT

Yttria-stabilized zirconia (Y-TZP) and zirconia-based materials, such as the Ce-TZP/ Al_2O_3 / $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ nanocomposite, are widely investigated for biomedical applications due to their combination of mechanical properties, chemical stability, and bioactive potential. However, the biological response of these materials strongly depends on their surface characteristics, which can be modified through different physical and chemical techniques. In this context, the present work aimed to evaluate the effects of surface treatments, including sandblasting, bioglass infiltration, and laser texturing by Direct Laser Writing (DLW), applied individually or in combination to both materials, with the objective of understanding their influence on morphology, topography, wettability, phase formation, and cellular viability. The samples were subjected to seven distinct treatment conditions involving different combinations of blasting, bioglass, and DLW, and were analyzed by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), optical interferometry, X ray diffraction (XRD), contact angle measurements, and cell viability assays using L929 fibroblasts. The morphological analyses revealed significant differences among the groups, especially regarding the distribution and behavior of the bioglass, which varied according to the order of treatment application and the type of material. Interferometry confirmed the reproducibility of the laser generated patterns, showing regular grooves for both materials and depth variations associated with bioglass infiltration. Contact angle measurements demonstrated that laser texturing alone produced highly hydrophobic surfaces, whereas blasting and bioglass considerably increased wettability. Statistical analyses indicated relevant interactions among the evaluated factors, confirming that the effects of the treatments arise from their combined influence rather than from isolated actions. The EDS analysis revealed regions containing silicon and alumina, in addition to the elements of the matrices. XRD revealed the formation of new crystalline phases and amorphous regions associated with the presence of bioglass, particularly in the groups that received greater surface deposition. Finally, the biological assays showed an increase in cell viability in all treated groups when compared to the control, with the highest absorbance values observed in the samples of 3Y-TZP submitted to laser texturing, both with and without bioglass. Overall, the results demonstrate that the combination of surface modification techniques significantly alters the structural, chemical, and biological properties of the materials. These findings indicate that synergistic treatments, especially those involving bioglass and laser texturing, represent promising strategies to enhance the interaction between ceramic implants and biological tissues. Together, the analyses reinforce the potential of both materials, when properly treated, for biomedical applications that require high functional performance, related to improved interaction with native tissue, as well as enhanced cellular response, evidenced by increased cell adhesion and viability.

Keywords: zirconia; bioactive glasses; laser texturing; biomaterials; surface modification.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	8
1.1	OBJETIVOS	10
1.1.1	Objetivo Geral	10
1.1.2	Objetivos específicos	10
2	REFERENCIAL TEÓRICO	11
2.1	BIOMATERIAIS	11
2.2	MATERIAIS CERÂMICOS	13
2.3	BIOVIDROS	17
2.3	EFEITO DA TOPOGRAFIA SOBRE O COMPORTAMENTO BIOLÓGICO	21
2.4	ESTRUTURAÇÃO DE SUPERFÍCIES A LASER	24
3	MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	27
3.2	MODIFICAÇÕES DE SUPERFÍCIE	29
3.2.1	Infiltração com biovidro	29
3.2.2	Texturização a laser	29
3.2.3	Jateamento com partícula abrasiva	30
3.4	CARACTERIZAÇÃO TOPOGRÁFICA	30
3.5	ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO	31
3.6	ANÁLISE DE VIABILIDADE CELULAR	31
4	RESULTADOS	34
4.1	ANÁLISE MORFOLÓGICA	34
4.2	ANÁLISE DE INTERFEROMETRIA	40
4.3	ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO	44
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)	46
4.4	VIABILIDADE CELULAR	48
5	DISCUSSÃO	50
6	CONCLUSÃO	56
	REFERÊNCIAS	58

1 INTRODUÇÃO

Biomateriais são substâncias que interagem de forma adequada com os tecidos vivos dentro do corpo humano (SINGH et al., 2024). Desempenham um papel central na substituição, reparo ou aprimoramento de funções fisiológicas em organismos vivo, constituindo-se como elementos essenciais na medicina regenerativa, ortopedia, odontologia e em diversas áreas da engenharia biomédica (FILIP et al., 2022; ZHANG, ZHAN e YE, 2025; GIANNELLI et al., 2021).

Podemos encontrar biomateriais na classe dos materiais metálicos (LI et al., 2023), poliméricos (ELFARARGY et al., 2023), cerâmicos e compósitos. Nos materiais cerâmicos destaca-se a zircônia, especialmente a tetragonal estabilizada com ítria, principalmente por conta de sua função estética e propriedades mecânicas (PUNJ; SINGH; SINGH, 2021). Entretanto, a zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) apresenta limitação no uso no corpo humano, como por exemplo a degradação a baixa temperatura (LTD) (MATSUI et al., 2022), para contornar esse problema, surgem variações deste material, como nanocompósitos com base em zircônia estabilizada com céria (Ce-TZP). Um exemplo é o compósito Ce-TZP/ Al_2O_3 / $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$, que embora possua menor resistência mecânica, apresenta tenacidade significativamente maior e estabilidade hidrotérmica (CHEVALIER et al., 2009), resultando em um material de alta resistência e confiabilidade.

Com o objetivo de aumentar a bioatividade dos biomateriais, uma classe que se destaca é a dos biovidros, desenvolvidos inicialmente por L. L. Hench em 1969 (HENCH, 2006). Esses materiais, à base de silicatos, apresentam caráter bioativo por serem capazes de interagir diretamente com tecidos biológicos, estabelecendo uma ligação química estável entre o implante e o osso (SINGH et al., 2022; KUMAR; MARIAPPAN, 2025). Atualmente, sua aplicação tem sido amplamente investigada em diferentes áreas médicas, incluindo otorrinolaringologia, cirurgias cranio-maxilofaciais e ortopedia (SARIN et al., 2012; STOOR et al., 2015). Na busca por combinar a eficiência mecânica das cerâmicas tradicionais com a resposta biológica proporcionada pelos biovidros, surgiu a linha de pesquisa voltada ao desenvolvimento das vitrocerâmicas, resultantes da interação entre essas duas classes de materiais (JIANG et al., 2023).

Além da composição do material e sua microestrutura, as características superficiais são um fator determinante para a sua resposta biológica. A estrutura

superficial influencia processos como adesão celular, formação de matriz extracelular e por consequência a osseointegração, além de modular a resposta inflamatória e a velocidade de regeneração tecidual (GALLO; HOLINKA; MOUCHA, 2014; TOKMEDASH et al., 2025). Entre esses aspectos, destaca-se a molhabilidade da superfície (LI et al., 2025), comumente avaliada pelo ângulo de contato, parâmetro diretamente relacionado à interação do material com fluidos biológicos e, consequentemente, à adesão e proliferação celular. Essas propriedades podem ser modificadas por meio de diferentes técnicas, como jateamento, ataque ácido, deposição de revestimentos ou métodos de microusinagem (LIU et al., 2020). Nesse campo, sobressai-se a texturização de superfícies a laser, capaz de gerar micro e nanoestruturas controladas com alta precisão e eficiência.

A texturização a laser é uma técnica de modificação superficial que utiliza feixes de alta densidade de energia para criar micro e nano topografias controladas em diversos materiais, incluindo metais, cerâmicas e polímeros. Essa abordagem destaca-se por sua precisão, repetibilidade e versatilidade, permitindo a obtenção de padrões complexos com mínima alteração das propriedades estruturais do substrato (BONSE et al., 2012; KALINOWSKI ARTUR et al., 2023). No contexto biomédico, o laser oferece vantagens significativas em relação a métodos convencionais, como jateamento ou ataque químico, por possibilitar um controle refinado da morfologia superficial, o que influencia diretamente a adesão, proliferação e diferenciação celular, além de reduzir a colonização bacteriana (CUNHA et al., 2016).

A interação entre o feixe de laser e a superfície do material pode ocorrer por diferentes mecanismos, como fusão, evaporação ou ablação fotoquímica, dependendo do comprimento de onda, duração do pulso e fluência aplicados (VOLPP, 2023; LI et al., 2025). O uso de lasers pulsados ultracurtos, como os de femtossegundos ou picossegundos, tem ganhado destaque por minimizar os efeitos térmicos e preservar a integridade do material, sendo especialmente promissor para aplicações em implantes biomédicos (TRAN; VU; LEE, 2025). Assim, a texturização a laser representa uma ferramenta estratégica na engenharia de superfícies, capaz de integrar desempenho funcional e segurança biológica em dispositivos médicos e odontológicos.

Técnicas de tratamento superficial, como a infiltração com biovidro, a modificação topográfica e a texturização a laser, têm sido amplamente investigadas e demonstram impacto significativo na bioatividade e na biocompatibilidade de

biomateriais. Entretanto, a literatura ainda apresenta lacunas no que se refere à compreensão das interações entre esses diferentes tratamentos e aos possíveis efeitos sinérgicos de suas combinações. Diante desse cenário, investigar a aplicação combinada de estratégias como jateamento, infiltração com biovidro e texturização a laser em compósitos e zircônia pode fornecer informações relevantes para o desenvolvimento de implantes com desempenho funcional e estético aprimorado, capazes de atender às crescentes demandas clínicas. A integração de técnicas que promovam simultaneamente rugosidade adequada, bioatividade e estabilidade estrutural representa, portanto, um campo promissor para a engenharia de superfícies em biomateriais.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Caracterizar a morfologia superficial, a microestrutura, a molhabilidade e a resposta biológica de superfícies de um nanocompósito à base de zircônia estabilizada com céria e de zircônia estabilizada com ítria, submetidas a diferentes tratamentos de superfície envolvendo jateamento, infiltração e texturização a laser, bem como suas combinações, visando identificar as condições que promovem melhor biocompatibilidade para uso em próteses e implantes.

1.1.2 Objetivos específicos

- Fabricar amostras de zircônia e do compósito através de prensagem de discos sinterizados e modificar a sua superfície por jateamento, infiltração com biovidro e texturização a laser, assim como pela associação entre os métodos.
- Caracterizar a morfologia superficial das amostras submetidas aos diferentes tratamentos por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e interferometria, buscando compreender o padrão topográfico resultante de cada condição;
- Investigar a composição química e estrutural das superfícies tratadas, empregando espectroscopia por energia dispersiva (EDS) para identificação

dos elementos presentes e difração de raios X (DRX) para determinação das fases cristalinas formadas;

- Examinar o comportamento de molhabilidade das amostras por meio da análise do ângulo de contato, relacionando os resultados às características superficiais e identificando efeitos isolados e combinados entre os diferentes tratamentos, com base em análises estatísticas (ANOVA one-way e two-way).;
- Verificar a biocompatibilidade das superfícies através de ensaios de viabilidade celular, avaliando a atividade metabólica das células em contato direto com os diferentes grupos experimentais e verificando diferenças estatisticamente significativas entre os tratamentos aplicados.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 BIOMATERIAIS

Biomateriais desempenham um papel central na substituição ou no aprimoramento de funções fisiológicas em organismos vivos (SINGH et al., 2024). Ao longo dos anos, diferentes autores apresentam definições variadas para esse conceito. Conforme descrito por Park e Lakes (PARK; LAKES, 2007), biomateriais são materiais capazes de se integrar de forma segura, eficiente, econômica e funcional a sistemas vivos, com o propósito de restaurar ou melhorar funções biológicas específicas.

Outra abordagem define os biomateriais como dispositivos que interagem diretamente com sistemas biológicos, incluindo fluidos corporais, sendo aplicáveis em diagnósticos, vacinas, terapias ou procedimentos cirúrgicos. Tais dispositivos podem ser compostos por materiais de origem natural ou sintética (PIRES; BIERHALZ; MORAES, 2015).

Na prática clínica, esses materiais são amplamente utilizados na fabricação de dispositivos médicos, como fios de suturas, implantes ortopédicos e restaurações dentárias (PUNIA et al., 2022; WU et al., 2018; MAHMUD et al., 2023; PALOMA MAZOTERAS; CASAROLI-MARANO, 2015). Para que apresentem bom desempenho, os biomateriais devem possuir propriedades como biocompatibilidade, estabilidade química, resistência à corrosão e características mecânicas adequadas

às exigências clínicas. Além disso, fatores como a morfologia da superfície, o formato estrutural e o peso dos dispositivos podem influenciar diretamente o êxito de sua aplicação (SMITH, 1993).

Apesar de existirem registros do uso de biomateriais há mais de dois mil anos, como no caso de próteses dentárias primitivas e membros artificiais, foi somente no século XX que esse campo passou por uma transformação significativa. O desenvolvimento de polímeros sintéticos e os avanços nas áreas de ciência e engenharia de materiais possibilitaram a criação de dispositivos médicos mais sofisticados, estabelecendo os biomateriais como uma área científica bem estruturada (RATNER; BRYANT, 2004).

Esses materiais podem ser classificados com base em diferentes parâmetros. De acordo com a resposta biológica, são classificados como bioinertes, bioativos ou biodegradáveis. Quando se considera sua composição, podem ser divididos em cerâmicos, metálicos, poliméricos e compósitos. Outra forma de categorização se dá conforme a área médica de aplicação, como nas especialidades ortopédica, odontológica ou cardiovascular (CHONG; NG; LEE, 2022).

Os materiais poliméricos possuem destaque na área biomédica devido à sua versatilidade e facilidade de processamento, sendo amplamente utilizados em dispositivos como cateteres, stents e implantes (ELFARARGY et al., 2023; PARK; LAKES, 2007). Podem ser naturais, como colágeno e quitina, que favorecem a adesão celular, mas apresentam menor resistência e estabilidade, ou sintéticos, que permitem controle preciso de propriedades e maior durabilidade (KALIRAJAN et al., 2021). Entre os sintéticos, o polietileno de ultra-alto peso molecular (UHMWPE) é amplamente empregado em próteses articulares por suas excelentes propriedades mecânicas e resistência ao desgaste (KADHIM; OLEIWI; HAMAD, 2023; RAHMAN; ABU; KAZI ENAMUL HOQUE, 2022). Outro polímero de destaque é o polieter-éter-cetona (PEEK), reconhecido por sua elevada resistência mecânica, estabilidade química e térmica, biocompatibilidade e ampla aplicabilidade em dispositivos médicos (MONICH et al., 2016; HENRIQUES et al., 2023).

Os materiais metálicos também são amplamente utilizados em implantes devido à sua biocompatibilidade e resistência mecânica (LIU et al., 2022). As ligas de aço inoxidável, especialmente as classes 316 e 316L, destacam-se pelo baixo custo e facilidade de processamento, mas apresentam suscetibilidade à corrosão, sendo mais indicadas para implantes temporários (PATTANAYAK et al., 2025; PARK;

LAKES, 2007). As ligas de titânio por sua vez possuem excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão, garantida pela formação da camada passiva de TiO_2 (SIDAMBE, 2014). O titânio e suas ligas, como Ti-6Al-4V, possuem alta performance mecânica e baixa densidade, tornando-se o padrão-ouro em implantes dentários (RONOH et al., 2022; KAROUSSIS et al., 2003). No entanto, sua coloração acinzentada e a possível liberação de íons de alumínio e vanádio levantam preocupações quanto à estética e aos efeitos biológicos de longo prazo (NAG; BANERJEE; FRASER, 2005). Devido a esses riscos de corrosão e reações inflamatórias, novos grupos de materiais têm sido estudados para aplicações biomédicas (STAIGER et al., 2006).

2.2 MATERIAIS CERÂMICOS

Entre os materiais utilizados em aplicações biomédicas, as cerâmicas, especialmente a zircônia e a alumina, têm se destacado como opções relevantes para implantes devido à sua excelente biocompatibilidade e baixa taxa de desgaste por atrito (PUNJ; SINGH; SINGH, 2021). A alumina apresenta boa resistência mecânica, aliada à tenacidade razoável à fratura, além de alta resistência à corrosão e ao desgaste. No entanto, seu desempenho clínico é limitado pela propagação lenta de trincas, o que pode levar a falhas ao longo do tempo (DE AZA et al., 2002).

A zircônia, por sua vez, tem se mostrado uma alternativa ainda mais promissora para implantes cerâmicos, pois combina elevada resistência mecânica com uma tenacidade à fratura superior à de qualquer outra cerâmica monolítica. Além disso, possui excelente resistência ao desgaste e à corrosão, além de uma afinidade maior com os tecidos ósseos quando comparada a outras biocerâmicas (BONA; PECHO; ALESSANDRETTI, 2015; DE AZA et al., 2002; ZHANG, 2012). Estudos realizados *in vitro* e *in vivo* demonstraram que os implantes de zircônia apresentam biocompatibilidade e potencial de osseointegração semelhantes aos dos implantes de titânio (DEPPRICH et al., 2008; GAHLERT et al., 2012).

Do ponto de vista estético, a zircônia também oferece vantagens importantes, como sua coloração branca que se assemelha à dos dentes naturais, o que a torna especialmente indicada para aplicações odontológicas em que a aparência é um fator determinante. Isso representa um diferencial em relação ao titânio, cuja tonalidade acinzentada pode comprometer o resultado visual (SIVARAMAN et al.,

2018). Outro benefício relevante é sua baixa suscetibilidade à colonização bacteriana, o que contribui para a prevenção de infecções e favorece a integração com os tecidos moles ao redor do implante (NASCIMENTO et al., 2014).

As características positivas da zircônia se destacam principalmente na sua forma estabilizada tetragonal estabilizada com ítria, conhecida como Y-TZP, tendo destaque em aplicações de implantes ortopédicos e restauração dentária (NIKKERDAR et al., 2024). A zircônia contendo 3 mol % de ítria, quando sinterizada em uma faixa de temperaturas de 1300 °C a 1500 °C, resulta em um corpo de Y-TZP composto por estrutura tetragonal que apresenta alta tenacidade à fratura de 4–10 MPa√m, módulo de Young de aproximadamente 180–210 GPa, dureza Vickers de 11–13 GPa e resistência à fratura de 900–1200 MPa (PICONI; MACCAURO, 1999; CHEVALIER; GREMILLARD, 2009). Outras propriedades distintas da Y-TZP incluem alta resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito, inércia química, baixa condutividade térmica e alto ponto de fusão.

Diversos pesquisadores têm enfatizado a singularidade da estrutura tetragonal em suprimir a propagação de trincas na presença de um campo de tensão, resultando em alta tenacidade, um mecanismo posteriormente conhecido como tenacificação por transformação, que consiste no aumento da resistência à fratura decorrente da mudança da estrutura cristalina em condições de carregamento dinâmico (MAMIVAND; ASLE ZAEEM; EL KADIRI, 2014; HANNINK; KELLY; MUDDLE, 2004; TAKAGI et al., 2021).

No entanto, essa capacidade dos grãos tetragonais de sofrer transformação de fase em resposta à tensão induzida também pode ser prejudicial, especialmente quando a zircônia é exposta a um ambiente úmido em baixas temperaturas, variando de 100 a 300 °C, fenômeno posteriormente conhecido como envelhecimento hidrotérmico ou degradação em baixa temperatura (LTD) (LUGHI; SERGO, 2010).

Está bem documentado que a LTD resulta na transformação de fase tetragonal (t) para monoclinica (m) na superfície livre, acompanhada por microtrincas e perda de resistência. A LTD também ocorre em fluido corporal, à temperatura do corpo, em cabeças femorais de Y-TZP (MATSUI et al., 2022).

A LTD do Y-TZP é influenciada por diversos fatores, incluindo método de processamento do pó, condições de sinterização, concentração de ítria, densidade, tamanho de grão, presença de dopantes e condições do ambiente de envelhecimento (meio, temperatura, pressão e tempo). É difícil prever o

comportamento do Y-TZP em diferentes ambientes, pois os fatores de degradação são interdependentes (RAMESH; SARA LEE; TAN, 2018). Portanto, o desenvolvimento de estratégias que possibilitem alcançar um equilíbrio mais eficiente entre resistência, tenacidade e durabilidade a longo prazo em materiais cerâmicos constitui um aspecto fundamental para o avanço dessa classe de materiais.

A zircônia estabilizada com 3 mol% de ítria (3Y-TZP) destaca-se por apresentar elevada resistência à flexão (na faixa de 800 a 1200 MPa) quando comparada a outras cerâmicas de óxidos monofásicas, embora sua tenacidade à fratura seja considerada intermediária, em torno de 6 MPa·√m. Em contraste, a zircônia estabilizada com céria (Ce-TZP), geralmente nas concentrações de 10 a 12 mol%, demonstra tenacidade significativamente superior (15–20 MPa√m), mas com valores de resistência inferiores, tipicamente abaixo de 600 MPa. Essa diferença de desempenho está associada, em parte, às características microestruturais, visto que a 3Y-TZP densa pode ser sinterizada com relativa facilidade mantendo grãos sub micrométricos (em torno de 0,3 μm), enquanto a Ce-TZP apresenta, de modo geral, tamanho de grão mais elevado, na ordem de 1,5 a 2,0 μm (CHEVALIER et al., 2019).

Outro aspecto importante da Ce-TZP é a plasticidade induzida por transformação, um comportamento atípico em cerâmicas, que confere ao material uma capacidade de deformação controlada sob determinadas condições, aumentando sua tolerância a defeitos estruturais e reduzindo a dispersão dos valores de resistência (GRATHWOHL; LIU, 1991; G RAUCHS et al., 2001; TOUAIHER et al., 2018). Essa característica é particularmente vantajosa em aplicações biomédicas, nas quais a presença de falhas de processamento é praticamente inevitável. Entretanto, a literatura demonstra que o teor de céria exerce influência direta no mecanismo de transformação tetragonal–monoclínica da zircônia e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas do compósito. O aumento do teor de céria para >11 mol% pode resultar em um comportamento tipicamente frágil, reduzindo a resistência biaxial para ~800 MPa e a tenacidade à fratura para ~9 MPa√m. (REVERON et al., 2017).

A Ce-TZP também se destaca pela sua elevada estabilidade hidrotérmica, o que reduz substancialmente a (LTD). Essa vantagem decorre da ausência de vacâncias de oxigênio geradas pela estabilização com Ce⁴⁺, ao contrário do que ocorre com o íon Y³⁺ na Y-TZP (CHEVALIER et al., 2009). Estudos demonstram que

teores acima de 12 mol % de CeO_2 praticamente eliminam a transformação de fase em ambientes úmidos e quentes, enquanto mesmo teores de 8% mol mantêm a quantidade de fase monoclinica abaixo de 10% em volume após longos períodos de exposição à água (LUGHI; SERGO, 2010).

Apesar da coloração amarelada da Ce-TZP limitar sua aplicação estética em odontologia, suas propriedades mecânicas e estabilidade justificam o interesse contínuo em seu aprimoramento (REVERON et al., 2017). Nesse contexto, nanocompósitos à base de Ce-TZP têm sido estudados como uma estratégia para melhorar sua resistência à flexão sem comprometer sua tenacidade. A adição de uma segunda fase imiscível, como a alumina, é eficaz no controle do crescimento de grão e na restrição dos contornos de grãos de zircônia. A incorporação de 30% em volume de Al_2O_3 pode reduzir o tamanho médio dos grãos para 0,6 μm e elevar a resistência à flexão para aproximadamente 1400 MPa (BAN et al., 2008).

Avanços mais recentes incluem o desenvolvimento de nanocompósitos tricomponentes, como o 84 vol % Ce-TZP/8 vol % Al_2O_3 /8 vol % $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$, que destaca-se por apresentar elevada resistência (~800 MPa), alta tenacidade à fratura (~10 MPa $\sqrt{\text{m}}$) e mínima suscetibilidade à degradação em baixa temperatura (LTD) (CHEVALIER et al., 2019; LUGHI; SERGO, 2010; LI et al., 2023). A alumina atua na redução do tamanho de grão da zircônia ao restringir o crescimento de contornos de grão, enquanto o aluminato de estrôncio contribui com mecanismos adicionais de tenacificação por desvio de trinca, além de induzir tensões residuais de tração na matriz de zircônia, favorecendo a transformação de fase (CHEVALIER et al., 2019). O nanocompósito também apresenta alto incremento de tenacidade à fratura (ΔK_{IC}) ao longo da propagação da trinca e confiabilidade (Módulo de Weibull) quando comparado à 3Y-TZP (CHEVALIER et al., 2019). Dessa forma, o material alcança um equilíbrio notável entre resistência mecânica, tenacidade e estabilidade a longo prazo, mostrando grande potencial para aplicações biomédicas.

Ainda que a 3Y-TZP continue amplamente utilizada em aplicações odontológicas, limitações como baixa tenacidade, instabilidade térmica e susceptibilidade à degradação hidrotérmica motivam a busca por soluções alternativas. Estratégias de dopagem multielementar, incluindo a estabilização com Ce e Y, têm sido exploradas para manter as propriedades mecânicas desejadas enquanto se combate os efeitos do envelhecimento (RAMESH; SARA LEE; TAN, 2018).

2.3 BIOVIDROS

Os biovidros (BV), também chamados de vidros bioativos, são materiais que permitem interações desejadas com tecidos vivos, capazes de interagir diretamente com sistemas biológicos na interface entre o material e o tecido. Essa interação resulta na formação de uma ligação química entre o material bioativo e o tecido biológico (KUMAR; MARIAPPAN, 2025).

Sua aplicação tem sido amplamente documentada na literatura, com relatos de sua utilização em diferentes especialidades médicas, como otorrinolaringologia (SARIN et al., 2012), cirurgias crânio-maxilofaciais (STOOR et al., 2015) e ortopedia (LINDFORS et al., 2008; HUANG et al., 2021).

Os biovidros representam um marco na evolução dos biomateriais, fazendo parte da chamada segunda geração (FARAG, 2023). Eles foram sintetizados pela primeira vez em 1969 pelo grupo liderado por Larry Hench, com o objetivo de criar materiais capazes de interagir de maneira ativa com os tecidos biológicos (HENCH, 2006). As formulações iniciais pertenciam ao sistema $\text{SiO}_2\text{--Na}_2\text{O--CaO--P}_2\text{O}_5$ e foram os primeiros biomateriais classificados como bioativos por induzirem uma resposta fisiológica específica no organismo, promovendo a formação de uma interface química estável entre o material sintético e o tecido vivo (HENCH et al., 1971; HENCH; PASCHALL, 1973).

L. Hench desenvolveu a primeira composição de BV em 1969. A conhecida composição 45S5 de BV consiste em 45% em massa de SiO_2 , 24,5% em peso de Na_2O , 24,5% em peso de CaO e 6% em peso de P_2O_5 (HENCH, 2006; TILOCCA; CORMACK; DE LEEUW, 2006). Esse vidro é denominado 45S5 porque contém 45% em peso de sílica e possui uma razão molar cálcio-fósforo de 5:1.

Vidros consistem em três principais componentes: formadores de rede, modificadores de rede e óxidos intermediários. Os biovidros pertencem à categoria dos vidros formados à base de silicatos, caracterizados por uma estrutura composta por uma estrutura tetraédrica de SiO_4 . Elementos como o P_2O_5 também atuam como formadores de rede, contribuindo para a constituição da matriz vítrea. Embora não apresentem uma ordenação periódica em longa distância, esses materiais mantêm uma organização local que confere estabilidade à estrutura. A incorporação de óxidos de metais alcalinos e alcalino-terrosos, como Na_2O e CaO , resulta na formação de vidros de silicato alcalino. Esses modificadores de rede introduzem

oxigênios não ligantes (oxigênios livres), os quais influenciam diretamente a solubilidade, a reatividade iônica e, por consequência, a bioatividade do material em meio fisiológico. (KUMAR; MARIAPPAN, 2025). A composição do BV pode variar e determina suas propriedades e desempenho quando implantado no corpo humano (PAWAR; SHINDE, 2024). O primeiro passo para desenvolver um BV adequado é selecionar um formador de rede apropriado, sendo a sílica (SiO_2) o mais comum.

Quando expostos a condições fisiológicas e fluidos corporais, os biovidros tendem a formar uma fina camada de hidroxiapatita (HAp). Essa camada promove a formação de uma ligação biológica com o tecido ósseo, favorecendo as propriedades osteocondutoras e regenerativas do material. Essa característica está diretamente relacionada à composição da matriz extracelular do osso humano, que consiste majoritariamente em uma rede de fibras de colágeno mineralizada com cristais de HAp [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$]. Diante disso, a HAp tem sido amplamente investigada no contexto dos biovidros devido ao seu papel fundamental na integração osso-material (FILIP et al., 2022; SINGH et al., 2022; KUMAR; MARIAPPAN, 2025).

A avaliação da bioatividade dos biovidros é comumente baseada em dois fenômenos principais observados durante a dissolução: (i) a liberação de íons no meio circundante e (ii) a formação de uma camada superficial de apatita (fosfato de cálcio), fundamental para a ligação com o tecido ósseo. Quando imerso em fluido corporal simulado (SBF – *simulated body fluid*), solução que reproduz a composição iônica do plasma humano (KOKUBO et al., 1990; KOKUBO; YAMAGUCHI, 2019), o biovidro sofre uma rápida troca iônica, na qual cátions alcalinos (Na^+) e alcalino terrosos (Ca^{2+}) presentes na matriz vítrea são substituídos por íons H^+ provenientes do meio (KUMAR; MARIAPPAN, 2025).

A bioatividade dos biovidros está intrinsecamente relacionada à sua capacidade de se dissolver em meios aquosos, promovendo uma sequência de reações superficiais que favorecem a integração com tecidos biológicos. Devido à sua estrutura aberta e menos reticulada, esses materiais permitem a fácil difusão de moléculas de água, iniciando o processo de dissolução. Esse comportamento é altamente dependente da composição do vidro, especialmente do grau de despolimerização da rede vítrea (BAINO, 2018).

Essa troca iônica desencadeia uma série de reações na superfície do material, resultando na formação de grupos silanol (Si-OH), seguidos pela

precipitação de uma camada rica em fosfato de cálcio. Com o avanço da reação, essa camada sofre maturação, originando hidroxiapatita carbonatada (HCA), mineral que constitui a principal fase inorgânica do tecido ósseo (KUMAR; MARIAPPAN, 2025).

Embora os biovidros apresentem excelente resposta biológica, sua resistência mecânica é significativamente inferior à do osso humano, o que limita sua aplicação em áreas sujeitas a altas cargas mecânicas. Para contornar essa limitação, têm sido empregadas estratégias como o revestimento ou a infiltração de biovidro em matrizes estruturalmente resistentes, como a cerâmicas e materiais metálicos. Essas abordagens visam combinar a bioatividade do biovidro com as propriedades mecânicas superiores dos substratos, favorecendo a integração óssea sem comprometer a integridade estrutural do implante (JIANG *et al.*, 2023; ABBASI; AHMADIAN; ESLAMI, 2025).

O Bioglass® 45S5 permanece como o material bioativo de referência (CANNIO *et al.*, 2021), embora sua aplicação como revestimento térmico sobre zircônia seja limitada devido à sua alta tendência à cristalização e ao seu elevado coeficiente de expansão térmica ($CTE \approx 15 \times 10^{-6} K^{-1}$) (GOMEZ-VEGA *et al.*, 1999). A zircônia, por sua vez, apresenta um CTE entre $10,8$ e $12,5 \times 10^{-6} K^{-1}$ (FERRARIS *et al.*, 2000; FISCHER *et al.*, 2007), o que demanda materiais com propriedades térmicas compatíveis para evitar falhas por tensões residuais após o processamento. Embora algumas formulações alternativas, como o vidro 6P57 desenvolvido por (Gomez-Vega *et al.* 1999), tenham alcançado um CTE próximo ao da zircônia ($\approx 10,8 \times 10^{-6} K^{-1}$), o alto teor de sílica comprometeu sua bioatividade, tornando-o menos eficaz para aplicações clínicas. Para contornar essas limitações, propostas de modificação da composição do 45S5, substituindo CaO por MgO e Na₂O por K₂O, têm sido estudadas com o objetivo de obter um vidro simultaneamente bioativo e termicamente compatível com a zircônia (KIRSTEN *et al.*, 2014). Nesse contexto, para combater o problema da diferença do coeficiente de dilatação térmica o vidro bioativo S53P4 com a composição (em massa) de 53% SiO₂, 4% P₂O₅, 23% Na₂O, e 20% CaO vem sendo utilizado como alternativa (FABRIS *et al.*, 2021).

Materiais com gradientes de composição, fases e microestrutura vêm sendo estudados há décadas e representam um tema de grande relevância na engenharia de materiais (SALEH *et al.*, 2020). Dessa forma, técnicas de processamento de materiais com gradientes vitro-cerâmicos surgem como alternativa visando reduzir

tensões residuais na interface dos revestimentos de cerâmica/biovidro (CANNILLO et al., 2006).

Nesse contexto, Zhang e Kim (2009) propuseram a fabricação de placas do tipo vidro/zircônia/vidro (G/Z/G), com espessura total de aproximadamente 1,5 mm, compostas por uma fina camada superficial de vidro residual, seguida por uma camada gradiente de vidro-zircônia em ambas as faces e um núcleo interno de Y-TZP densa. Essa configuração permite controlar gradualmente o teor de vidro na superfície da zircônia, criando uma transição estética entre a translucidez superficial e o interior opaco do material, fundamental para alcançar resultados visuais satisfatórios em reabilitações estéticas. Neste processo, o material foi pré sinterizado entre 1100 e 1400 °C por 1 hora em ar, produzindo um modelo ligeiramente poroso para infiltração de vidro. Após, o material foi revestido com a suspensão da composição vítrea em pó. A infiltração do vidro e a densificação foram realizadas simultaneamente a 1450 °C por 2 horas em ar (ZHANG; KIM, 2009). Esse processo visa controlar a profundidade de infiltração do vidro, além do crescimento de grão e/ou desestabilização da fase tetragonal da zircônia, especialmente em ambientes úmidos, como o corporal. (CHEVALIER, 2006; CHEVALIER; CALES; DROUIN, 2004; PICONI; PIASCIK et al., 2006).

Dessa forma, os sistemas com gradiente vítreo-cerâmico representam uma solução inovadora frente às limitações dos materiais cerâmicos convencionais, integrando desempenho estético, mecânico e adesivo em uma única plataforma funcional. Revestimentos de biovidro também apresentam diminuição no tempo de cicatrização e melhora na osseointegração em próteses de zircônia (KIRSTEN et al., 2014).

O uso de vidros bioativos como revestimento tem se mostrado promissor não apenas por seu potencial de formar ligação química direta com o tecido ósseo (HENCH, 2006), mas também por sua capacidade de mitigar perdas ósseas marginais após a implantação (KRAJEWSKI et al., 1996; GOMEZ-VEGA et al., 1999). Adicionalmente, a crescente demanda por implantes livres de metais, impulsionada por considerações estéticas e de biocompatibilidade (WENZ et al., 2008), reforça a relevância do desenvolvimento de sistemas cerâmico-vítreos capazes de aliar desempenho clínico e estabilidade físico-química. Nesse cenário, a engenharia de vidros bioativos adaptados à zircônia representa uma estratégia

promissora para ampliar o uso de implantes cerâmicos em aplicações odontológicas e ortopédicas avançadas.

2.3 EFEITO DA TOPOGRAFIA SOBRE O COMPORTAMENTO BIOLÓGICO

A superfície de um implante desempenha papel decisivo na resposta biológica e microbiológica do organismo hospedeiro. Do ponto de vista topográfico, sua configuração deve favorecer a adesão, proliferação e diferenciação celular, ao mesmo tempo em que dificulta a colonização bacteriana (GALLO; HOLINKA; MOUCHA, 2014).

Diversos estudos mostram que as propriedades topográficas de implantes podem influenciar as reações ao seu redor, o que é de grande importância para a resposta biológica e a osseointegração. Por exemplo, superfícies com micro e nanotopografias controladas promovem uma melhor osseointegração, ao mimetizar o ambiente natural das células ósseas (DUMAS et al., 2012; LIM; DONAHUE, 2007). Além disso, a orientação das estruturas superficiais pode influenciar diretamente o direcionamento do crescimento celular (LUKASZEWSKA-KUSKA et al., 2018). Enquanto microestruturas atuam em escala celular, as nanotopografias simulam interações em nível molecular e subcelular, afetando aspectos como a organização do citoesqueleto e a sinalização bioquímica (FERNANDEZ-YAGUE et al., 2015). As células percebem essas variações por meio de adesões focais, estruturas proteicas que as conectam à matriz extracelular. A forma, densidade e distribuição dessas adesões são moduladas pela topografia da superfície, impactando diretamente funções celulares como a diferenciação (BIGGS; RICHARDS; DALBY, 2010). Por exemplo, células-tronco mesenquimais depositadas em superfícies com rugosidade aleatória tendem a apresentar maior tensão no citoesqueleto, o que favorece a osteogênese, enquanto estruturas ordenadas induzem menor tensão e podem direcionar a diferenciação para linhagens adipogênicas (GÜNTHER et al., 2016; MCBEATH et al., 2004).

A seletividade na adesão celular também pode ser explorada conforme a aplicação: enquanto fibroblastos apresentam maior adesão em superfícies lisas, osteoblastos demonstram preferência por superfícies rugosas (KUNZLER et al., 2007). Esse fenômeno permite a otimização de implantes com base na resposta celular desejada, conforme evidenciado por Herrero-Climent (2013), que

demonstraram maior número de células aderidas em superfícies tratadas com ácido ou jateamento, em comparação com superfícies usinadas.

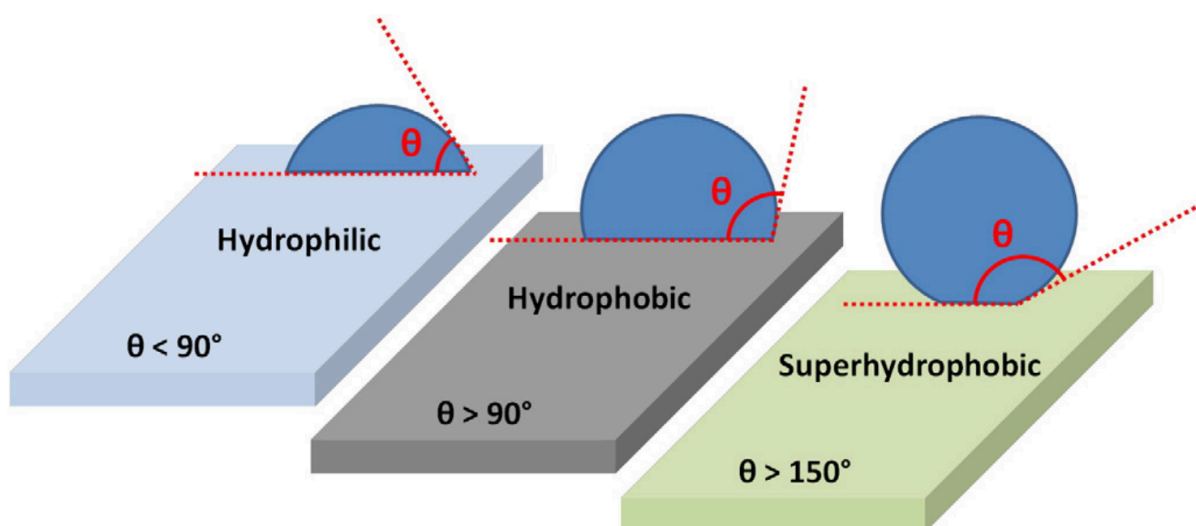
Do ponto de vista microbiológico, a topografia também influencia a adesão bacteriana. Estruturas com micro rugosidade aleatória tendem a favorecer a proliferação de bactérias (BOHINC et al., 2014), enquanto superfícies com nano texturas, especialmente aquelas obtidas por técnicas de laser, têm demonstrado potencial na redução da adesão microbiana e na formação de biofilme (CUNHA et al., 2016). Para superfícies de titânio, valores de rugosidade superiores a $R_a = 0,2 \mu\text{m}$ aumentam a colonização bacteriana, enquanto valores inferiores a esse limite não causam variações significativas (BOLLEN; LAMBRECHTS; QUIRYNEN, 1997). Contudo, esse comportamento pode diferir em cerâmicas como a zircônia, onde mesmo com aumento da rugosidade, a formação de biofilme é frequentemente menor (WANG; SHEN; HAAPASALO, 2014).

A molhabilidade é uma propriedade de superfície amplamente estudada no contexto dos biomateriais, essa propriedade descreve a capacidade de um líquido se espalhar ou aderir a uma superfície sólida e resulta do equilíbrio entre três forças fundamentais: a tensão superficial do sólido, a tensão superficial do líquido e a tensão interfacial entre ambos. Esse comportamento depende das interações moleculares presentes no sistema; líquidos tendem a minimizar sua área superficial formando gotas quando a atração pelo sólido é baixa, enquanto superfícies com alta tensão superficial promovem maior espalhamento do fluido na tentativa de reduzir a energia do sistema. Assim, quanto menor a tensão interfacial, isto é, quanto maior a afinidade entre as moléculas do líquido e do sólido, maior será a molhabilidade (JOSYULA et al., 2024). Em materiais biomédicos, essa propriedade é comumente avaliada por meio do ângulo de contato, parâmetro que indica se uma superfície é hidrofílica ou hidrofóbica o que influencia diretamente processos biológicos essenciais, como adesão celular, formação de biofilme, interação com fluidos corporais e desempenho de implantes (LIU et al., 2022; MENZIES; JONES, 2010).

A medição do ângulo de contato (θ) permite quantificar a capacidade de molhamento de uma superfície sólida. Esse ângulo é determinado no ponto de contato entre o material, líquido e a atmosfera que se encontram, sendo definido entre a tangente à superfície sólida e a tangente à interface líquido-ar. O valor de θ indica o regime de molhabilidade. Como está ilustrado na Figura 1, superfícies com $\theta > 90^\circ$ são classificadas como hidrofóbicas, pois o líquido apresenta baixa afinidade

pelo substrato e tende a formar gotas mais altas; já superfícies com $\theta < 90^\circ$ são consideradas hidrofílicas, indicando maior espalhamento do líquido e superfícies com $\theta > 150^\circ$ podem ser considerada super-hidrofóbicas.

Figura 1 - Representação esquemática de uma gota de água e ângulo de contato em uma superfície hidrofílica, hidrofóbica e super-hidrofóbica.



Fonte: Oberli et al. (2014).

Portanto, diversas técnicas têm sido empregadas para a modificação de superfícies de implantes, com o objetivo de melhorar sua integração biológica, funcionalidade e desempenho clínico. Entre as abordagens físicas, destaca-se o jateamento com partículas abrasivas, utilizado para promover rugosidade controlada e favorecer a adesão celular, sendo amplamente empregado devido à sua eficiência e custo relativamente baixo (WENNERBERG, 1996; RÍOS-CARRASCO *et al.*, 2021).

Além do jateamento, existem outros métodos que podem ser aplicados, como usinagem, processos químicos (por exemplo, anodização e tratamento alcalino) e estratégias biológicas baseadas em células ou proteínas (LIU et al., 2020). Cada técnica apresenta características distintas em termos de custo, complexidade, efeito sobre a topografia da superfície e impacto nas propriedades físico-químicas do material. Dentre essas abordagens, a texturização a laser se destaca por permitir a obtenção de topografias complexas e precisas de forma rápida, limpa e controlada, sem comprometer a integridade estrutural do substrato.

2.4 ESTRUTURAÇÃO DE SUPERFÍCIES A LASER

Laser é a sigla para *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation* (Amplificação da luz por emissão estimulada de radiação), e consiste em um feixe de luz coerente e monocromático que pode apresentar diferentes comprimentos de onda, variando da faixa do ultravioleta ao infravermelho, dependendo do tipo de meio ativo e da configuração do sistema gerador (HAZZAN; PACELLA; SEE, 2021; ROMANOS, 2021). Devido à sua precisão, flexibilidade e alta velocidade, os lasers têm sido amplamente utilizados em diversas áreas tecnológicas, incluindo a medicina, a eletrônica e o processamento de materiais (TRAN; VU; LEE, 2025; OZAN et al., 2025). Quando comparadas às técnicas convencionais, as técnicas de processamento a laser oferecem vantagens significativas. A elevada densidade de energia, combinada com a precisão espacial do feixe, permite o processamento localizado. Além disso, a monocromaticidade do laser possibilita o ajuste da profundidade de interação com o material por meio da variação do comprimento de onda. O feixe também se movimenta com maior velocidade do que ferramentas mecânicas convencionais, não sofre desgaste físico e minimiza a contaminação, fatores que favorecem sua aplicação em ambientes estéreis e dispositivos biomédicos (KURELLA; DAHOTRE, 2005; BONSE et al., 2012).

As propriedades do laser são determinadas principalmente pelo meio ativo, potência, comprimento de onda e duração de pulso, podendo ser contínuo ou pulsado. Nos sistemas pulsados, as durações dos pulsos variam desde a escala de femtossegundos (10^{-15} s) até milissegundos (10^{-3} s). Pulsos mais curtos tendem a proporcionar maior controle do processo e menor extensão da zona afetada (região do material adjacente à zona de incidência do feixe laser que sofre alterações térmicas, físicas ou microestruturais decorrentes da interação laser–matéria), gerando maior precisão no processo. Em sistemas pulsados, a fluência, definida como a energia por unidade de área (J/cm^2) e é um parâmetro crítico (TRAN; VU; LEE, 2025). O meio ativo é o responsável pela emissão da radiação e pode consistir em gases como CO_2 ou argônio, materiais sólidos dopados como Granada de Ítrio e Alumínio dopada com Neodímio (Nd:YAG), ou ainda sistemas baseados em diodos, sendo que cada meio resulta em características distintas de potência e comprimento de onda (POPRAWA, 2011).

A interação entre o feixe de laser e a matéria ocorre por meio da absorção dos fótons pelo material. Em materiais cristalinos, a principal interação se dá entre o campo eletromagnético do laser e os elétrons da rede. A energia incidente pode ser absorvida, refletida ou transmitida, dependendo da estrutura eletrônica do material (VOLPP, 2023). A absorção resulta na excitação eletrônica, podendo desencadear efeitos térmicos, como aquecimento localizado, ou efeitos fotoquímicos, como quebra de ligações moleculares. Essas reações dependem tanto dos parâmetros operacionais do laser quanto das propriedades ópticas, térmicas e eletrônicas do material-alvo (OANE; MAHMOOD; POPESCU, 2021).

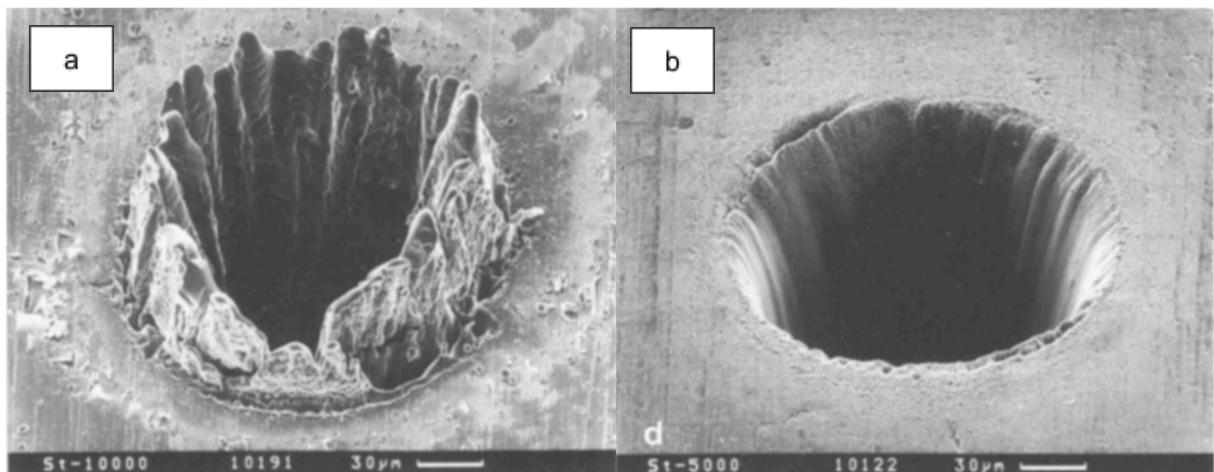
Entre as aplicações mais relevantes do laser em materiais cerâmicos está a usinagem, especialmente vantajosa em função da sua alta dureza e baixa tenacidade, que dificultam seu processamento por métodos tradicionais. A ação localizada do feixe permite a remoção de material por processos como fusão, evaporação, dissociação e ejeção da superfície, superando os desafios comuns como desgaste elevado de ferramentas, taxa de remoção limitada e geração de danos térmicos e mecânicos (SAMANT; DAHOTRE, 2009).

Para a obtenção de micro ou nano estruturas superficiais, é amplamente explorado o fenômeno de ablação, caracterizado pela remoção localizada do material na região de incidência do feixe (LI et al., 2025). O controle dimensional e a qualidade do padrão gerado dependem de fatores como foco, raio do feixe, duração do pulso e propriedades do material, incluindo refletividade, condutividade térmica e ponto de fusão (POPRAWA, 2011). A ablação pode ocorrer de duas formas principais: térmica ou fotoquímica. Na ablação térmica, o material é aquecido localmente e removido por evaporação ou sublimação, gerando uma zona termicamente afetada - *Heat Affected Zone* (HAZ), o que reduz a precisão. Por outro lado, a ablação fotoquímica ocorre em altas energias e curtos tempos de excitação, sem aumento significativo de temperatura. Nessa condição, há ruptura direta das ligações químicas e expulsão do material por repulsão eletrônica, com efeito altamente localizado e preciso (POPRAWA, 2011). Em muitos casos, ambos os mecanismos ocorrem de forma simultânea.

A duração do pulso exerce influência direta sobre o tipo e a qualidade da ablação. Lasers com pulsos na ordem de nanossegundos ou superiores produzem predominantemente ablação térmica, promovendo aquecimento intenso, fusão e vaporização da superfície. Como resultado, ocorre acúmulo de calor e possíveis

modificações nas regiões adjacentes, incluindo mudanças de fase, formação de microtrincas e camadas re-solidificadas. Em contraste, lasers com pulsos ultracurtos, como os de picossegundos ou femtossegundos, entregam energia em períodos extremamente curtos, o que limita a propagação térmica e reduz drasticamente a extensão da zona afetada, como é possível evidenciar na Figura 2. Esse tipo de interação, geralmente não linear, favorece a ocorrência de ablação fotoquímica com alta precisão espacial e mínima alteração térmica residual (TRAN; VU; LEE, 2025).

Figura 2 - Ablação a laser de aço utilizando um laser de nanossegundos (a) e femtossegundos (b)



Fonte: Adaptado de Chichkov et al. (1996)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Para produção das amostras foram utilizados pó comercial de zircônia estabilizado com 3 mol% de ítria (TZ-3YSB, Tosoh, Japão) e pó compósito de 84% em volume de ZrO_2 (11 mol% de CeO_2), 8% em volume de Al_2O_3 e 8% em volume de $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ (referido a partir de agora como $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$) (DOCERAM, Alemanha). Foram produzidos diferentes grupos de amostras a partir de diferentes tratamentos de superfície: (1) *As sinter* (sem tratamento); (2) Jateamento com partículas abrasivas; (3) Infiltração com S53P4; (4) Jateamento + Infiltração com S53P4; (5) *Direct Laser Writing* (DLW); (6) DLW + Infiltração com S53P4 (texturização a laser ocorreu antes da infiltração com biovidro); e (7) Infiltração com S53P4 + DLW (infiltração com biovidro ocorreu antes da texturização a laser). Considerando a diferença na composição e tratamentos de superfície, totalizaram 14 combinações diferentes. Foram fabricadas o total de 40 amostras por grupo. A Tabela 1 sumariza os diferentes tratamentos e composição de cada grupo fabricado com a nomenclatura dos grupos que será utilizada ao longo do texto.

Tabela 1 - Grupos de amostras analisadas com respectivos materiais e tratamentos.

Grupo	Material	Tratamento
3Y-TZP-Sinter	3Y-TZP	<i>As sinter</i> (sem tratamento)
3Y-TZP-Jat	3Y-TZP	Jateamento com partículas abrasivas
3Y-TZP-BV	3Y-TZP	Infiltração com biovidro
3Y-TZP-Jat-BV	3Y-TZP	Jateamento com partículas abrasivas + Infiltração com biovidro
3Y-TZP-DLW	3Y-TZP	<i>Direct Laser Writing</i> (DLW)
3Y-TZP-DLW-BV	3Y-TZP	DLW + Infiltração com biovidro (laser antes do biovidro)
3Y-TZP-BV-DLW	3Y-TZP	Infiltração com biovidro + DLW (biovidro antes do laser)
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -Sinter	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	<i>As sinter</i> (sem tratamento)
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -Jat	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	Jateamento com partículas abrasivas
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -BV	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	Infiltração com biovidro
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -Jat-BV	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	Jateamento com partículas abrasivas + Infiltração com biovidro
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -DLW	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	<i>Direct Laser Writing</i> (DLW)
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -DLW-BV	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	DLW + Infiltração com biovidro (laser antes do biovidro)
ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁ -BV-DLW	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁	As-sinter + Infiltração com biovidro + DLW (biovidro antes do laser)

Fonte: Autoria própria.

Os pós de 3Y-TZP e ZA₈Sr₈Ce₁₁ foram prensados uniaxialmente em matrizes de aço em forma de discos, sob pressão de 250 MPa por 60 segundos para obtenção dos corpos verdes. Ácido esteárico foi utilizado nas superfícies das matrizes como lubrificante para garantir a boa fluidez do pó e facilitar a distribuição homogênea do material. Em seguida, as amostras de foram sinterizadas a 1500 °C por 2 horas (3Y-TZP) e a 1450 °C por 1 hora (ZA₈Sr₈Ce₁₁) em forno de alta temperatura (Sinter F-1800 10P, EDG) em atmosfera de ar. Os discos apresentaram dimensão final de 8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura.

3.2 MODIFICAÇÕES DE SUPERFÍCIE

3.2.1 Infiltração com biovidro

As amostras foram infiltradas com biovidro S53P4 (composto em massa por 53% de SiO₂, 4% de P₂O₅, 23% de Na₂O e 20% de CaO), cobrindo-se a superfície superior do disco sinterizado com uma suspensão de biovidro em álcool isopropílico na proporção de 1:10 em massa. Foram depositados 50 µL da suspensão sobre os discos, mantendo-se a suspensão sob agitação constante durante a aplicação para garantir homogeneidade. Após secos, os discos foram sinterizados a 1500 °C por 2 horas, com uma taxa de aquecimento de 5 °C/min, visando a infiltração do biovidro na matriz.

3.2.2 Texturização a laser

A técnica de DLW foi utilizada para criar um padrão de linhas regulares com espaçamento de 30 µm ao longo de toda a superfície das amostras. O sistema de laser utilizado consiste em uma fonte Nd:YVO₄ pulsada de estado sólido (Edgewave PX200) que emite comprimento de onda de 532 nm (verde) com duração de pulso de 10 ps e potência máxima de 50 W. Esses parâmetros foram selecionados a partir de testes preliminares para garantir maior eficiência na texturização. O feixe de laser foi posicionado e focalizado na superfície da amostra por meio de um sistema de varredura com galvanômetro, resultando em um feixe Gaussiano com diâmetro de foco de 30 µm. As amostras de ZA₈Sr₈Ce₁₁ foram texturizadas com uma fluência menor em relação às amostras de 3Y-TZP visando alcançar padrões de texturas semelhantes entre os materiais. A Tabela 2 sumariza os parâmetros utilizados na texturização a laser.

Tabela 2 - Resumo dos parâmetros de processamento da texturização a laser

Parâmetro	3Y-TZP	ZA ₈ Sr ₈ Ce ₁₁
Comprimento de onda	532 nm	532 nm
Duração de pulso	10 ps	10 ps
Diâmetro do ponto focal	30 µm	30 µm
Fluência	2.79 J/cm ²	2.17 J/cm ²
Taxa de repetição	10 kHz	10 kHz
Velocidade de varredura	1 mm/s	2 mm/s

Fonte: Autoria própria.

3.2.3 Jateamento com partícula abrasiva

Os discos sinterizados foram jateados com partículas abrasivas, sob pressão de 4 bar por 30 segundos, utilizando o equipamento Central Jateamento Precision 3 Press Turbo (Essence Dental), a fim de obter uma superfície macro-rugosa.

3.4 CARACTERIZAÇÃO TOPOGRÁFICA

A morfologia superficial e a microestrutura das amostras texturizadas foram analisadas utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Foram utilizados dois equipamentos diferentes, para análises iniciais, o modelo de escolha foi o Hitachi TM-3030 (Japão), com voltagem aceleradora de 15,0 kV; já para imagens de maior resolução foi utilizado o modelo TESCAN VEGA3 (República Tcheca) com voltagem aceleradora de 15,0 kV. As amostras foram recobertas com ouro, previamente à análise de MEV. Foi utilizada a espectroscopia de dispersão de energia (EDS) para avaliar a composição química das amostras em regiões específicas das amostras infiltradas com biovidro.

As topografias das amostras foram analisadas por meio de um interferômetro de luz branca (Zygo NewView 7300). O equipamento foi utilizado para gerar imagens tridimensionais (3D) e perfis transversais das superfícies tratadas. Os dados gerados foram tratados no software MountainsMap® Imaging Topography (Digital Surf, FRA) versão 10.2.10765. As imagens 3D permitiram a caracterização topográfica detalhada das amostras, possibilitando a avaliação da uniformidade e continuidade

do padrão entre os diferentes grupos. Perfis médios foram obtidos a partir de cortes transversais, permitindo a determinação das profundidades e larguras das regiões texturizadas. A largura foi definida como a distância média no eixo horizontal entre o centro do pico e do vale subsequente, enquanto a profundidade média foi determinada pela distância correspondente no eixo vertical da mesma referência.

3.5 ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO

Os ângulos de contato com água foram determinados por meio de imagens obtidas através de um goniômetro equipado com sistema de iluminação e câmera de captura acoplada modelo Ramé-Hard Model 500 - Advanced Goniometer e os dados foram tratados no software DROPImage Advanced v2.4. Em cada medição, uma gota de 5 μL de água destilada foi cuidadosamente depositada sobre a superfície da amostra, e a imagem foi registrada para posterior análise. O ângulo de contato, definido como o ângulo formado entre a tangente à interface da gota e o plano da amostra no ponto de contato, foi calculado com base na curvatura da gota. Para garantir a reprodutibilidade, foram realizadas duas medições por amostra, considerando três amostras por grupo experimental.

Os dados obtidos foram analisados estatisticamente no software OriginPro® (OriginLab Corporation, EUA). A análise de variância (ANOVA one-way) foi aplicada para avaliar as diferenças entre os grupos, tanto de forma geral (comparando todos os tratamentos entre si) quanto separadamente dentro de cada material. Além disso, foi conduzida uma ANOVA two-way para cada material, a fim de verificar a influência individual e combinada dos fatores avaliados. Para as amostras de 3Y-TZP e $\text{Zr}_0.8\text{Sr}_0.8\text{Ce}_{11}$, foram testadas separadamente as interações entre jateamento e biovidro, bem como entre biovidro e laser, seguidos pelo teste de Tukey, considerando-se $p < 0,05$ como estatisticamente significativo.

3.6 ANÁLISE DE VIABILIDADE CELULAR

Foi utilizada uma linhagem celular murina de fibroblastos (L929, Thermo Scientific, Brasil). Para o cultivo celular *in vitro*, as células foram cultivadas em meio de cultura contendo carbonato de sódio (Sigma Aldrich), penicilina-estreptomicina (pen/strep), meio DMEM (Dulbecco's Modified Eagle's Medium) e soro fetal bovino

(FBS). Também foram utilizados o reagente TrypLE Express Enzyme, tampão PBS (phosphate buffered saline), a solução CellTiter 96® AQueous One (MTS [3-(4,5-dimetiltiazol-2-il)-5-(3-carboximetoxifenil)-2-(4-sulfofenil)-2H-tetrazólio]) (Promega Biotecnologia do Brasil, Brasil), glutaraldeído e formaldeído.

As amostras foram esterilizadas em autoclave a 121 °C sob 1 ATM de pressão. O ensaio de contato direto foi realizado posicionando-se as amostras em uma placa de cultura de 48 poços (Corning Life Sciences).

A viabilidade celular foi avaliada utilizando a linhagem murina de fibroblastos (L929, Thermo Scientific, Brasil), semeada diretamente sobre as amostras. As células semeadas no fundo de um poço vazio foram utilizadas como controle. As células foram mantidas em atmosfera úmida a 37 °C com 5% de CO₂ e cultivadas em meio DMEM suplementado com 10% de FBS e 1% de penicilina/estreptomicina. O meio de cultura foi trocado a cada dois dias até que as células atingissem 85–90% de confluência. As células foram destacadas utilizando Tryplex e semeadas sobre as amostras na densidade de 1·10⁴ células/poço. Após 24 horas, diferentes concentrações foram adicionadas aos poços. Em seguida, as células foram lavadas duas vezes com PBS e a viabilidade celular foi avaliada pelo ensaio MTS.

As células foram incubadas por 24 horas a 37 °C, 5% de CO₂ e 90% de umidade. Os poços-controle contendo apenas meio de cultura também foram incubados. Após esse período, as células foram lavadas com PBS (Gibco®, EUA) e a viabilidade celular foi medida utilizando o ensaio de proliferação AQueous One Solution (CellTiter 96, MTS, Promega). Em cada poço, foi adicionada uma mistura de 20 µL do reagente MTS (Promega Corporation®, EUA) com 100 µL de meio, sendo então incubados a 37 °C por 2 horas com 5% de CO₂ (Ultrasafe HF 212UV, Brasil). Após a incubação, o meio restante foi transferido para placas de 96 poços para leitura da densidade óptica em comprimento de onda de 490 nm. As análises foram realizadas em um espectrofotômetro (Molecular Devices, Spectra Max Plus 348), com quatro réplicas paralelas por amostra. O meio de cultura foi utilizado como grupo controle, e os resultados indicaram a atividade metabólica (MELGAR AGUILAR *et al.*, 2021).

A atividade metabólica das células L929 foi analisada utilizando o software OriginPro® (OriginLab Corporation, EUA), sendo expressa como média ± erro padrão de dois ensaios independentes com três réplicas cada. A avaliação

estatística foi realizada por análise de variância de uma via (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey, considerando-se $p < 0,05$ como estatisticamente significativo.

3.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

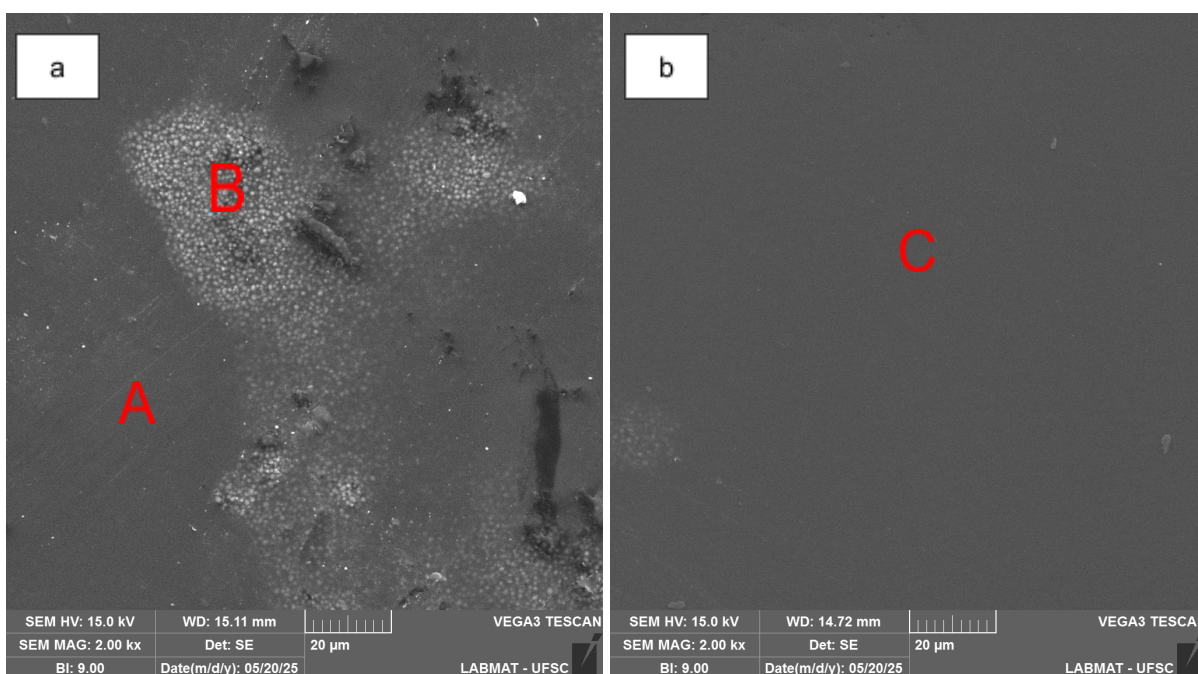
A análise de DRX foi realizada nas amostras infiltradas com biovidro e no grupo sem tratamento, com o objetivo de identificar formação de novas fases após infiltração com biovidro. As análises foram conduzidas em equipamento MiniFlex600 (Rigaku) presente no LINDEN (Laboratório Interdisciplinar para Desenvolvimento de Nanoestruturas) do Departamento de Engenharia Química e de Alimentos (EQA) da UFSC. Os parâmetros de varredura foram passo de $0,05^\circ$ e velocidade de varredura de $10^\circ/\text{min}$. Os dados foram tratados a partir do software OriginPro® (OriginLab Corporation, EUA).

4 RESULTADOS

4.1 ANÁLISE MORFOLÓGICA

A análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada em todos os grupos e permitiu observar distintas morfologias superficiais entre as amostras avaliadas. Nas amostras do grupo 3Y-TZP-BV (Figura 3-a), foram identificadas extensas regiões recobertas por camadas lisas (região A), intercaladas com áreas pontuais de superfície granulada (região B). Já nas amostras do grupo 3Y-TZP-Jat-BV (Figura 3-b), observou-se predominantemente a formação de camadas lisas (região C). A espectroscopia de dispersão de energia (EDS) corroborou essas diferenças morfológicas (Tabela 3), indicando que as regiões A e C apresentaram composição com alto teor de silício, sem detecção do elemento característico da matriz (zircônia). Em contrapartida, a região mais granulada (região B) apresentou a presença simultânea de elementos característicos da zircônia (ZrO_2) e de silício.

Figura 3 - Imagem de MEV das amostras de 3Y-TZP-BV (a) e 3Y-TZP-Jat-BV (b).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 3 - Composição química das amostras 3Y-TZP apenas jateadas e jateadas e infiltradas com biovidro.

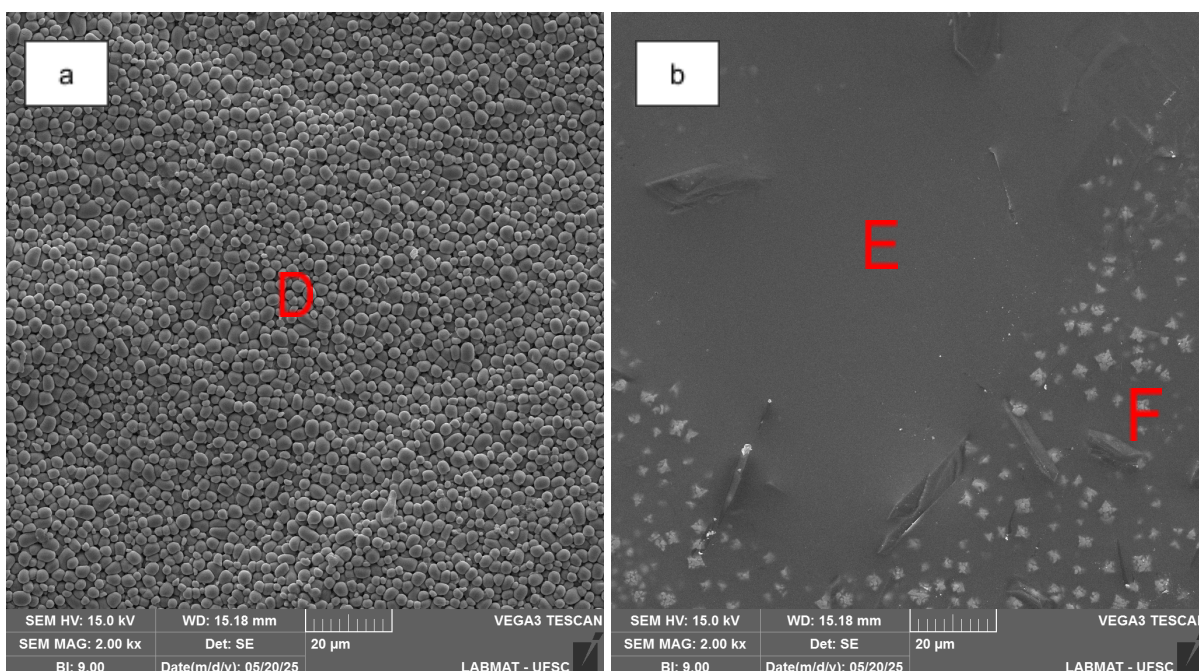
Elemento	Região A (wt%)	Região B (wt%)	Região C (wt%)
O	47,8	42,1	47,49
Zr	0	40,3	0
Si	25,3	7,7	26,8
Al	13,14	4,3	13,65
Na	9,04	4,1	6,0
Ca	4,72	1,4	6,02

Fonte: Autoria própria.

Legenda: Resultados obtidos por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) nas regiões A e B da amostra 3Y-TZP-BV e na região C da amostra 3Y-TZP-Jat-BV, expressos em porcentagem em peso (wt%).

Nas amostras do grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV}$ (Figura 4-a), observou-se uma superfície bem definida, de aspecto granular, composta por partículas esféricas com distribuição relativamente uniforme em tamanho e espaçamento (região D). A análise por EDS dessas regiões indicou a presença de elementos característicos da matriz do compósito, sem indicar a presença de silício. Já no grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-Jat-BV}$ (Figura 4-b), verificou-se predominantemente a formação de uma camada lista (região E) apresentando alto teor de silício na análise de EDS (Tabela 4), intercalada com pequenos pontos onde não foi detectado presença de silício (região F).

Figura 4 - Imagem de MEV das amostras das amostras $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV}$ (a) e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-Jat-BV}$ (b).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 4 – Composição química das regiões analisadas das amostras $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ apenas jateadas e jateadas e infiltradas com biovidro.

Elemento	Região D (wt%)	Região E (wt%)	Região F (wt%)
Zr	61,5	0	22,0
O	30,4	46,32	23,5
Ce	8,1	4,14	54,3
Al	-	20,03	-
Si	-	18,01	-
Na	-	5,82	-
Ca	-	5,71	-

Fonte: Autoria própria.

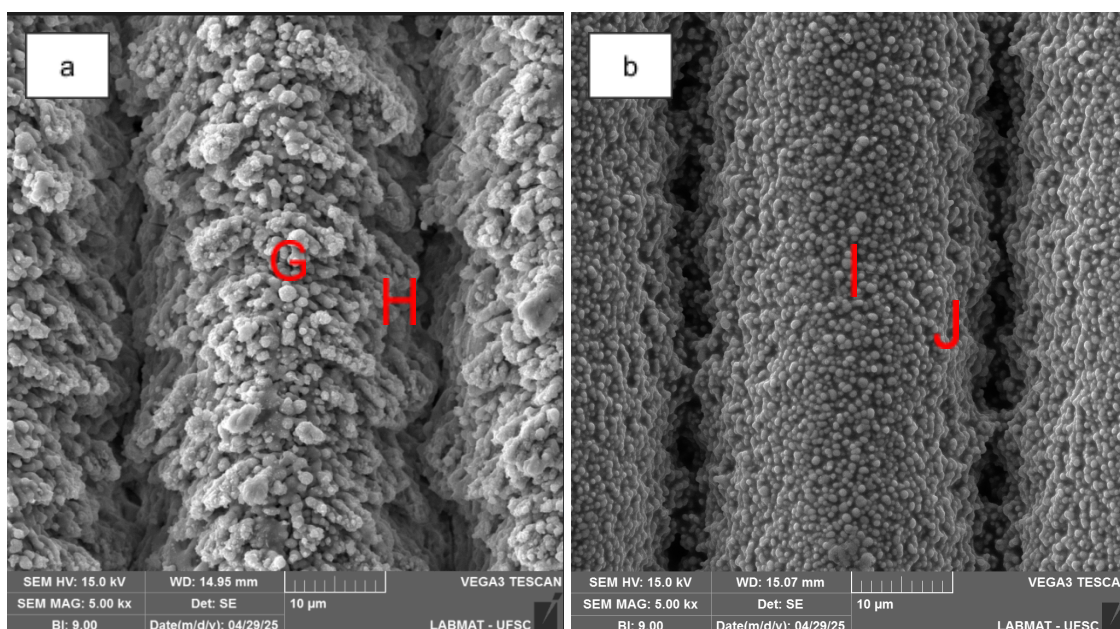
Legenda: Resultados obtidos por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) na região D da amostra $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV}$ e nas regiões E e F da amostra $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-Jat-BV}$, expressos em porcentagem em peso (wt%).

No grupo 3Y-TZP-BV-DLW (Figura 5-a), observou-se uma morfologia superficial granular ao longo de toda a topografia gerada, porém com grãos irregulares entre si. A análise por EDS (Tabela 5) apontou que a distribuição dos

elementos silício, cálcio e sódio foi relativamente equilibrada tanto no topo (região G) quanto na região texturizada (região H).

O grupo 3Y-TZP-DLW-BV (Figura 5-b), apresentou superfícies com morfologia granular. A estrutura formada foi composta por partículas com formato predominantemente esférico, distribuídas de maneira relativamente uniforme entre os picos e sulcos da topografia, mais uniformes e consideravelmente menores do que a amostra que foi texturizada após o biovidro. Na análise de EDS observou-se composição semelhante entre os picos (região I) e sulcos (região J) da amostra, ambos com presença de silício.

Figura 5 - Imagem de MEV das amostras das amostras 3Y-TZP-BV-DLW (a) e 3Y-TZP-DLW-BV (b).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 5 – Composição química das regiões analisadas das amostras 3Y-TZP com biovidro e DLW

Elemento	Região G	Região H	Região I	Região J
Zr	45,6	44,8	62,1	45,9
O	38,4	40,4	29,2	43,9
Si	6,5	5,1	4,3	4,8
Na	4,8	3,9	2,2	2,5
Y	3,0	3,8	1,1	1,9
Ca	1,9	2,1	1,1	1,0

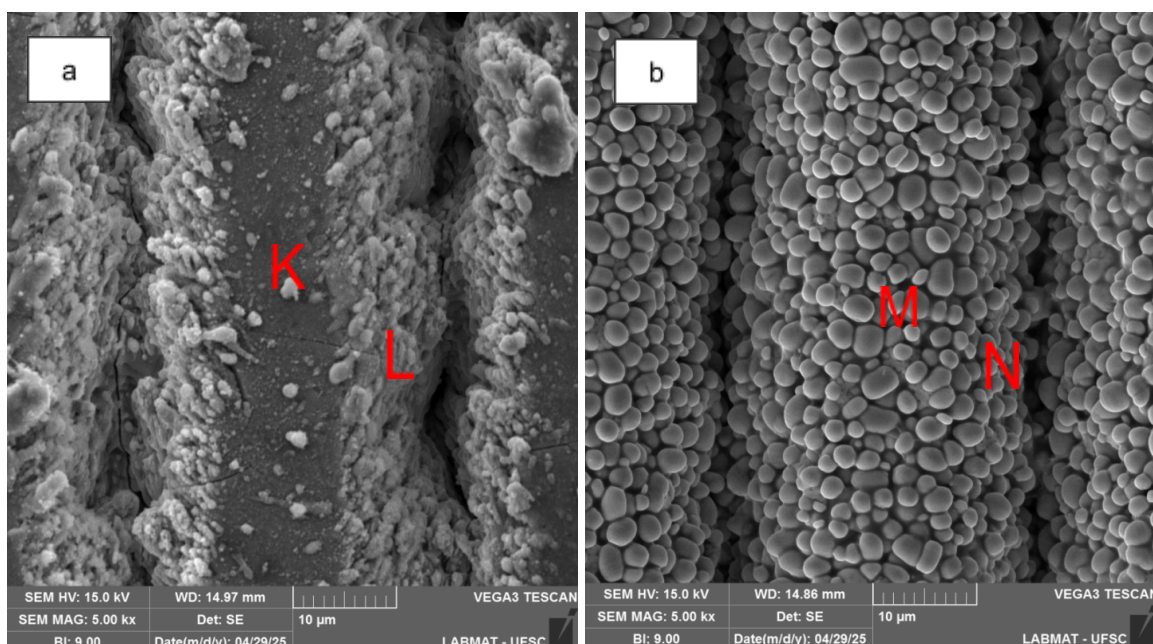
Fonte: Autoria própria.

Legenda: Resultados obtidos por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) nas regiões G e H da amostra 3Y-TZP-BV-DLW e nas regiões I e J da amostra 3Y-TZP-DLW-BV, expressos em porcentagem em peso (wt%).

No grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-DLW}$ (Figura 6-a), foi possível observar, por meio da análise morfológica, uma variação na distribuição superficial do material vítreo entre os picos e sulcos. A camada formada nos picos (região K) apresentou uma camada lisa, enquanto nos sulcos (região L) a morfologia indicava a estrutura granular. A espectroscopia por dispersão de energia (EDS) revelou maior concentração de silício (Tabela 6), nas regiões dos picos, quando comparadas aos sulcos.

Nas amostras do grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-DLW-BV}$ (Figura 6-b), foi observado uma superfície com morfologia granular, composta por partículas esféricas distribuídas de forma relativamente uniforme entre os picos (região M) e sulcos (região N) da topografia. A presença de silício, cálcio e sódio foi confirmada por EDS, porém em proporção menor em relação até mesmo às áreas texturizadas do grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-DLW}$. Apesar de morfológicamente similares, houve diferença na composição dos picos e sulcos da amostra, onde observou-se uma presença maior de silício na região texturizada.

Figura 6 - Imagem de MEV das amostras das amostras $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-DLW}$ (a) e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-DLW-BV}$ (b).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 6 – Composição química das regiões analisadas das amostras $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ com biovidro e DLW.

Elemento	Região K (wt%)	Região L (wt%)	Região M (wt%)	Região N (wt%)
O	39,6	26,5	28	33,4
Al	15,2	4,6	1,4	5,0
Si	13,9	4,8	0,9	1,7
Zr	13,5	43,6	58,5	44,2
Na	7,9	3,1	0,5	1,4
Ca	6,1	2,7	0,4	0,7
Ce	3,8	14,6	10,3	13,6

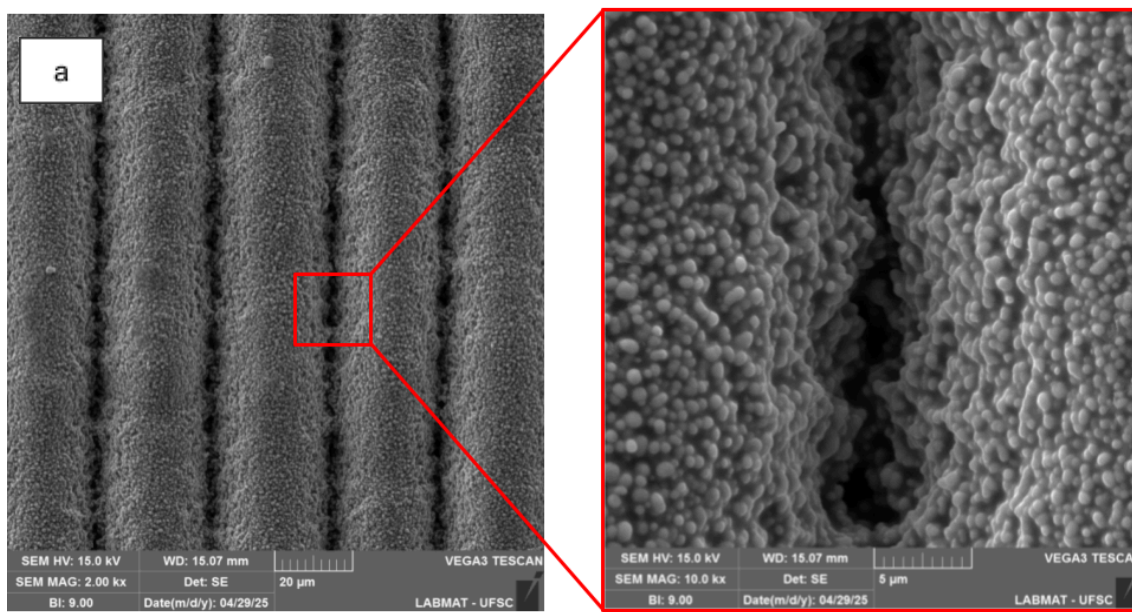
Fonte: Autoria própria.

Legenda: Resultados obtidos por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) nas regiões K e L da amostra $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-DLW}$ e nas regiões M e N da amostra $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-DLW-BV}$, expressos em porcentagem em peso (wt%).

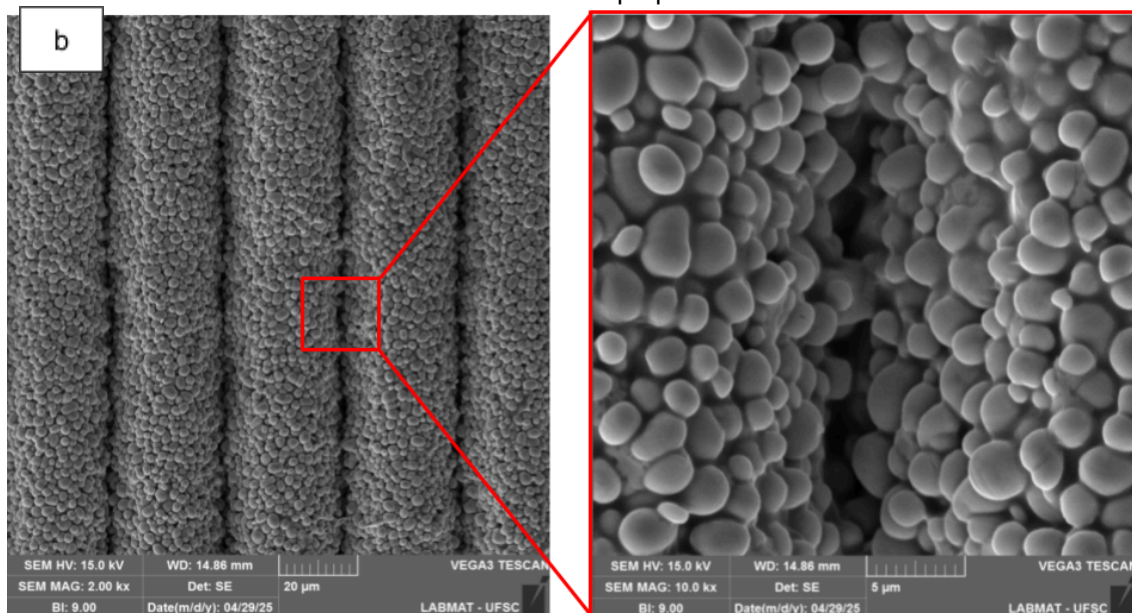
Comparando as amostras de zircônia e compósito que formaram a estrutura granular após interação com biovidro (Figura 7), é possível reparar que os grãos da

amostra de zircônia, são relativamente menores em relação aos grãos formados na amostra de compósito.

Figura 7 - Comparação do tamanho de grãos das amostras analisadas 3Y-TZP-DLW-BV (a) e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-DLW-BV}$ (b).



Fonte: Autoria própria.

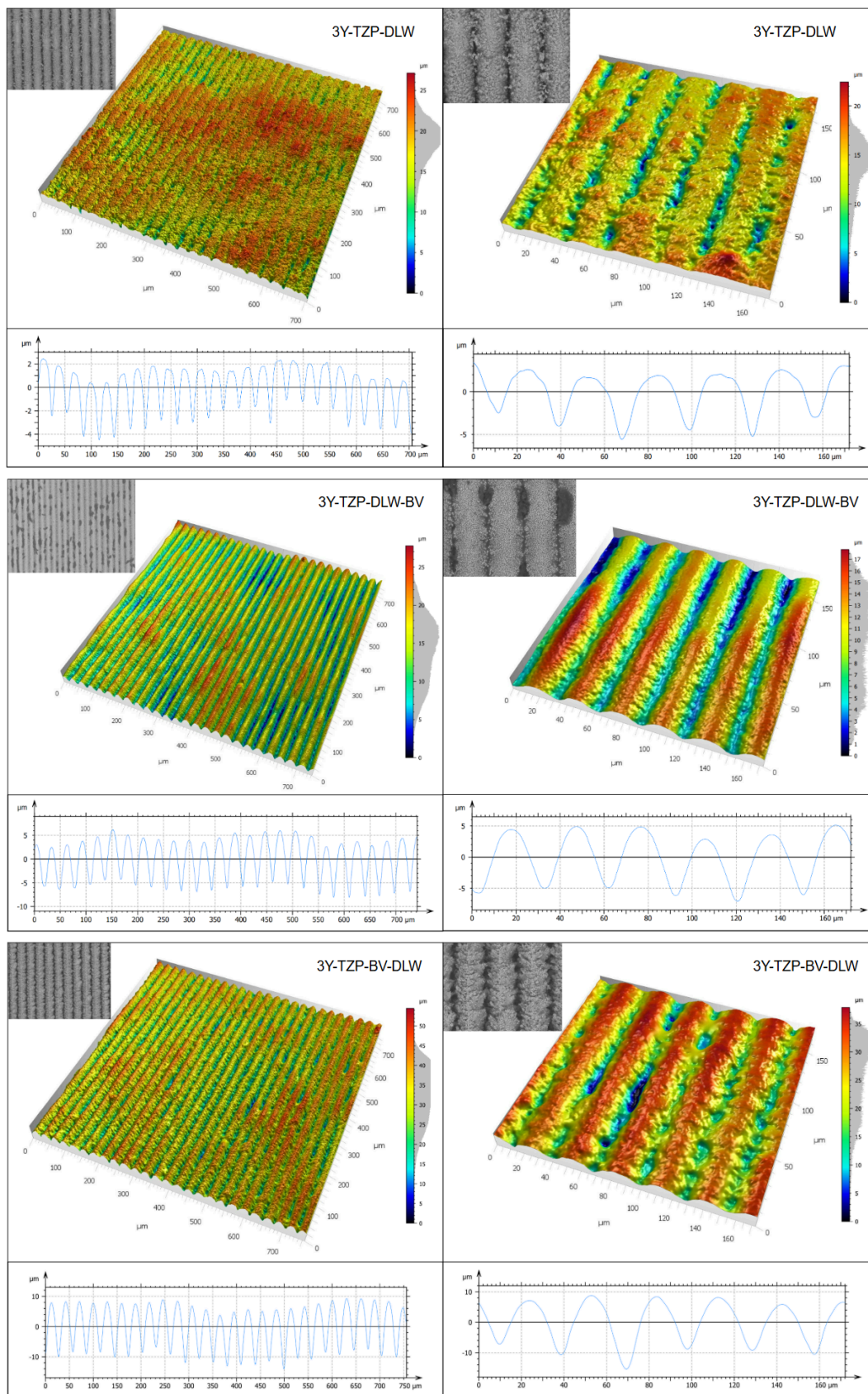


4.2 ANÁLISE DE INTERFEROMETRIA

A texturização por DLW (Direct Laser Writing) foi conduzida com o objetivo de gerar sulcos paralelos, respeitando um período específico entre as linhas. Portanto,

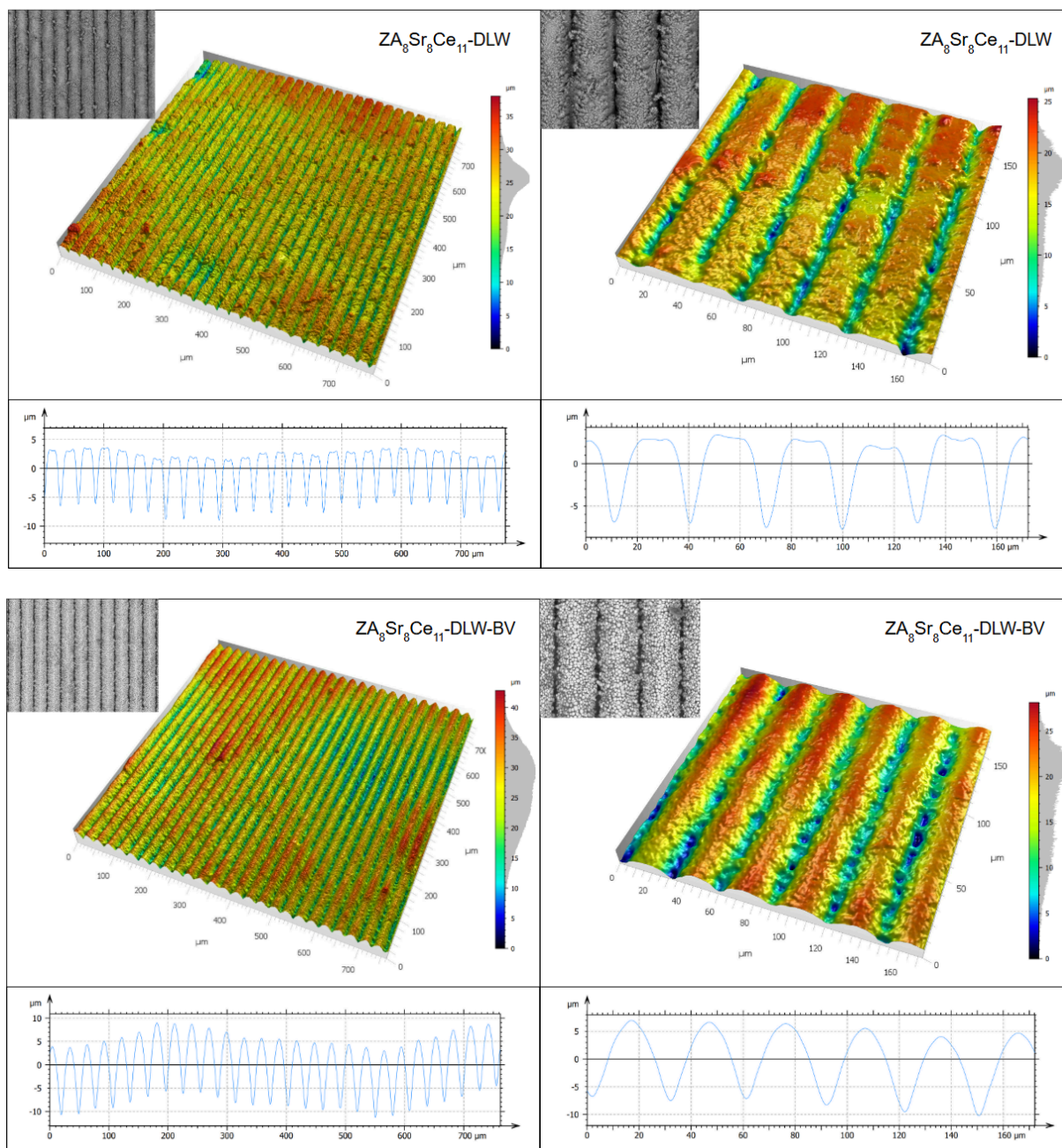
foi possível observar que as amostras de 3Y-TZP (Figura 8) e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ (Figura 9) analisadas apresentaram, após o processamento, o padrão esperado para a técnica de DLW, com sulcos regulares e períodos bem definidos ao longo de toda a superfície. Observa-se que os sulcos apresentam bordas bem delimitadas, sem evidências de regiões fundidas, material resolidificado ou deformações morfológicas adjacentes às linhas texturizadas. Além disso, a remoção de material ao longo dos sulcos ocorre de forma uniforme, sem variações abruptas na largura ou profundidade aparente das estruturas.

Figura 8 - Topografia das amostras de 3Y-TZP



Fonte: Autoria própria.

Legenda: Composição de imagens de MEV, topografia tridimensional e perfil transversal médio das amostras dos grupos 3Y-TZP-DLW, 3Y-TZP-DLW-BV e 3Y-TZP-BV-DLW.

Figura 9 - Topografia das amostras de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ 

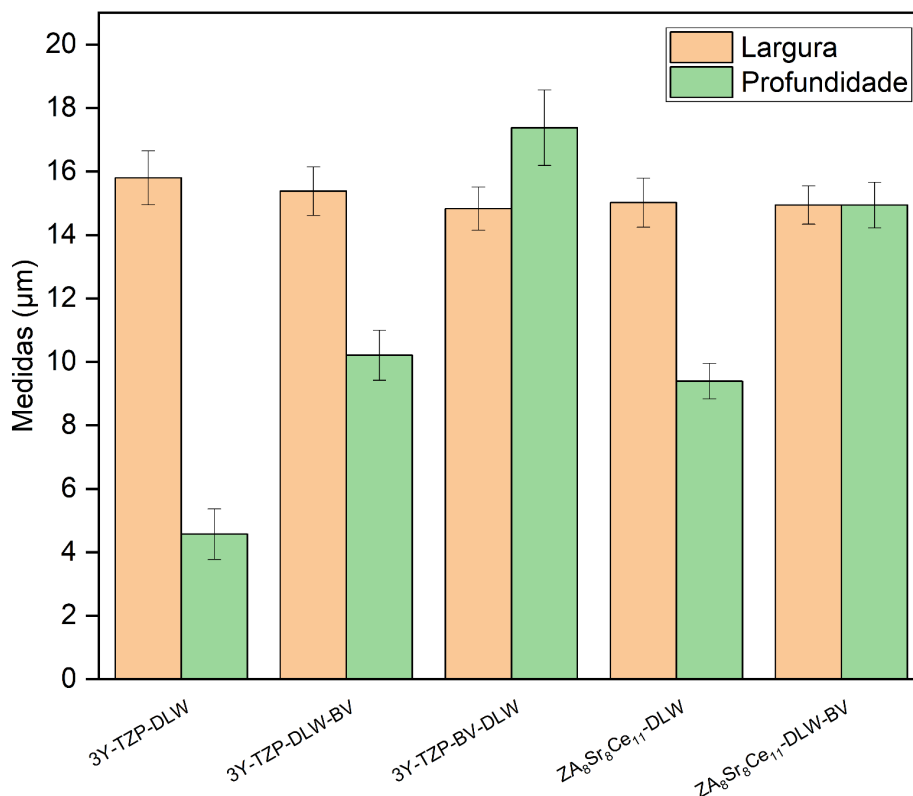
Fonte: Autoria própria.

Legenda: Composição de imagens de MEV, topografia tridimensional e perfil transversal médio das amostras dos grupos $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -DLW e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -DLW-BV.

Os valores médios de largura obtidos para todos os grupos foram próximos ao valor teórico de 15 μm . Por outro lado, a profundidade média máxima variou de forma significativa entre os tratamentos. A 3Y-TZP sem biovidro apresentou profundidade de 4,57 μm , enquanto os grupos texturizados antes e depois da infiltração atingiram 10,21 μm e 17,38 μm , respectivamente. No caso do compósito, a amostra sem infiltração apresentou profundidade de 9,6 μm , e a amostra infiltrada

previamente e posteriormente texturizada alcançou 13,9 μm como é possível observar na Figura 10.

Figura 10 – Largura e profundidade médias dos perfis das amostras texturizadas a laser.



Fonte: Autoria própria.

4.3 ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO

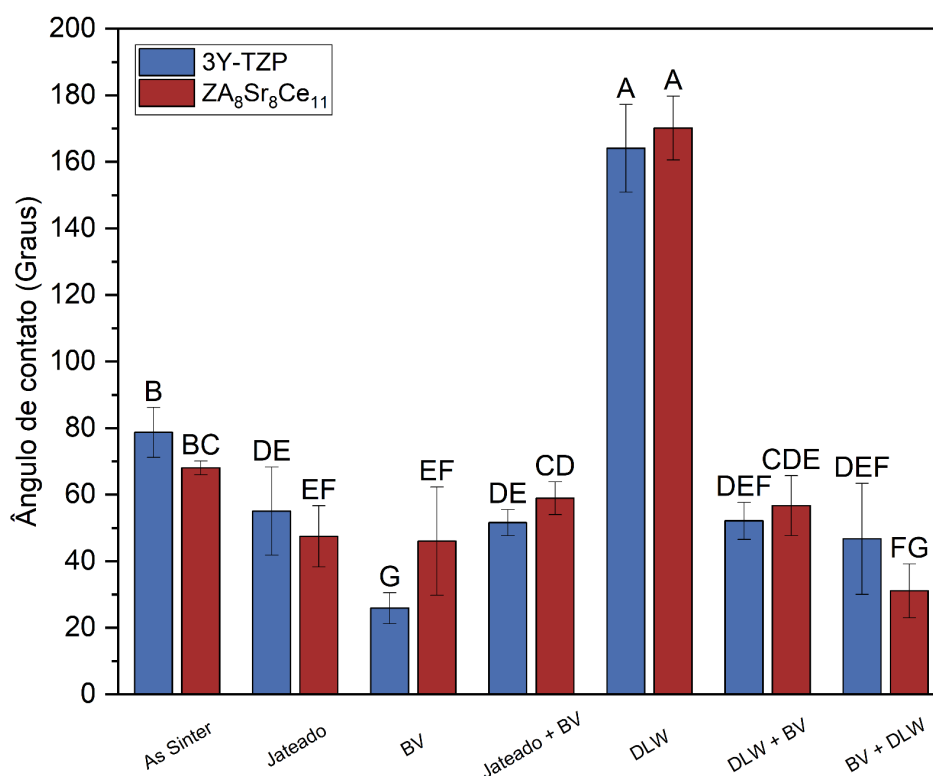
A Figura 11 apresenta os valores médios de ângulo de contato para os materiais 3Y-TZP e ZA₈Sr₈Ce₁₁. Diferenças estatisticamente significativas entre os grupos foram identificadas por meio de análise de variância one-way (ANOVA), seguida do teste pós-hoc de Tukey ($p < 0,05$), conforme indicado pelas letras distintas associadas às barras.

Para ambos os materiais, as superfícies apenas texturizadas por DLW (3Y-TZP-DLW e ZA₈Sr₈Ce₁₁-DLW) apresentaram os maiores valores de ângulo de contato, valores superiores a 150° para ambos os materiais, caracterizando

superfícies super-hidrofóbicas ($\theta > 90^\circ$), não diferindo estatisticamente entre si (letra A).

Os grupos tratados com biovidro (BV), isoladamente ou em combinação, apresentaram, em sua maioria, comportamento mais hidrofílico em comparação às amostras sem tratamento. Para as amostras de 3Y-TZP, o grupo 3Y-TZP-BV apresentou os menores ângulos (cerca de 30°), caracterizando a superfície mais hidrofílica deste material. Já para as amostras de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, o grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV-DLW apresentou os menores ângulos de contato, sendo estes os dois grupos mais hidrofílicos entre todos analisados (letra G). A associação de BV + DLW reduziu o caráter hidrofóbico observado no laser isolado.

Figura 11 - Ângulo de contato das amostras submetidas aos diferentes tratamentos superficiais; letras diferentes indicam grupos com diferença estatística significativa ($p < 0,05$).



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 7 apresenta os resultados da análise de variância two-way (ANOVA) para os materiais 3Y-TZP e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, considerando os fatores jateamento, texturização a laser (DLW) e biovidro (BV), bem como a interação entre esses fatores.

Para o material 3Y-TZP, observou-se efeito estatisticamente significativo tanto do jateamento quanto da DLW, assim como do biovidro, em todas as comparações realizadas. Além disso, a interação entre os fatores foi estatisticamente significativa, indicando que a resposta do ângulo de contato depende da combinação entre os tratamentos superficiais aplicados.

Para o material $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, o fator biovidro apresentou efeito estatisticamente significativo em todas as comparações. Em contraste, os fatores jateamento e DLW não apresentaram efeito significativo quando analisados isoladamente. No entanto, a interação entre os fatores foi significativa em todas as condições avaliadas, evidenciando que o efeito dos tratamentos depende da associação entre eles.

Tabela 7 - Resultados da análise de ANOVA Two-Way para os materiais 3Y-TZP e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, considerando os fatores Jateamento, (DLW) e Biovidro. A tabela indica a presença de efeito significativo para cada fator e para a interação entre eles.

Material	Comparação	Fator 1	Fator 2	Interação
3Y-TZP	Jat x BV	Jat: Sim	BV: Sim	Sim
3Y-TZP	DLW x BV	DLW: Sim	BV: Sim	Sim
$\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$	Jat x BV	Jat: Não	BV: Sim	Sim
$\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$	DLW x BV	DLW: Não	BV: Sim	Sim

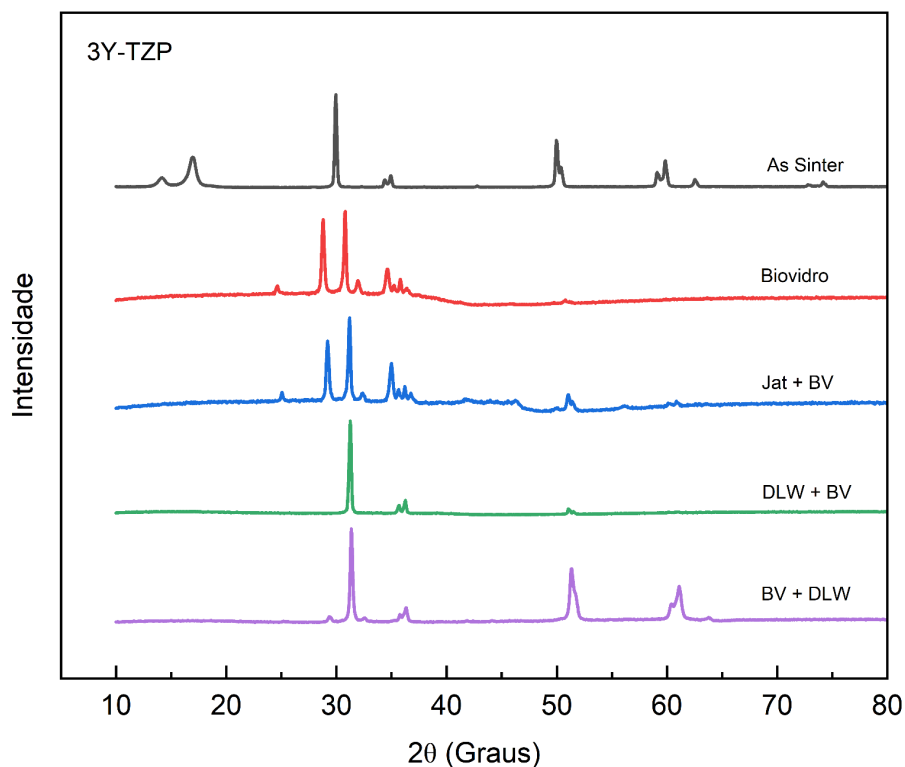
Fonte: Autoria própria.

4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

A Figura 12 apresenta os difratogramas de raios X (DRX) das amostras de 3Y-TZP. O grupo sem tratamento (3Y-TZP-sinter) mostra os picos característicos da fase tetragonal da zircônia. Já as amostras recobertas com biovidro, observam-se novos picos não presentes na amostra 3Y-TZP sem tratamento, principalmente no grupo 3Y-TZP-BV e 3Y-TZP-Jat-BV. Além disso, a presença de uma região de maior

espalhamento e menor intensidade entre 20° e 50° pode ser associada a uma fase amorfa evidenciados também nos grupos 3Y-TZP-BV e 3Y-TZP-Jat-BV.

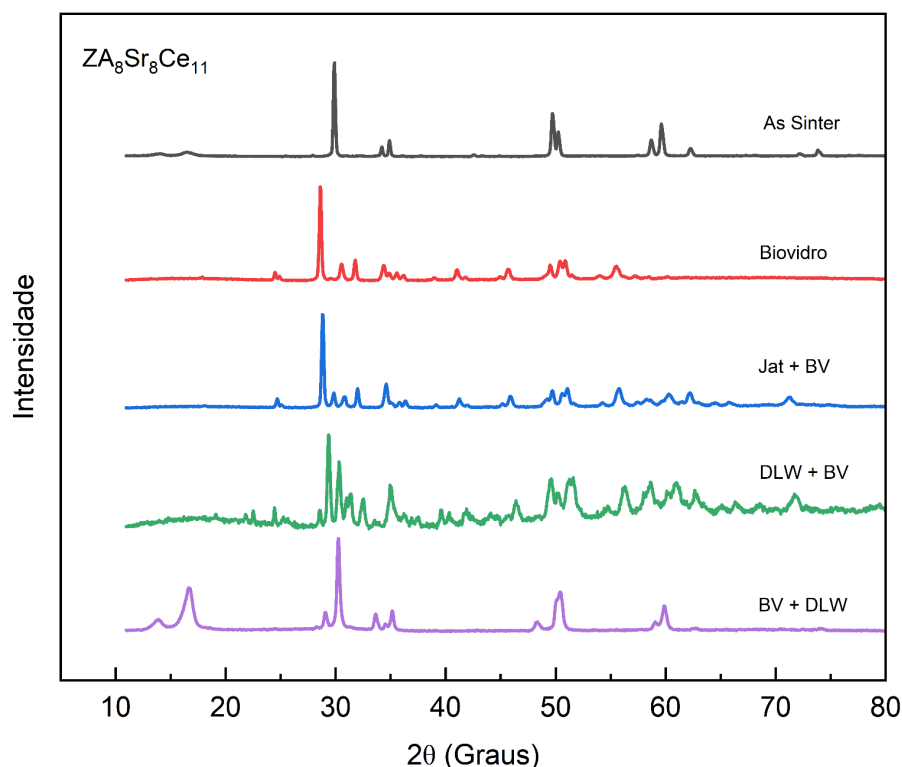
Figura 12 - DRX das amostras de 3Y-TZP mostrando o efeito da infiltração com biovidro na formação de novas fases.



Fonte: Autoria própria.

Já nos grupos de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV}$ (Figura 13), também tivemos formação de novas fases em relação ao grupo de material puro. Nos grupos $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV}$ e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-Jat-BV}$ foi possível observar novas fases cristalinas, já no grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-DLW-BV}$, foi possível observar além de novas fases cristalinas, também a presença de fase amorfa. O grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}\text{-BV-BV-DLW}$, indicou menor formação de novas fases comparado aos demais.

Figura 13 - Difratoogramas de DRX das amostras de 3Y-TZP submetidas aos diferentes tratamentos superficiais, com e sem infiltração de biovidro.



Fonte: Autoria própria.

4.4 VIABILIDADE CELULAR

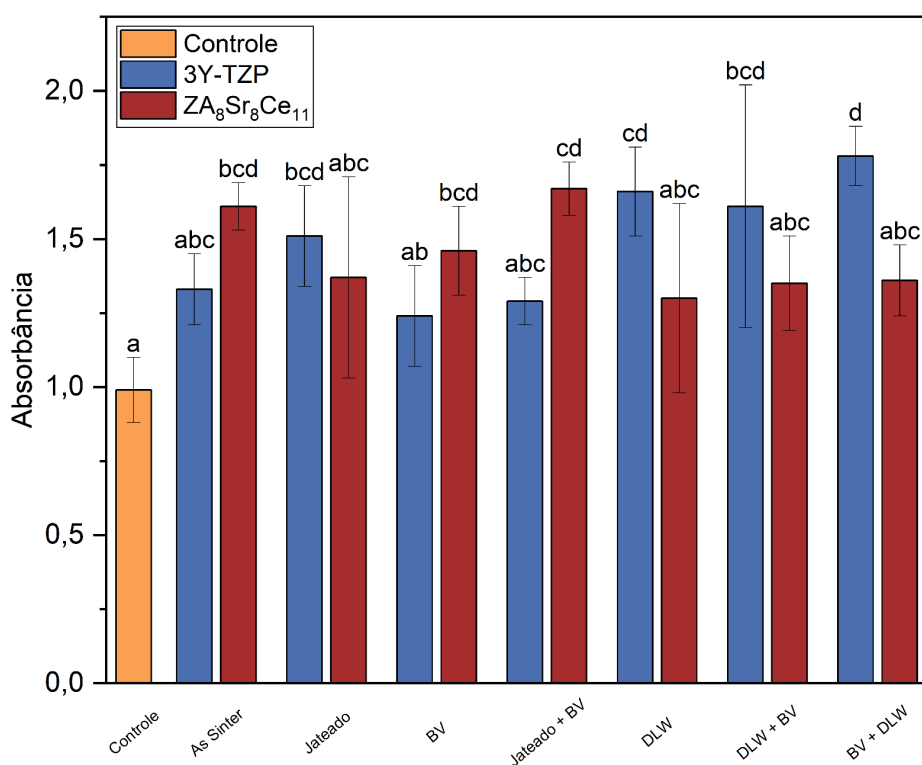
Os ensaios de viabilidade celular, indicaram que nenhum dos grupos analisados apresentou efeito citotóxico, uma vez que todos os tratamentos resultaram em valores de absorvância iguais ou superiores ao grupo controle, evidenciando biocompatibilidade adequada dos materiais e das superfícies estudadas (Figura 14). A análise estatística (pós-hoc de Tukey) revelou que alguns grupos apresentaram valores de absorvância estatisticamente superiores ao controle, conforme indicado pelas letras distintas associadas às barras ($p < 0,05$). Esses grupos correspondem àqueles que não compartilham a letra “a” com o controle, sugerindo maior atividade metabólica celular em comparação à condição controle.

Para o material 3Y-TZP, os tratamentos envolvendo texturização a laser (DLW), isoladamente ou em combinação com biovidro (BV + DLW), apresentaram os maiores valores de absorvância, diferindo estatisticamente do controle e de

alguns dos demais tratamentos do mesmo material. Para o material $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, observou-se variação nos valores de absorbância entre os diferentes tratamentos, sendo que os grupos *as sinter*, BV e Jat+BV apresentaram valores estatisticamente superiores ao controle, enquanto os outros não diferiram significativamente, indicando comportamento dependente da condição superficial aplicada.

Ademais, na condição BV + DLW, foi observada diferença estatisticamente significativa entre os materiais, com o 3Y-TZP apresentando valores de absorbância superiores aos do $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, conforme indicado pelas letras distintas.

Figura 14 - Absorbância das amostras de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ e 3Y-TZP submetidas aos diferentes tratamentos superficiais em relação ao grupo controle; letras diferentes indicam diferença estatística significativa ($p < 0,05$).



Fonte: Autoria própria.

5 DISCUSSÃO

Diferentes morfologias foram obtidas nas superfícies dos materiais 3Y-TZP e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ por meio da combinação de tratamentos de jateamento, infiltração com biovidro e texturização a laser, evidenciando que as modificações superficiais foram fortemente influenciadas tanto pela natureza do substrato quanto pela sequência de aplicação dos tratamentos.

As análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão de energia (EDS) permitiram correlacionar a morfologia superficial observada com a distribuição química dos elementos. As amostras infiltradas com biovidro apresentaram majoritariamente três morfologias distintas, que variaram também em sua composição química.

Observou-se uma camada lisa com alto teor de elementos característicos da composição de biovidro: Silício; Cálcio e Sódio (FAGERLUND et al., 2012), também foi possível observar também superfícies sem a presença dos elementos característicos de biovidro, indicando o biovidro não aderiu corretamente ou apresentou uma reação distinta da esperada para estas superfícies, uma possibilidade é que esse vidro tenha infiltrado na amostra além da profundidade analisada. A terceira superfície observável foram de composições químicas intermediárias, onde foi possível observar tanto elementos da matriz dos materiais, como elementos característicos de biovidro, indicando uma camada de gradiente onde ambos os materiais foram observados.

Essas composições corroboram com o estudo de Zhang e Kim (2009) no qual foram fabricadas amostras infiltradas com biovidro nas faces superiores e inferiores dos discos, mantendo a matriz no núcleo da amostra. Neste estudo foi observado a formação de uma camada lisa, chamada de camada residual de biovidro, uma camada intermediária chamada de camada de gradiente e uma camada sólida da matriz, corroborando para as características de superfícies encontradas neste trabalho.

Dentre os grupos estudados, o grupo de compósito que foi jateado previamente a infiltração com biovidro ($\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -Jat-BV) apresentou a formação de camada residual, enquanto que o grupo desse mesmo material que não foi jateado ($\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV) não apresentou elementos característicos do biovidro no EDS, indicando que para esse material o aumento da rugosidade superficial,

característico do processo de jateamento (HE et al., 2014) favoreceu a adesão de biovidro na superfície. Entretanto, a razão da formação de camada residual nos diferentes grupos pode ocorrer por diferentes motivos, podemos observar que grupos que passaram pelos mesmos tratamentos apresentaram resultados variados nos diferentes materiais, por exemplo, nas amostras *as sinter* houve a formação de camada residual na amostra de 3Y-TZP, enquanto que a amostra de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ não apresentou camada residual, porém para as amostras texturizadas com laser após infiltração com biovidro o resultado foi o oposto, com formação de camada residual na amostra de $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$.

Também foi possível notar diferenças entre as amostras texturizadas a laser, principalmente na ordem da aplicação do biovidro e da texturização a laser. Amostras que foram infiltradas com biovidro antes da texturização a laser ($\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV-DLW e 3Y-TZP-BV-DLW) apresentaram uma morfologia aparentemente mais irregular, já as amostras que foram infiltradas com biovidro após a texturização apresentaram um aspecto mais homogêneo, essa diferença pode impactar nas demais propriedades dos grupos.

Comparando as amostras $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV-DLW e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -DLW-BV (Figura 6-a e 6-b) foi possível notar que a amostra texturizada com biovidro antes da texturização a laser apresentou a formação de camada residual, que foi removida nas regiões texturizadas, indicando que essa camada possui pouca espessura. Nessa mesma comparação podemos notar a diferença da porcentagem (em massa) das regiões texturizadas L e N, que possuem profundidade semelhante, na amostra 6-a, onde há a formação de camada residual a porcentagem de Silício (4,8%) é consideravelmente maior em relação a amostra 6-b na qual não houve formação de camada residual (1,7%). Essa variação pode indicar que a formação de camada residual implica em maior concentração de Silício nas camadas seguintes do material. A formação de uma camada residual de biovidro sobre a superfície, ainda que não seja o objetivo final em virtude de suas propriedades mecânicas inferiores em relação a zircônia (JIANG et al., 2023), pode ser estratégica. Isso porque tal camada pode ser seletivamente removida por ataque com ácido fluorídrico, expondo apenas a camada de transição (ZHANG; KIM, 2009).

As análises também evidenciaram a diferença no tamanho de grão das amostras de 3Y-TZP e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ (Figura 7), corroboram com o que é documentado na literatura (CHEVALIER et al., 2019).

As análises por interferometria permitiram avaliar de forma quantitativa a influência dos diferentes tratamentos superficiais na geometria dos sulcos gerados por DLW. A largura média dos sulcos apresentou valores próximos ao período teórico de 15 μm para todos os grupos analisados, independentemente do material ou da presença de biovidro, evidenciando a alta reprodutibilidade e controle geométrico da técnica de DLW (LI, S. et al., 2023). Esse comportamento indica que a largura dos sulcos é predominantemente governada pelos parâmetros ópticos do sistema, sendo pouco sensível às variações químicas e microestruturais da superfície.

Em contraste, a profundidade dos sulcos apresentou variações significativas entre os diferentes tratamentos e materiais. Para a zircônia 3Y-TZP, a profundidade aumentou substancialmente quando a texturização foi realizada após a infiltração com biovidro, atingindo valores superiores aos observados tanto na condição sem biovidro quanto na texturização prévia à infiltração. Esse comportamento sugere que a presença do biovidro altera a interação laser-matéria, possivelmente em função de diferenças nas propriedades ópticas e térmicas da camada com presença de elementos relacionados ao biovidro em relação à matriz cerâmica (DAHOTRE, 1998).

Para o compósito $\text{Zr}_0.8\text{Sr}_0.2\text{Ce}_{0.1}$, observou-se maior profundidade dos sulcos mesmo na ausência de biovidro, indicando uma resposta distinta à ablação a laser quando comparada à zircônia monofásica. Ainda assim, a infiltração com biovidro seguida de texturização promoveu aumento adicional da profundidade, reforçando que tanto a composição do material quanto a sequência dos tratamentos influenciam diretamente a eficiência do processo de texturização. Observa-se também que sulcos apresentam bordas bem delimitadas, sem evidências de regiões fundidas, material resolidificado ou deformações morfológicas adjacentes às linhas texturizadas. Além disso, a remoção de material ao longo dos sulcos ocorre de forma uniforme, sem variações abruptas na largura ou profundidade aparente das estruturas, característica desejada para laser de pulso curtos (VOLPP, 2023; LI et al., 2025). Esses resultados estão em consonância com as observações morfológicas obtidas por MEV e contribuem para a compreensão do papel da topografia superficial na modulação das propriedades funcionais investigadas neste trabalho.

A análise da molhabilidade evidenciou que os diferentes tratamentos superficiais exercem efeitos contrastantes sobre o comportamento

hidrofílico/hidrofóbico das superfícies, sendo fortemente influenciados tanto pela topografia gerada quanto pela composição química superficial. As superfícies submetidas exclusivamente à texturização por DLW apresentaram comportamento super-hidrofóbico, o que pode ser atribuído à formação de topografias periódicas profundas capazes de aprisionar ar e reduzir a área efetiva de contato líquido-sólido, resultado esperado na literatura (LI, S. et al., 2023).

Em contraste, a infiltração com biovidro promoveu aumento significativo da molhabilidade (FARIA et al., 2021; DIKICI et al., 2024), mesmo quando associada à texturização a laser, indicando que a química superficial exerce papel dominante na resposta de molhabilidade. Esse comportamento sugere que a presença de fases vítreas ricas em grupos polares e com maior energia superficial pode sobrepor o efeito topográfico induzido pelo laser, reduzindo o caráter hidrofóbico observado no DLW isolado.

Diferenças entre os materiais também foram observadas, com a 3Y-TZP apresentando ângulos de contato menores após a infiltração com biovidro quando comparada ao compósito $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, nota-se que para o grupo de 3Y-TZP-BV houve a formação de camada residual, o que não ocorreu para o grupo $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV, o que pode justificar a diferença no ângulo de contato. De forma geral, os resultados reforçam que a molhabilidade superficial resulta da interação complexa entre topografia e química.

A análise por difração de raios X (DRX) permitiu avaliar as modificações de fase induzidas pelos tratamentos superficiais, bem como a estabilidade cristalina dos materiais após a infiltração com biovidro. Para a zircônia 3Y-TZP, os difratogramas evidenciaram a manutenção dos picos característicos da fase tetragonal, indicando que os ciclos térmicos empregados não promoveram transformações de fase indesejadas, o que é relevante do ponto de vista do desempenho mecânico e da estabilidade do material (MATSUI et al., 2022).

Nos grupos contendo biovidro, observou-se o surgimento de novos picos cristalinos não presentes na amostra sem tratamento, possivelmente atribuídos à formação de fases de silicatos típicas do biovidro, como o $\text{Na}_2\text{CaSi}_2\text{O}_6$ (STILLER et al., 2024). Além disso, a presença de uma região de espalhamento difuso entre aproximadamente 20° e 50° sugere a coexistência de uma fase amorfa (STILLER et al., 2024). Esse comportamento foi mais pronunciado nos grupos 3Y-TZP-BV e 3Y-TZP-Jat-BV, indicando maior quantidade de biovidro na superfície, em

concordância com as observações morfológicas por MEV e com os teores elevados de silício identificados por EDS.

Para o compósito $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, a análise de DRX revelou um comportamento distinto, com formação de novas fases cristalinas nos grupos infiltrados com biovidro e variações na presença de fase amorfa em função da sequência de tratamento. Esses resultados indicam que a composição multielementar e a microestrutura do compósito influenciam o processo de cristalização do biovidro durante o tratamento térmico, resultando em respostas diferenciadas quando comparadas à zircônia monofásica. A formação de fases cristalinas no biovidro é consistente com o esperado para tratamentos realizados em temperaturas elevadas, conforme descrito na literatura (STILLER et al., 2024).

Os ensaios de viabilidade celular indicaram que nenhum dos tratamentos superficiais avaliados apresentou efeito citotóxico, evidenciando a biocompatibilidade adequada tanto da zircônia 3Y-TZP quanto do compósito $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ (PUNJ; SINGH; SINGH, 2021; ROATO et al., 2026), mesmo após a aplicação de tratamentos combinados envolvendo jateamento, infiltração com biovidro e texturização a laser. Esse resultado é particularmente relevante considerando a complexidade dos tratamentos aplicados e o potencial impacto dessas modificações sobre a interação biológica do material.

A comparação entre os diferentes tratamentos evidencia que a resposta celular não segue uma relação linear simples com a molhabilidade superficial. Embora superfícies altamente hidrofílicas, como aquelas contendo biovidro, frequentemente apresentem respostas celulares favoráveis, superfícies super-hidrofóbicas geradas exclusivamente por DLW também não apresentaram citotoxicidade. Esses resultados reforçam que a resposta celular é governada por uma interação complexa entre topografia, química superficial e composição do substrato, e não apenas pelo ângulo de contato isoladamente.

Além disso, a diferença estatisticamente significativa observada entre os materiais na condição BV + DLW, com maior atividade metabólica associada ao 3Y-TZP em comparação ao $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$, indica que a composição e a microestrutura do material base exercem influência adicional sobre a resposta celular. Esses achados sugerem que, embora os tratamentos superficiais desempenhem papel fundamental, o comportamento biológico final resulta da combinação entre o tratamento aplicado e as características intrínsecas do material. Ressalta-se, por fim,

que estudos adicionais são necessários para investigar de forma específica parâmetros como adesão, proliferação e diferenciação celular, permitindo aprofundar a compreensão dos mecanismos envolvidos.

6 CONCLUSÃO

O presente trabalho teve como objetivo avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície — jateamento, infiltração com biovidro e texturização a laser — aplicados à zircônia estabilizada com ítria (3Y-TZP) e ao nanocompósito à base de zircônia estabilizada com céria ($\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$), por meio de caracterizações morfológicas, químicas, topográficas, de molhabilidade e de viabilidade celular, visando compreender como esses tratamentos influenciam as propriedades de interesse para aplicações biomédicas.

As análises por microscopia eletrônica de varredura, interferometria e espectroscopia de dispersão de energia demonstraram que a texturização a laser foi capaz de produzir padrões periódicos regulares e reprodutíveis, com larguras próximas ao valor teórico, independentemente do material ou da presença de biovidro. Por outro lado, a profundidade dos sulcos variou significativamente em função da presença do biovidro, da ordem de aplicação dos tratamentos e do material analisado, evidenciando que a interação laser-matéria é fortemente influenciada pela composição e pelo estado superficial do substrato. A infiltração com biovidro promoveu a formação de camadas residuais e regiões de transição com gradiente composicional, em concordância com os resultados obtidos por EDS e DRX.

A avaliação da molhabilidade revelou comportamentos diferentes entre os tratamentos. Enquanto a texturização isolada por DLW resultou em superfícies super-hidrofóbicas, a infiltração com biovidro promoveu aumento significativo da molhabilidade, mesmo quando associada à texturização a laser. Esses resultados indicam que a química superficial introduzida pelo biovidro exerce papel dominante na resposta de molhabilidade, sobrepondo-se, em determinados casos, ao efeito da topografia gerada pelo laser. Além disso, a análise estatística evidenciou que os efeitos dos tratamentos não atuam de forma independente, mas sim de maneira combinada, com interação significativa entre os fatores avaliados.

Nos ensaios de viabilidade celular, verificou-se que nenhum dos grupos apresentou efeito citotóxico, confirmando a biocompatibilidade dos materiais e dos tratamentos aplicados. Os grupos, 3Y-TZP-Jat, 3Y-TZP-DLW, 3Y-TZP-DLW-BV, 3Y-TZP-BV-DLW, $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -Sinter, $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -BV e $\text{ZA}_8\text{Sr}_8\text{Ce}_{11}$ -Jat-BV apresentaram valores de atividade metabólica celular estatisticamente superiores ao

controle, indicando uma resposta celular mais ativa, possivelmente associada à interação entre as células e as características físico-químicas das superfícies modificadas.

De forma geral, os resultados obtidos indicam que não há um único tratamento superficial superior em todos os parâmetros avaliados, uma vez que cada combinação de técnicas impactou de maneira distinta a morfologia, a molhabilidade e a resposta celular. Ainda assim, a associação entre tratamentos mecânicos, infiltração com biovidro e texturização a laser mostrou-se uma estratégia viável e promissora para modular propriedades de superfície de materiais à base de zircônia, mantendo a biocompatibilidade e permitindo o ajuste controlado das características superficiais.

Como perspectivas futuras, recomenda-se a realização de ensaios biológicos mais específicos e de longo prazo, incluindo análises de adesão, proliferação e diferenciação celular, bem como a investigação do efeito de diferentes condições de infiltração e parâmetros de texturização a laser, visando aprofundar a compreensão dos mecanismos envolvidos e otimizar superfícies para aplicações clínicas em implantes e próteses.

REFERÊNCIAS

- ABBASI, F.; AHMADIAN, M.; ESLAMI, A. Fabrication and characterization of Mn-doped 45S5 bioglass coatings for Ti6Al4V implants. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, v. 10, n. 2, p. 100894, 2025.
- BAINO, F. Bioactive glasses – when glass science and technology meet regenerative medicine. *Ceramics International*, v. 44, n. 13, p. 14953–14966, set. 2018.
- BAN, S. *et al.* Biaxial flexure strength and low temperature degradation of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and Y-TZP as dental restoratives. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, v. 87B, n. 2, p. 492–498, nov. 2008.
- BIGGS, M. J. P.; RICHARDS, R. G.; DALBY, M. J. Nanotopographical modification: a regulator of cellular function through focal adhesions. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, v. 6, n. 5, p. 619–633, out. 2010.
- BOHINC, K. *et al.* Available surface dictates microbial adhesion capacity. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 50, p. 265–272, abr. 2014.
- BOLLEN, C. M. L.; LAMBRECHTS, P.; QUIRYNEN, M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: A review of the literature. *Dental Materials*, v. 13, n. 4, p. 258–269, jul. 1997.
- BONA, A.; PECHO, O.; ALESSANDRETTI, R. Zirconia as a dental biomaterial. *Materials*, v. 8, n. 8, p. 4978–4991, 4 ago. 2015.
- BONSE, J. *et al.* Femtosecond laser-induced periodic surface structures. *Journal of Laser Applications*, v. 24, n. 4, p. 042006, set. 2012.
- CANNILLO, V. *et al.* Glass–ceramic functionally graded materials produced with different methods. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 27, n. 2-3, p. 1293–1298, 13 jun. 2006.
- CANNIO, M. *et al.* Bioactive Glass Applications: A Literature Review of Human Clinical Trials. *Materials*, v. 14, n. 18, p. 5440, 20 set. 2021.
- CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*, v. 27, n. 4, p. 535–543, fev. 2006.
- CHEVALIER, J. *et al.* Forty years after the promise of “ceramic steel?”: zirconia-based composites with a metal-like mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 103, n. 3, p. 1482–1513, 18 dez. 2019.
- CHEVALIER, J. *et al.* The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 92, n. 9, p. 1901–1920, set. 2009.

CHEVALIER, J.; CALES, B.; DROUIN, J. M. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 82, n. 8, p. 2150–2154, 21 dez. 2004.

CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: a picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 29, n. 7, p. 1245–1255, 1 abr. 2009.

CHICHKOV, B. N.; MOMMA, C.; NOLTE, S. et al. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids. *Applied Physics A*, v. 63, p. 109–115, 1996.

CHONG, E. T. J.; NG, J. W.; LEE, P.-C. Classification and medical applications of biomaterials – a mini review. *BIO Integration*, 2022.

CUNHA, A. et al. Femtosecond laser surface texturing of titanium as a method to reduce the adhesion of *Staphylococcus aureus* and biofilm formation. *Applied Surface Science*, v. 360, p. 485–493, jan. 2016.

CUNHA, W. et al. Surface modification of zirconia dental implants by laser texturing. *Lasers in Medical Science*, v. 37, n. 1, p. 77–93, 13 jan. 2022.

DAHOTRE, N. B. Lasers in Surface Engineering. [s.l.] ASM International, 1998.

DE AZA, A. H. et al. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia-toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*, v. 23, n. 3, p. 937–945, fev. 2002.

DEPPRICH, R. et al. Osseointegration of zirconia implants compared with titanium: an in vivo study. *Head & Face Medicine*, v. 4, n. 1, dez. 2008.

DIKICI, B. et al. Investigation of in-vitro bioactivity, electrochemical corrosion, wettability and adhesion properties of bioglass-based coatings modified with Y2O3 and Zr on novel β -type Ti-30Zr-5Mo alloys. *Surface and Coatings Technology*, v. 494, p. 131335–131335, 7 set. 2024.

DUMAS, V. et al. Multiscale grooved titanium processed with femtosecond laser influences mesenchymal stem cell morphology, adhesion, and matrix organization. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, v. 100A, n. 11, p. 3108–3116, 13 jul. 2012.

ELFARARGY, R. G. et al. Surface grafting of polymeric catheters and stents to prevent biofilm formation of pathogenic bacteria. *Journal of Genetic Engineering and Biotechnology*, v. 21, n. 1, p. 92, 14 set. 2023.

FABRIS, D. et al. Biomechanical behavior of functionally graded S53P4 bioglass-zirconia dental implants: experimental and finite element analyses. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 120, p. 104565, ago. 2021.

FAGERLUND, S. et al. Phase composition and in vitro bioactivity of porous implants made of bioactive glass S53P4. *Acta Biomaterialia*, v. 8, n. 6, p. 2331–2339, 9 mar. 2012.

FARAG, M. M. Recent trends on biomaterials for tissue regeneration applications: review. *Journal of Materials Science*, v. 58, n. 2, p. 527–558, 1 jan. 2023.

FARIA, D. et al. Laser-assisted manufacturing of 45S5 Bioglass-coated zirconia structured surfaces targeting medical implants: adhesive, wettability, mechanical, and bioactivity evaluation. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 119, n. 3-4, p. 1595–1612, 25 nov. 2021.

FERRARIS, M. et al. Coatings on zirconia for medical applications. *Biomaterials*, v. 21, n. 8, p. 765–773, abr. 2000. DOI: 10.1016/s0142-9612(99)00209-4.

FERNANDEZ-YAGUE, M. A. et al. Biomimetic approaches in bone tissue engineering: integrating biological and physicomachanical strategies. *Advanced Drug Delivery Reviews*, v. 84, p. 1–29, 1 abr. 2015.

FISCHER, J. et al. Effect of thermal misfit between different veneering ceramics and zirconia frameworks on *in vitro* fracture load of single crowns. *Dental Materials Journal*, v. 26, n. 6, p. 766–772, 2007.

FILIP, D. G. et al. Current development in biomaterials—hydroxyapatite and bioglass for applications in biomedical field: a review. *Journal of Functional Biomaterials*, v. 13, n. 4, p. 248, 16 nov. 2022.

FILIP, N. et al. Biomaterials in orthopedic devices: current issues and future perspectives. *Coatings*, v. 12, n. 10, p. 1544, 14 out. 2022.

GALLO, J.; HOLINKA, M.; MOUCHA, C. S. Antibacterial surface treatment for orthopaedic implants. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 15, n. 8, p. 13849–13880, 1 ago. 2014.

GAHLERT, M. et al. In vivo performance of zirconia and titanium implants: a histomorphometric study in mini pig maxillae. *Clinical Oral Implants Research*, v. 23, n. 3, p. 281–286, mar. 2012.

GIANNELLI, M. et al. Magnetic keratin/hydroxycalcites sponges as potential scaffolds for tissue regeneration. *Applied Clay Science*, v. 207, p. 106090, 22 abr. 2021.

GOMEZ-VEGA, J. M.; SAIZ, E.; TOMSIA, A. P. Glass-based coatings for titanium implant alloys. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 46, n. 4, p. 549–559, 15 set. 1999.

GRATHWOHL, G.; LIU, T. Crack resistance and fatigue of transforming ceramics: II, CeO₂-stabilized tetragonal ZrO₂. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, n. 12, p. 3028–3034, 1 dez. 1991.

GÜNTHER, D. et al. High precision patterning of biomaterials using the direct laser interference patterning technology. Elsevier eBooks, p. 3–33, 1 jan. 2016.

HANNINK, R. H. J.; KELLY, P. M.; MUDDLE, B. C. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 83, n. 3, p. 461–487, 21 dez. 2004.

HAZZAN, K. E.; PACELLA, M.; SEE, T. L. Laser processing of hard and ultra-hard materials for micro-machining and surface engineering applications. *Micromachines*, v. 12, n. 8, p. 895, 28 jul. 2021.

HE, M. et al. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain. *Dental Materials Journal*, v. 33, n. 6, p. 778–785, 2014.

HENCH, L. L. The story of Bioglass®. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 17, n. 11, p. 967–978, nov. 2006.

HENCH, L. L.; PASCHALL, H. A. Direct chemical bond of bioactive glass-ceramic materials to bone and muscle. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 7, n. 3, p. 25–42, maio 1973.

HENCH, L. L. et al. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 5, n. 6, p. 117–141, 1 nov. 1971.

HENRIQUES, B. et al. Multi-scale textured PEEK surfaces obtained by direct laser interference patterning using IR ultra-short pulses. *Materials Letters*, v. 339, p. 134091, 21 fev. 2023.

HERRERO-CLIMENT, M. et al. Influence of acid-etching after grit-blasted on osseointegration of titanium dental implants: *in vitro* and *in vivo* studies. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 24, n. 8, p. 2047–2055, 27 abr. 2013.

HUANG, C. et al. Research progress of bioactive glass and its application in orthopedics. *Advanced Materials Interfaces*, v. 8, p. 2100606, 2021.

JIANG, B. et al. Interfacial characteristics of bioglass diffusion zone between scaffold-like hydroxyapatite/wollastonite coating and dense zirconia substrate. *Ceramics International*, v. 49, n. 23, p. 37388–37395, dez. 2023.

JUTHAMAS, J. et al. Hertzian-crack suppression in ceramics with elastic-modulus-graded surfaces. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 81, n. 9, p. 2301–2308, 20 jan. 2005.

KADHIM, T. R.; OLEIWI, J. K.; HAMAD, Q. A. Improving the biological properties of UHMWPE biocomposite for orthopedic applications. *International Journal of Biomaterials*, v. 2023, p. e4219841, 12 jan. 2023.

KALINOWSKI ARTUR et al. Laser Surface Texturing: Characteristics and Applications. *System Safety Human - Technical Facility - Environment*, v. 5, n. 1, p. 240–248, 1 dez. 2023.

KALIRAJAN, C. et al. A critical review on polymeric biomaterials for biomedical applications. *Polymers*, v. 13, n. 17, p. 3015, 6 set. 2021.

KAROUSSIS, I. K. et al. Long-term implant prognosis in patients with and without a history of chronic periodontitis: a 10-year prospective cohort study of the ITI Dental Implant System. *Clinical Oral Implants Research*, v. 14, n. 3, p. 329–339, maio 2003.

KIRSTEN, A. *et al.* Bioactive and thermally compatible glass coating on zirconia dental implants. *Journal of Dental Research*, v. 94, n. 2, p. 297–303, 24 nov. 2014.

KOKUBO, T. *et al.* Solutions able to reproduce *in vivo* surface-structure changes in bioactive glass-ceramic A-W3. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 24, n. 6, p. 721–734, jun. 1990.

KOKUBO, T.; YAMAGUCHI, S. Simulated body fluid and the novel bioactive materials derived from it. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, v. 107, n. 5, p. 968–977, 13 fev. 2019.

KRAJEWSKI, A. Albumin adhesion on some biological and non-biological glasses and connection with their Z-potentials. *Biomaterials*, v. 17, n. 1, p. 53–60, jan. 1996.

KUMAR, A.; MARIAPPAN, C. R. A review on embedding therapeutic nanoparticles in mesoporous bioactive glass-ceramics for biomedical applications. *Inorganic Chemistry Communications*, v. 179, p. 114855, set. 2025.

KUNZLER, T. P.; DROBEK, T.; SCHULER, M.; SPENCER, N. D. Systematic study of osteoblast and fibroblast response to roughness by means of surface-morphology gradients. *Biomaterials*, v. 28, n. 13, p. 2175–2182, 2007.

KURELLA, A.; DAHOTRE, N. B. Review paper: Surface Modification for Bioimplants: The Role of Laser Surface Engineering. *Journal of Biomaterials Applications*, v. 20, n. 1, p. 5–50, jul. 2005.

LI, M. *et al.* Tough and damage-tolerant monolithic zirconia ceramics with transformation-induced plasticity by grain-boundary segregation. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 43, n. 5, p. 2078–2092, 1 maio 2023.

LI, S. *et al.* Fabrication of Micron-Structured Heatable Graphene Hydrophobic Surfaces for Deicing and Anti-Icing by Laser Direct Writing. *Coatings*, v. 13, n. 9, p. 1559, 1 set. 2023.

LI, S. *et al.* Hydrophobicity of periodic structures on 7075 aluminum alloy surfaces induced by femtosecond laser. *Materials Letters*, v. 399, p. 139074, 8 jul. 2025.

LI, X. *et al.* MOFs and bone: application of MOFs in bone tissue engineering and bone diseases. *Chinese Chemical Letters*, v. 34, n. 7, p. 107986, 2023.

LIM, J. Y.; DONAHUE, H. J. Cell sensing and response to micro- and nanostructured surfaces produced by chemical and topographic patterning. *Tissue Engineering*, v. 13, n. 8, p. 1879–1891, ago. 2007.

LINDFORS, N. C. *et al.* Bioactive glass and autogenous bone as bone graft substitutes in benign bone tumors. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, v. 90B, n. 1, p. 131–136, 5 nov. 2008.

LIU, Y. *et al.* Role of implants surface modification in osseointegration: a systematic review. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, v. 108, n. 3, p. 470–484, 1 mar. 2020.

LIU, Z. et al. Metal surface wettability modification by nanosecond laser surface texturing: a review. *Biosurface and Biotribology*, v. 8, n. 2, p. 95–120, 2022.

LUGHI, V.; SERGO, V. Low temperature degradation (aging) of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental Materials*, v. 26, n. 8, p. 807–820, ago. 2010.

LUKASZEWSKA-KUSKA, M. et al. Osteoblastic cell behaviour on modified titanium surfaces. *Micron*, v. 105, p. 55–63, fev. 2018.

MAHMUD, A. et al. Emerging breakthroughs in biomaterials for orthopedic applications: a comprehensive review. *Bioprinting*, v. 36, p. e00323, 1 dez. 2023.

MAMIVAND, M.; ASLE ZAEEM, M.; EL KADIRI, H. Phase field modeling of stress-induced tetragonal-to-monoclinic transformation in zirconia and its effect on transformation toughening. *Acta Materialia*, v. 64, p. 208–219, fev. 2014.

MATSUI, K. et al. Low-temperature degradation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal: effect of Y^{3+} distribution in grain interiors. *Acta Materialia*, v. 227, p. 117659, 1 abr. 2022.

MCBEATH, R. et al. Cell shape, cytoskeletal tension, and RhoA regulate stem cell lineage commitment. *Developmental Cell*, v. 6, n. 4, p. 483–495, abr. 2004.

MELGAR AGUILAR, A. E. et al. Green synthesis of nano hydroxyapatite: morphology variation and its effect on cytotoxicity against fibroblast. *Materials Letters*, v. 284, parte 2, p. 129013, 2021.

MENZIES, K. L.; JONES, L. The impact of contact angle on the biocompatibility of biomaterials. *Optometry and Vision Science*, v. 87, n. 6, p. 387–399, 2010.

MILLES, S.; VOISIAT, B.; NITSCHKE, M.; LASAGNI, A. F. Influence of roughness achieved by periodic structures on the wettability of aluminum using direct laser writing and direct laser interference patterning technology. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 270, p. 142–151, 2019.

MONICH, P. R. et al. Mechanical and biological behavior of biomedical PEEK matrix composites: a focused review. *Materials Letters*, v. 185, p. 593–597, dez. 2016.

NAG, S.; BANERJEE, R.; FRASER, H. L. Microstructural evolution and strengthening mechanisms in Ti–Nb–Zr–Ta, Ti–Mo–Zr–Fe and Ti–15Mo biocompatible alloys. *Materials Science and Engineering: C*, v. 25, n. 3, p. 357–362, 2005.

NASCIMENTO, C. D. do et al. Bacterial adhesion on the titanium and zirconia abutment surfaces. *Clinical Oral Implants Research*, v. 25, n. 3, p. 337–343, mar. 2014.

NIKKERDAR, N. et al. Recent progress in application of zirconium oxide in dentistry. *Journal of Medicinal and Pharmaceutical Chemistry Research*, v. 6, p. 1042–1071, 2024.

OANE, M.; MAHMOOD, M. A.; POPESCU, A. C. A state-of-the-art review on integral transform technique in laser–material interaction: Fourier and non-Fourier heat equations. *Materials*, v. 14, n. 16, p. 4733, 22 ago. 2021.

OBERLI, L.; CARUSO, D.; HALL, C.; FABRETTO, M.; MURPHY, P. J.; EVANS, D. Condensation and freezing of droplets on superhydrophobic surfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 210, p. 47–57, 2014.

OZAN, S. *et al.* Laser surface texturing for enhanced implant biocompatibility and osseointegration: a critical review of its effects on surface properties. *Clinical Biomechanics*, v. 126, p. 106540, 1 maio 2025.

PALMERO, P. *et al.* Towards long lasting zirconia-based composites for dental implants. Part I: innovative synthesis, microstructural characterization and *in vitro* stability. *Biomaterials*, v. 50, p. 38–46, maio 2015.

PALOMA MAZOTERAS; CASAROLI-MARANO, R. P. In vitro biofilm distribution on the intraocular lens surface of different biomaterials. *Journal of Cataract & Refractive Surgery*, v. 41, n. 9, p. 1980–1988, 1 set. 2015.

PARK, J. B.; LAKES, R. S. *Biomaterials*. New York: Springer, 2007.

PATTANAYAK, S. *et al.* Additive manufacturing of 316L stainless steel orthopedic implant with improved *in vitro* hemocompatibility and hydrophilicity for osteoinduction in Wistar rat model. *Biomaterials Advances*, v. 175, p. 214322, out. 2025.

PAWAR, V.; SHINDE, V. Bioglass and hybrid bioactive material: A review on the fabrication, therapeutic potential and applications in wound healing. *Hybrid Advances*, v. 6, p. 100196, 26 abr. 2024.

PIASCIK, J. R. *et al.* Stress evolution as a function of substrate bias in rf magnetron sputtered yttria-stabilized zirconia films. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, v. 24, n. 4, p. 1091–1095, 14 jun. 2006.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, v. 20, n. 1, p. 1–25, jan. 1999.

PIRES, A. L. R.; BIERHALZ, A. C. K.; MORAES, Â. M. Biomateriais: tipos, aplicações e mercado. *Química Nova*, v. 38, n. 7, p. 957–971, 2015.

POPRAWA, R. (ED.). Tailored Light 2. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011.

PUNIA, U. *et al.* 3D printable biomaterials for dental restoration: a systematic review. *Materials Today: Proceedings*, v. 63, p. 566–572, 2022.

PUNJ, S.; SINGH, J.; SINGH, K. Ceramic biomaterials: properties, state of the art and future prospectives. *Ceramics International*, v. 47, n. 20, p. 28059–28074, out. 2021.

RAHMAN, M.; ABU, M.; KAZI, E. H. Recent development on micro-texturing of UHMWPE surfaces for orthopedic bearings: a review. *Biotribology*, v. 31, p. 100216, 1 jun. 2022.

RAMESH, S.; SARA LEE, K. Y.; TAN, C. Y. A review on the hydrothermal ageing behaviour of Y-TZP ceramics. *Ceramics International*, v. 44, n. 17, p. 20620–20634, dez. 2018.

RATNER, B. D.; BRYANT, S. J. Biomaterials: where we have been and where we are going. *Annual Review of Biomedical Engineering*, v. 6, n. 1, p. 41–75, 15 ago. 2004.

RAUCHS, G. *et al.* Tetragonal-to-monoclinic phase transformation in CeO₂-stabilised zirconia under uniaxial loading. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 21, n. 12, p. 2229–2241, 1 out. 2001.

REVERON, H. *et al.* Towards long lasting zirconia-based composites for dental implants: transformation induced plasticity and its consequence on ceramic reliability. *Acta Biomaterialia*, v. 48, p. 423–432, jan. 2017.

RÍOS-CARRASCO, B. *et al.* Effect of the acid-etching on grit-blasted dental implants to improve osseointegration: histomorphometric analysis of the bone-implant contact in the rabbit tibia model. *Coatings*, v. 11, n. 11, p. 1426, 22 nov. 2021.

ROATO, I. *et al.* Modulating the biological response in vitro through hydrofluoric acid surface etching of ceria-stabilized zirconia/alumina/strontium hexa-aluminate composites. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 257, p. 115195, jan. 2026.

ROMANOS, G. E. Laser Fundamental Principles. *Advanced Laser Surgery in Dentistry*, p. 1–40, 9 jan. 2021.

RONOH, K. *et al.* Advances in sustainable grinding of different types of the titanium biomaterials for medical applications: a review. *Biomedical Engineering Advances*, v. 4, p. 100047, dez. 2022.

SALEH, B. *et al.* 30 Years of functionally graded materials: An overview of manufacturing methods, Applications and Future Challenges. *Composites Part B: Engineering*, v. 201, p. 108376, nov. 2020.

SAMANT, A. N.; DAHOTRE, N. B. Laser machining of structural ceramics—A review. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 29, n. 6, p. 969–993, abr. 2009.

SARIN, J.; GRÉNMAN, R.; AITASALO, K.; PULKKINEN, J. Bioactive glass S53P4 in mastoid obliteration surgery for chronic otitis media and cerebrospinal fluid leakage. *Annals of Otology, Rhinology & Laryngology*, v. 121, n. 9, p. 563–569, set. 2012. DOI: 10.1177/000348941212100901.

SIDAMBE, A. Biocompatibility of advanced manufactured titanium implants—A review. *Materials*, v. 7, n. 12, p. 8168–8188, 19 dez. 2014.

SINGH, N. K. *et al.* Advancement in biomaterials used in implants. *Materials Today: Proceedings*, v. 103, p. 449–458, 2024.

SINGH, S. *et al.* Bioglass: a new era in modern dentistry. *European Journal of General Dentistry*, v. 11, n. 1, p. 1–6, jan. 2022.

SIVARAMAN, K. *et al.* Is zirconia a viable alternative to titanium for oral implant? A critical review. *Journal of Prosthodontic Research*, v. 62, n. 2, p. 121–133, abr. 2018.

SMITH, D. C. Dental implants: materials and design considerations. *International Journal of Prosthodontics*, v. 6, n. 2, p. 106–117, 1993.

STAIGER, M. P. *et al.* Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review. *Biomaterials*, v. 27, n. 9, p. 1728–1734, mar. 2006.

STILLER, A. *et al.* Understanding the crystallization behavior of bioactive glass S53P4 powder compacts under various heating conditions. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 644, p. 123178, 15 ago. 2024.

STOOR, P. *et al.* The use of anatomically drop-shaped bioactive glass S53P4 implants in the reconstruction of orbital floor fractures—A prospective long-term follow-up study. *Journal of Craniomaxillofacial Surgery*, v. 43, n. 6, p. 969–975, 1 jul. 2015.

TAKAGI, S. *et al.* Visualization of transformation toughening of zirconia ceramics during dynamic fracture. *Applied Physics Letters*, v. 118, n. 23, p. 231901, 2021.

JOSYULA, T. *et al.* Fundamentals and Applications of Surface Wetting. *Langmuir*, v. 40, n. 16, p. 8293–8326, abr. 2024.

TILOCCA, A.; CORMACK, A. N.; DE LEEUW, N. H. The structure of bioactive silicate glasses: new insight from molecular dynamics simulations. *Chemistry of Materials*, v. 19, n. 1, p. 95–103, 7 dez. 2006.

TOKMEDASH, M. A. *et al.* Engineering multifunctional surface topography to regulate multiple biological responses. *Biomaterials*, v. 319, p. 123136, 2025.

TOUAIHER, I. *et al.* Fracture behavior of Ce-TZP/alumina/aluminate composites with different amounts of transformation toughening. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 38, n. 4, p. 1778–1789, abr. 2018.

TRAN, V. V. *et al.* Laser material processing for design and fabrication of wearable biosensors and bioelectronics. *Biosensors and Bioelectronics*, v. 288, p. 117755, 15 nov. 2025. DOI: 10.1016/j.bios.2025.117755.

VOLPP, J. Laser beam absorption measurement at molten metal surfaces. *Measurement*, v. 209, p. 112524, 1 mar. 2023.

WANG, Z.; SHEN, Y.; HAAPASALO, M. Dental materials with antibiofilm properties. *Dental Materials*, v. 30, n. 2, p. e1–e16, fev. 2014.

WENZ, H. J.; BARTSCH, J.; WOLFART, S.; KERN, M. Osseointegration and clinical success of zirconia dental implants: a systematic review. *International Journal of Prosthodontics*, v. 21, n. 1, p. 27–36, 2008.

WENNERBERG, A. Experimental study of turned and grit-blasted screw-shaped implants with special emphasis on effects of blasting material and surface topography. *Biomaterials*, v. 17, n. 1, p. 15–22, jan. 1996.

WU, H. *et al.* Regenerated chitin fibers reinforced with bacterial cellulose nanocrystals as suture biomaterials. *Carbohydrate Polymers*, v. 180, p. 304–313, jan. 2018.

ZHANG, W.; ZHAN, X.; YE, J. Construction of a bioactive layer containing akermanite on zirconia ceramics to enhance osseointegration and soft tissue healing for dental implant. *Ceramics International*, v. 51, p. 10.1016/j.ceramint.2025.08.091, 2025.

ZHANG, Y. Overview: damage resistance of graded ceramic restorative materials. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 32, n. 11, p. 2623–2632, ago. 2012.

ZHANG, Y.; KIM, J. W. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dental Materials*, v. 25, n. 6, p. 781-790, 2009.