

UNIVERSIDADE DE UBERABA

ADAIR ALVES TEIXEIRA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO TESTE DE MICROTRAÇÃO DE UM AGENTE DE
CIMENTAÇÃO RESINOSO DUAL À CERÂMICA ZIRCÔNIA: EFEITO DE UMA
ZIRCÔNIA GLAZEADA E DA TERMOCICLAGEM**

UBERABA - MG

2014

ADAIR ALVES TEIXEIRA

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO TESTE DE MICROTRAÇÃO DE UM AGENTE DE
CIMENTAÇÃO RESINOSO DUAL À CERÂMICA ZIRCÔNIA: EFEITO DE UMA
ZIRCÔNIA GLAZEADA E DA TERMOCICLAGEM**

**Dissertação apresentada ao programa de
mestrado em Odontologia da Universidade de
Uberaba, para a obtenção do título de Mestre em
Odontologia, área de concentração em
Biomateriais.**

Orientador: Prof. Dr. Thiago Assunção Valentino

UBERABA - MG

2014

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

Teixeira, Adair Alves.

T235r Resistência de união ao teste de microtração de um agente de cimentação resinoso dual à cerâmica zircônia: efeito de uma zircônia glazeada e da termociclagem / Adair Alves Teixeira. – Uberaba, 2014.

28 f. : il.

Dissertação (mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia, 2014.

Orientador: Prof. Dr. Thiago Assunção Valentino

1. Materiais dentários. 2. Cerâmica odontológica. 3. Oxido de zirconio. 4. Cimentos dentários. I. Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. II. Título.

CDD 617.695



UNIVERSIDADE DE UBERABA
Pró-Reitoria de Pesquisa, Pós-Graduação e Extensão
Programa de Mestrado em Odontologia



Ata da Sessão Pública de defesa de dissertação para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Biomateriais, a que se submeteu o aluno Adair Alves Teixeira – matrícula 6102825, orientado pelo Prof. Thiago Assunção Valentino.

Aos vinte e sete dias do mês de março do ano de dois mil e quatorze, às 10 horas, na sala 2H205 na Universidade de Uberaba, reuniu-se a Comissão Julgadora da defesa em epígrafe indicada pelo Colegiado do Programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba, composta pelos Professores Doutores: Thiago Assunção Valentino - **Presidente**, Benito André Silveira Miranzi e Rosana Ono para julgar o trabalho do candidato Adair Alves Teixeira, apresentado sob o título: **"RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO TESTE DE MICROTRAÇÃO DE UM AGENTE DE CIMENTAÇÃO RESINOSO DUAL À CERÂMICA ZIRCÔNIA: EFEITO DE UMA ZIRCÔNIA GLAZEADA E DA TERMOCICLAGEM"**. O Presidente declarou abertos os trabalhos e agradeceu a presença de todos os Membros da Comissão Julgadora. A seguir o candidato dissertou sobre o seu trabalho e foi arguido pela Comissão Julgadora, tendo a todos respondido às respectivas arguições. Terminada a exposição, a Comissão reuniu-se e deliberou pelo seguinte resultado:

APROVADO

REPROVADO (anexar parecer circunstanciado elaborado pela Comissão Julgadora)

Para fazer jus ao título de MESTRE EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO BIOMATERIAIS, a versão final da dissertação, considerada aprovada devidamente conferida pela Secretaria do Mestrado em Odontologia, deverá ser entregue à Secretaria dentro do prazo de 30 dias, a partir da data da defesa. O aluno Aprovado que não atender a esse prazo será considerado Reprovado. Após a entrega do exemplar definitivo, o resultado será homologado pela Universidade de Uberaba, conferindo título de validade nacional aos aprovados. Nada mais havendo a tratar, O Senhor Presidente declara a sessão encerrada, cujos trabalhos são objeto desta ata, lavrada por mim, que segue assinada pelos Senhores Membros da Comissão Julgadora, pelo Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE, com ciência do aluno. Uberaba, vinte e sete dias do mês de março de dois mil e quatorze.

Prof. Dr. Benito André Silveira Miranzi _____

Profª. Drª. Rosana Ono _____

Prof. Dr. Thiago Assunção Valentino _____

Prof. Dr. Cesar Penazzo Lepri _____

Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia

Flávia Michele da Silva _____

Secretária do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE

Ciência do Aluno: _____

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus amados filhos Rodrigo, Érica e Cíntia. Em especial, dedico à minha querida Fátima Maria Cavalcante Queiroz a quem meu apoiou em todas as etapas desta conquista.

AGRADECIMENTOS

À Deus.

À Universidade de Uberaba.

Ao Reitor Marcelo Palmério.

Ao Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia, Prof. Dr. Cesar Penazzo Lepri.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Thiago Assunção Valentino, e demais professores do curso de mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba pelos ensinamentos e orientações cedidas durante a realização deste mestrado.

RESUMO

O presente estudo avaliou o efeito da aplicação de uma camada de glaze, associada ao condicionamento com ácido hidrofluorídrico e silano, sobre a resistência de união de um agente de cimentação resinoso dual à cerâmica zircônia. Blocos cilíndricos pré-sinterizados de cerâmica à base de zircônia reforçada por óxido de ítrio foram seccionados para a obtenção de palitos com dimensões de 1 X 1 X 3.5 mm, após sinterização. Em seguida, os palitos de zircônia receberam 2 tratamentos experimentais: (1) Jateamento com partículas de óxido de Alumínio 110 µm conforme recomendações do fabricante e (2) Zircônia glazeada que consiste na aplicação de uma porcelana de baixa fusão associada à aplicação de ácido hidrofluorídrico a 10% por 60 segundos e silanização. Para o preparo dos palitos de dentina, trinta e dois terceiros molares humanos hígidos foram selecionados e divididos em 4 grupos (n=8). Em seguida, os dentes tiveram as raízes e a parte superior da porção coronária seccionados transversalmente para a obtenção da porção dentinária sadia com 4 mm de altura. Posteriormente, foram realizados cortes nos eixos X e Y para a obtenção de palitos de dentina com dimensões de 1 X 1 X 4 mm. Os palitos de zircônia e dentina foram cimentados com um agente de união resinoso dual e submetidos ao teste de termociclagem e microtração. Os valores de resistência de união para os grupos tratados com uma zircônia glazeada foram estatisticamente superiores aos grupos tratados com jateamento com partículas de óxido de alumínio ($p < 0,05$). Dentro de cada tratamento de superfície da cerâmica zircônia, a termociclagem influenciou negativamente os valores de resistência de união ($p < 0,05$). O tratamento o jateamento com partículas de óxido de alumínio não promove um aumento significativo nos valores de resistência de união à cerâmica zircônia e a aplicação de uma zircônia glazeada promove um aumento significativo nos valores de resistência de união entre um cimento resinoso dual e a cerâmica zircônia. A termociclagem reduziu significativamente os valores de resistência de união entre uma agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia.

Palavras-chave: cerâmica zircônia, microtração, tratamento de superfície, agente de união autoadesivo.

ABSTRACT

The present study evaluated the effect of a glazed layer application, associated with hydrofluoric acid etching and silanization, on the bond strength of a dual resin luting agent to zirconia ceramic. Pre-sintered cylindrical blocks of zirconia ceramics based reinforced by yttrium oxide were sectioned to obtain beans with dimensions of 1 x 1 x 3.5 mm after sintering. Then the zirconia beans received 2 experimental treatments : (1) Sandblasting with 110 μm aluminum oxide particles according to manufacturer instructions and (2) glazed zirconia which consists of applying a low-fusing porcelain associated with application of 10% hydrofluoric acid for 60 seconds and silanization. For the preparation of dentin beans, thirty two healthy third molars human were selected and divided into 4 groups (n = 8) . Then, the teeth have roots and the upper crown portion sectioned to achieve the healthy dentin portion with 4 mm in height. Subsequently, cuts in the X and Y axes was made to obtain dentin beans with dimensions of 1 X 1 X 4 mm. The zirconia and dentin beans were cemented with a dual resin luting agent and submitted to thermal cycling and microtensile bond test. The bond strength values for the groups treated with a glazed zirconia were statistically superior to the groups treated with sandblasting with aluminum oxide particles ($p < 0.05$). Within each surface treatment of zirconia ceramics, thermal cycling influenced negatively the bond strength values ($p < 0.05$). The Sandblasting treatment with aluminum oxide particles does not promote a significant increase in the bond strength values to zirconia ceramic and the glazed zirconia application promotes a significant increase on the bond strength values of a dual resin luting agent and zirconia ceramic. The thermocycling significantly decreased the bond strength values between the dual resin luting agent and zirconia ceramic.

Key-words: ceramic zirconia, microtensile bond test, surface treatment, self-adhesive dual resin luting agent.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	09
2 CAPÍTULO 1	11
3 ANEXO 1: NORMAS PARA PUBLICAÇÃO NO PERIÓDICO	24
4 ANEXO 2: CERTIFICADO DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA	28

INTRODUÇÃO

Uma resistência de união estável à cerâmica zircônia tem sido alvo de pesquisas odontológicas na busca de ampliar suas aplicações clínicas. Por meio de suas propriedades mecânicas singulares, estabilidade química e biocompatibilidade, a cerâmica zircônia tem se tornado um material atrativo para restaurações estéticas livres de metal.¹ Associada à tecnologia CAD/CAM, a utilização da cerâmica zircônia tem se tornado um procedimento seguro e relativamente simples.^{2,3} Outra grande vantagem da cerâmica zircônia é sua capacidade de resistir à propagação de trincas devido a um novo arranjo estrutural de seus cristais, através da transformação localizada da fase tetragonal para monoclinica que segue acompanhada de um aumento volumétrico de 3% a 4 %, o que fornece uma resistência ativa contra a propagação da trinca.⁴

O processo de união química às cerâmicas à base de zircônia é um desafio devido à alta concentração de cristais inerentes à sua composição.⁵ Vários métodos que promovem aumento da rugosidade têm sido investigados na literatura, sempre com o intuito de promover uma união micromecânica satisfatória à superfície da zircônia. Dentre estes métodos, se destacam a cobertura de sílica seguida do processo de silanização,⁶ spray de plasma,⁷ associação entre jateamento com óxido de alumínio e o monômero MDP (10-metacrilxil decil dihidrogenofosfato),⁸ primers para cerâmica (Aboushelib et al., 2008),⁹ Er: YAG Laser,¹⁰ condicionamento com infiltração seletiva e maturação induzida por sinterização,^{3,9} além da aplicação de um tratamento aditivo com uma camada de glaze no interior da cerâmica zircônia.^{5,11-13} Para todos estes estudos, um aumento imediato da força de união foi observado, porém estudos clínicos e de simulação do desgaste ao longo do tempo, bem como o estabelecimento de um protocolo simples e de fácil acesso aos clínicos, ainda não está fundamentado na literatura.

A aplicação de uma camada micrométrica de glaze sobre a superfície da cerâmica zircônia tem como princípio a formação de uma camada vítrea capaz de receber tratamentos como jateamento com partículas abrasivas e condicionamento com ácido hidrófluorídrico, com a posterior aplicação de silano.^{5,12,13} Esta aplicação de glaze sobre a cerâmica zircônia tem apresentado aumento nos valores de resistência de união e vem se mostrando um tratamento de superfície promissor para a cerâmica zircônia, devido às alterações superficiais morfológicas como a formação de microretenções, aumento nos valores de resistência de união e maior interação entre os agentes de cimentação resinosos e a superfície interna da cerâmica.⁵

Baseado nestas considerações, não há na literatura um consenso a respeito do melhor tratamento de superfície à cerâmica zircônia com o intuito de promover uma satisfatória e duradoura resistência de união, bem como quantificar o efeito de processos de envelhecimento com a termociclagem sobre a estabilidade hidrolítica deste tratamento. Este estudo in vitro teve como objetivo avaliar o efeito da aplicação de uma camada de glaze, associada ao condicionamento com ácido hidrofluorídrico e silano, sobre a resistência de união de um agente de cimentação resinoso dual à cerâmica zircônia, bem como avaliar o efeito a degradação hidrolítica desta união através da termociclagem. As hipóteses nulas testadas foram: (1) não há diferença estatística entre a aplicação de uma zircônia glazeada e o jateamento com partículas de óxido de alumínio e (2) a termociclagem não afeta os valores de resistência de união.

CAPÍTULO 1

Microtensile bond strength of dual-cure luting agent to zirconia ceramic: Effect of glazed zirconia and thermocycling

Short title: Effect of glazed zirconia and thermocycling on bond strength

Adair Alves Teixeira - DDS, MSD student, University of Uberaba, Restorative Dentistry, Uberaba, Minas Gerais, Brazil

Jeffrey A Platt - DDS, MS, Indiana University, Restorative Dentistry, Indianapolis, IN, USA

Benito André Silveira Miranzi - DDS, MSD, PhD, University of Uberaba, Restorative Dentistry, Uberaba, Minas Gerais, Brazil

Gilberto Antonio Borges - DDS, MSD, PhD, University of Uberaba, Restorative Dentistry, Uberaba, Minas Gerais, Brazil

Thiago Assunção Valentino - DDS, MSD, PhD, University of Uberaba, Restorative Dentistry, Uberaba, Minas Gerais, Brazil

Correspondence author: Prof. Dr. Thiago Assunção Valentino, Department of Dental Materials and Restorative Dentistry, University of Uberaba, Room 2H-207, Av Nene Sabino 1801, Zip Code: 38055500, Uberaba, MG, Brazil. E-mail: thiago.valentino@uniube.br. Tel: +55-34-33198884. Fax: +55-34-33148910.

INTRODUÇÃO

Uma resistência de união estável à cerâmica zircônia tem sido alvo de pesquisas odontológicas na busca de ampliar suas aplicações clínicas. Por meio de suas propriedades mecânicas singulares, estabilidade química e biocompatibilidade, a cerâmica zircônia tem se tornado um material atrativo para restaurações estéticas livres de metal.¹ Associada à tecnologia CAD/CAM, a utilização da cerâmica zircônia tem se tornado um procedimento seguro e relativamente simples.^{2,3} Outra grande vantagem da cerâmica zircônia é sua capacidade de resistir à propagação de trincas devido a um novo arranjo estrutural de seus cristais, através da transformação localizada da fase tetragonal para monoclinica que segue acompanhada de um aumento volumétrico de 3% a 4 %, o que fornece uma resistência ativa contra a propagação da trinca.⁴

O processo de união química às cerâmicas à base de zircônia é um desafio devido à alta concentração de cristais inerentes à sua composição.⁵ Vários métodos que promovem aumento da rugosidade têm sido investigados na literatura, sempre com o intuito de promover uma união micromecânica satisfatória à superfície da zircônia. Dentre estes métodos, se destacam a cobertura de sílica seguida do processo de silanização,⁶ spray de plasma,⁷ associação entre jateamento com óxido de alumínio e o monômero MDP (10-metacriloxil decil dihidrogenofosfato),⁸ primers para cerâmica (Aboushelib et al., 2008),⁹ Er: YAG Laser,¹⁰ condicionamento com infiltração seletiva e maturação induzida por sinterização,^{3,9} além da aplicação de um tratamento aditivo com uma camada de glaze no interior da cerâmica zircônia.^{5,11-13} Para todos estes estudos, um aumento imediato da força de união foi observado, porém estudos clínicos e de simulação do desgaste ao longo do tempo, bem como o estabelecimento de um protocolo simples e de fácil acesso aos clínicos, ainda não está fundamentado na literatura.

A aplicação de uma camada micrométrica de glaze sobre a superfície da cerâmica zircônia tem como princípio a formação de uma camada vítrea capaz de receber tratamentos como jateamento com partículas abrasivas e condicionamento com ácido hidrófluorídrico, com a posterior aplicação de silano.^{5,12,13} Esta aplicação de glaze sobre a cerâmica zircônia tem apresentado aumento nos valores de resistência de união e vem se mostrando um tratamento de superfície promissor para a cerâmica zircônia, devido à alterações superficiais morfológicas como a formação de microretenções, aumento nos valores de resistência de união e maior interação entre os agentes de cimentação resinosos e a superfície interna da cerâmica.⁵

Baseado nestas considerações, não há na literatura um consenso a respeito do melhor tratamento de superfície à cerâmica zircônia com o intuito de promover uma satisfatória e duradoura resistência de união, bem como quantificar o efeito de processos de envelhecimento com a termociclagem sobre a estabilidade hidrolítica deste tratamento. Este estudo in vitro teve como objetivo avaliar o efeito da aplicação de uma camada de glaze, associada ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico e silano, sobre a resistência de união de um agente de cimentação resinoso dual à cerâmica zircônia, bem como avaliar o efeito a degradação hidrolítica desta união através da termociclagem. As hipóteses nulas testadas foram: (1) não há diferença estatística entre a aplicação de uma zircônia glazeada e o jateamento com partículas de óxido de alumínio e (2) a termociclagem não afeta os valores de resistência de união.

MATERIAIS E MÉTODOS

Projeto submetido e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Uberaba pelo CAAE: 42529615.5.0000.5145.

Preparo dos palitos de cerâmica à base de zircônia

Blocos cilíndricos pré-sinterizados de cerâmica à base de zircônia reforçada por Ítrio (Cercon, Degudent, Hanau, Germany) com dimensões de 16 mm de diâmetro transversal e 10 cm de comprimento foram seccionados transversalmente em uma cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA) para a obtenção de discos de cerâmica com dimensões de 16 mm de diâmetro e 5 mm de altura. Posteriormente, estes discos foram novamente seccionados nos eixos X e Y para a obtenção de palitos com dimensões de 1.3 X 1.3 de área e 5 mm de altura.

Após a obtenção dos palitos de cerâmica à base de zircônia reforçada por Ítrio, os palitos foram submetidos ao ciclo de sinterização em um forno para cerâmicas de alto ponto de sinterização (CerconHeat, Degudent, Hanau, Germany), seguindo a programação designada pelo fabricante da cerâmica, atingindo temperatura máxima de sinterização de 1350 °C. Após o processo de sinterização, os palitos de cerâmica apresentaram, devido à contração volumétrica, dimensões de 1 X 1 de área e 3.5 mm de altura.

Tratamentos de superfície dos palitos da cerâmica à base de zircônia

Os palitos sinterizados foram analisados com o auxílio de uma lupa estereoscópica (Fabricante) em aumento de 40X, para a seleção de palitos com a secção retangular livre de imperfeições. Em seguida, os palitos receberam 2 tratamentos experimentais: (1) Jateamento com partículas de óxido de Alumínio 110 µm (fabricante), conforme orientação do fabricante da cerâmica e (2) Aplicação de uma porcelana de baixa fusão (Cercon Ceram Kiss, Degudent, Hanau, Germany) associada à aplicação de ácido hidrófluorídrico a 10% (Dentsply, Milford, USA) por 60 segundos (zircônia glazeada).

A aplicação de uma porcelana de baixa fusão foi realizada através da aplicação de um liner cerâmico (Cercon Ceram Liner, Degudent), seguido da aplicação de uma porcelana de baixa fusão (Cercon Ceram Glaze, Degudent), ambos aplicados com auxílio de um pincel # 01 (Cosmedent, USA) e sinterizados de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, os palitos foram condicionados com ácido hidrófluorídrico a 10% (Dentsply, Milford, USA) por 60 segundos, lavados em água destilada por 1 minuto, colocados em banho ultrassônico por 10 minutos e secos em estufa a 37⁰C por 2 horas. Em seguida, foram aplicadas 2 camadas de um agente de união (Ceramic Primer, 3M Espe, USA).

Preparo dos palitos do substrato dentinário

Trinta e dois terceiros molares humanos hígidos recém-extraídos foram inicialmente limpos com curetas periodontais e receberam profilaxia com pedra-pomes e água. Em seguida, os dentes foram lavados com água destilada e armazenados em cloramina T a 0,5% (ISO 11404) até o momento de sua utilização, não ultrapassando um período superior a um mês após as extrações.

Para cada grupo foram selecionados 8 dentes (n=8) que tiveram as raízes e a parte superior da porção coronária seccionados transversalmente em uma cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA) para a obtenção da porção dentinária sadia com 4 mm de altura. Em seguida, foram realizados cortes nos eixos X e Y para a obtenção de palitos de dentina com dimensões de 1 mm² de seção transversal e 4 mm de altura. Após a obtenção dos palitos, estes foram armazenados em água destilada a 37±1 °C até o momento de sua utilização.

Cimentação adesiva

Para cada dente foram selecionados 8 palitos de dentina que foram cimentados aos palitos obtidos através da cerâmica à base de zircônia tratados com jateamento com partículas de óxido de alumínio 110 µm ou com a porcelana de baixa fusão, seguida do ácido hidrófluorídrico e silano.

Os palitos com a área de secção transversal em dentina receberam a aplicação do sistema adesivo AllBond 3 (Bisco Inc., Schaumburg, USA). A aplicação de ácido fosfórico a 37 % (Etch-37, Bisco Inc., Schaumburg, USA) por 20 segundos foi realizada, seguida da lavagem por 30 segundos em água destilada. Em seguida, a parte A e parte B sistema adesivo foram misturadas e aplicadas por 20 segundos sobre a superfície dentinária. Após a aplicação do sistema adesivo, este foi fotoativado por 20 segundos.

Um agente de cimentação resinoso dual (DuoLink, Bisco Inc., Schaumburg, USA) foi empregado de acordo com as recomendações do fabricante. Comprimentos iguais das pastas base e catalisadora foram uniformemente misturados e, gentilmente, a mistura foi levada na interface de união entre o palito de cerâmica e o palito de dentina, sendo que os excessos foram removidos com um micropincel (Bisco Inc., Schaumburg, USA). A região da interface de união foi fotoativada por 40 segundos com uma fonte de luz LED com irradiância de 1.200 mW/cm² (Radii-cal, SDI inc., USA).

Após os procedimentos de cimentação, os palitos foram armazenados em água destilada a 37±1 °C por 24 horas. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração ou ao teste de termociclagem e, posteriormente, ao teste de microtração, totalizando 4 grupos experimentais.

Termociclagem

Os palitos confeccionados em dentina/cerâmica designados ao teste de termociclagem (MSTC-3, São Carlos, SP, Brasil) foram submetidos a 500 ciclos, onde cada ciclo os espécimes foram imersos em água destilada, por 20 segundos, nas temperaturas estipuladas de 5 °C, 37 °C e 55 °C. Após o término do teste de termociclagem, os palitos foram encaminhados para o teste de resistência de união de microtração.

Teste de resistência de união de microtração

Previamente ao teste de microtração, os palitos foram mensurados com o auxílio de um paquímetro digital (Carl Mahr, GmbH, Esslinger, Germany) e os valores da secção transversal foram anotados para posterior cálculo dos valores em MPa. Em seguida, os palitos foram individualmente fixados em suas extremidades com o auxílio de um gel adesivo à base de cianocrilato (Super Bonder, Henkel Loctite Adesivos LTDA, Itapevi, SP, Brasil) em uma máquina de ensaio (EMIC 3000, São José dos Pinhais, PR, Brasil). O teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min com uma célula de carga de 50 Kgf devidamente calibrada à máquina de ensaio universal.

Análise do padrão de fratura em microscopia eletrônica de varredura

Após a realização do teste de microtração, as duas porções fraturadas dos palitos foram armazenadas em eppendorfs mantidos a 37 °C até sua fixação em stubs metálicos (Procind Mecânica e Instalações Industriais, Piracicaba, SP) com o auxílio de fitas adesivas de carbono. Em seguida, os stubs metálicos foram colocados em um metalizador Super Cool (modelo SCD 050, Balzers, Germany) para que recebam o recobrimento em ouro. Os espécimes metalizados foram levados à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (JEOL JSM 5600LV, JEOL, Japan) para a visualização e classificação do padrão de fratura.

O padrão de fratura foi classificado de acordo com a região mais predominante na amostra e classificado em (1) fratura coesiva na cerâmica, (2) fratura coesiva no substrato dentinário, (3) fratura coesiva no agente de cimentação, (4) fratura adesiva entre cerâmica e agente de cimentação e (5) fratura adesiva entre dentina e agente de cimentação.

Análise estatística

Os valores de resistência de união convertidos em MPa foram analisados por meio da Análise de Variância (ANOVA) em 2 fatores, em esquema fatorial 2 X 2. Quando diante de diferença estatística significativa, o teste de Tukey foi realizado para comparação entre as médias. Ambos os testes adotaram nível de significância de 5 % ($\alpha = 0,05$).

RESULTADOS

Os valores de resistência de união para os grupos tratados com uma porcelana de baixa fusão associada ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico e silanização foram estatisticamente superiores aos valores de resistência de união para os grupos tratados com jateamento com partículas de óxido de alumínio ($p < 0,0000$) (Tabela 1). Dentro de cada tratamento de superfície da cerâmica zircônia, os grupos que não receberam a termociclagem mostraram valores de resistência de união estatisticamente superiores aos grupos que receberam a termociclagem ($p < 0,0000$) (Tabela 1).

Para os grupos tratados com jateamento com partículas de óxido de alumínio, o padrão de fratura mostrou 100% de fraturas adesivas entre o agente de cimentação resinoso dual e a superfície da cerâmica zircônia. Para os grupos que receberam o tratamento com uma porcelana de baixa fusão associada ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico e silanização, houve uma mudança no padrão de fratura sendo observada predominância de fraturas adesivas entre o agente de cimentação resinoso dual e a dentina (Figura 1), fraturas adesivas entre o agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia (Figura 2), além de fraturas coesivas no agente de cimentação (Figura 3)(Gráfico1).

DISCUSSÃO

Na literatura não há uma definição sobre o melhor tratamento de superfície a ser empregado em cerâmicas com alto conteúdo cristalino em sua composição. Em relação à cerâmica zircônia, os tratamentos de superfície são limitados pela alta estabilidade química e dureza superficial.^{3,5} No entanto, a literatura é consensual em afirmar que os tratamentos convencionais que preconizam o jateamento com partículas abrasivas e condicionamento com ácido hidrofúorídrico, associados ao processo de silanização, não influenciam significativamente os valores de resistência de união.¹⁴⁻¹⁶ O tratamento superficial experimental utilizado nesta pesquisa que preconizada a aplicação de uma camada de glaze tem se mostrado promissor devido apresentar, após sua associação com condicionamento ácido ou jateamento, alterações morfológicas superficiais que irão promover retenções micromecânicas entre os agentes de cimentação resinosos e a superfície da cerâmica zircônia, além de união química alcançada com a aplicação do silano.^{5,12,13}

O tratamento superficial com aplicação de uma camada de glaze, associado ao condicionamento ácido e silano, foi capaz de promover um aumento significativo nos valores

de resistência de união entre o agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia, quando comparado ao tratamento que utiliza jateamento com partículas de óxido de alumínio, preconizada pelo fabricante da zircônia. Estes achados corroboram os outros estudos na literatura que utilizaram a aplicação de glaze sobre a cerâmica zircônia.^{5,12,13} Baseado nestes resultados, a hipótese nula em que não há diferença estatística nos valores de resistência de união entre o agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia tratada com uma camada de glaze e jateamento com partículas de óxido de alumínio, foi rejeitada.

A degradação hidrolítica promovida pela termociclagem se baseia no princípio em que a diferença dos coeficientes de expansão térmica entre os materiais envolvidos na cimentação de restaurações cerâmicas promove uma fadiga térmica nas interfaces de união, o que interfere negativamente nos valores de resistência de união.^{12,17,18,19} Os grupos que foram submetidos à termociclagem apresentaram valores de resistência de união estatisticamente inferiores aos grupos sem termociclagem. Desta forma, a hipótese nula que a termociclagem não afeta os valores de resistência de união foi rejeitada. Estes achados podem ser explicados pelas diferenças entre os coeficientes de expansão térmica entre o tratamento superficial da cerâmica zircônia, agente de cimentação resinoso dual e dentina. Além disto, o efeito da termociclagem nos valores de resistência de união pode ter sido afetado pela metodologia de microtração desenvolvida para a cerâmica zircônia, uma vez que o palito foi submetido ao teste de termociclagem e permitiu uma análise mais dinâmica de toda a área testada.

A análise do padrão de fratura revelou 100% de fraturas adesivas entre o agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia tratada com jateamento com partículas de óxido de alumínio, independente do tratamento de termociclagem (Gráfico 1) (Figuras 1-3). Estes resultados estão diretamente relacionados com a insignificante interação entre o agente de cimentação resinoso dual e a superfície da cerâmica zircônia (Tabela 1). Por outro lado, quando a cerâmica zircônia recebeu o tratamento com uma porcelana de baixa fusão associada ao condicionamento com ácido hidrófluorídrico e silanização, houve uma alteração morfológica importante da superfície da cerâmica zircônia que apresentou alterações morfológicas capazes de promover uma microretenção dos agentes de cimentação resinosos à cerâmica (Gráfico1) (Figuras 1-3). Desta forma, além de um aumento significativo dos valores de resistência de união, foi observada uma mudança no padrão de fratura correlacionada à retenção químico-mecânica proporcionada pela aplicação de uma porcelana de baixa fusão associada ao condicionamento com ácido hidrófluorídrico e silanização. Trabalhos futuros deveriam avaliar a adaptação marginal de tratamentos aditivos com o

acrécimo de glaze na superfície interna da cerâmica para a obtenção de um protocolo clínico deste promissor tratamento superficial.

CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo in vitro, podemos concluir que:

1. O tratamento superficial com a aplicação de uma porcelana de baixa fusão associada ao condicionamento com ácido hidrófluídrico e silanização promove um aumento significativo nos valores de resistência de união entre um cimento resinoso dual e a cerâmica zircônia.
2. O tratamento superficial com o jateamento com partículas de óxido de alumínio não promove um aumento significativo nos valores de resistência de união à cerâmica zircônia.
3. A termociclagem promove um decréscimo nos valores de resistência de união entre um agente de cimentação resinoso dual e a cerâmica zircônia para os tratamentos testados.

REFERÊNCIAS

1. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, & Feilzer AJ (2006) Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations: Part II: Zirconia Veneering ceramics *Dental Materials* **22(9)** 857-863.
2. Derand P, & Derand T (2000) Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics *International Journal of Prosthodontics* **13(2)** 131-135.
3. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, & Feilzer AJ (2007) Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems *Dental Materials* **23(8)** 952-959.
4. Piconi C, & Maccauro G (1999) Zirconia as a ceramic biomaterial *Biomaterials* **20(1)** 1-25.
5. Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JA, & Correr-Sobrinho L (2012) Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength *Operative Dentistry* **37(2)** 181-187.
6. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, & Valandro LF (2006) Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: The effect of surface conditioning *Dental Materials* **22(3)** 283-290.
7. Derand T, Molin M, & Kvam K (2005) Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces *Dental Materials* **21(12)** 1158-1162.
8. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, & Kern M (2007) Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after different surface conditioning methods *Dental Materials* **23(1)** 45-50.

9. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, & Ounsi H (2008) Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I *Dental Materials* **24(9)** 1268-1272.
10. Spohr AM, Borges GA, Junior LH, Mota EG, & Oshima HM (2008) Surface modification of in-ceram zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement *Photomedicine and Laser Surgery* **26(3)** 203-208.
11. Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, de Goes MF, & da Silva EM (2011) Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments *J Adhes Dent* **13(5)** 473-480.
12. Everson P, Addison O, Palin WM, & Trevor Burke FJ (2012) Improved bonding of zirconia substructures to resin using a “glaze-on” technique *Journal of Adhesive* **40(4)** 347-351.
13. Cura C, Ozcan M, Isik G, & Saracoglu A (2012) Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer *J Adhes Dent* **14(1)** 75-82.
14. Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall AC, & Burke FJT (2007) The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic *Oper Dent* **32(6)** 623-630.
15. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, & Salameh Z (2009) Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: focusing on chemical interactions *Dent Mater* **25(8)** 989-993.
16. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, & Smith R (2011) Adhesive cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *J Dent Mater* **27(1)** 71-82.
17. Attia A (2011) Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - Influence of surface treatment and thermocycling *J Appl Oral Sci* **19(4)** 388-395.
18. Vanderlei A, Bottino MA, & LF Valandro (2014) Evaluation of resin bond strength to Yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings *Oper Dent* **39(1)** 50-63.
19. Cheung GC, Botelho MG, Matinlinna JP (2013) Effect of surface treatments of zirconia ceramics on bond strength to resin cement *J Adhes Dent* Epub ahead of print.

TABELA

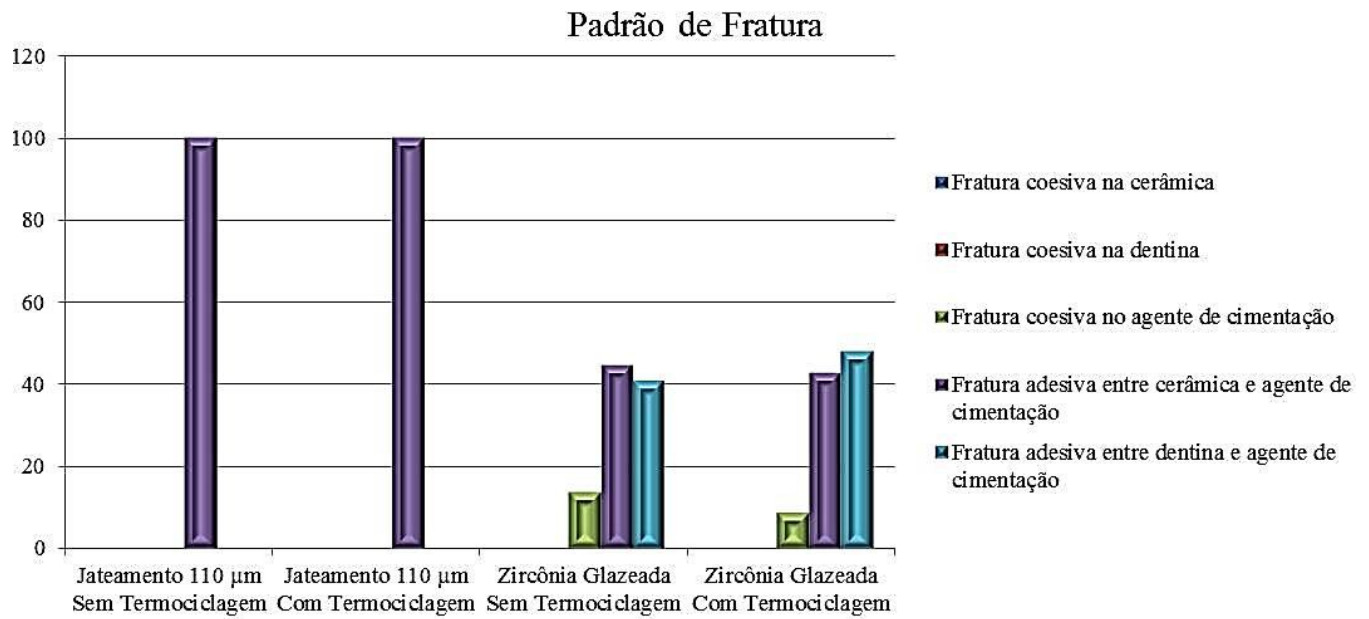
Tabela 1. Valores de resistência de união e desvio padrão, expressos em MPa, para o teste de microtração dos espécimes submetidos ou não ao teste de termociclagem

	Jateamento 110 μ m		Zircônia Glazeada	
Sem Termociclagem	13.60 (2.18)	Ab	38.36 (7.89)	Aa
Termociclagem	7.55 (2.04)	Bb	18.98 (2.36)	Ba

Letras maiúsculas comparam o efeito da termociclagem e letras minúsculas comparam os tratamentos de superfície à cerâmica zircônia

GRÁFICO

Gráfico 1. Padrão de fratura dos grupos submetidos ou não ao teste de termociclagem



FIGURAS

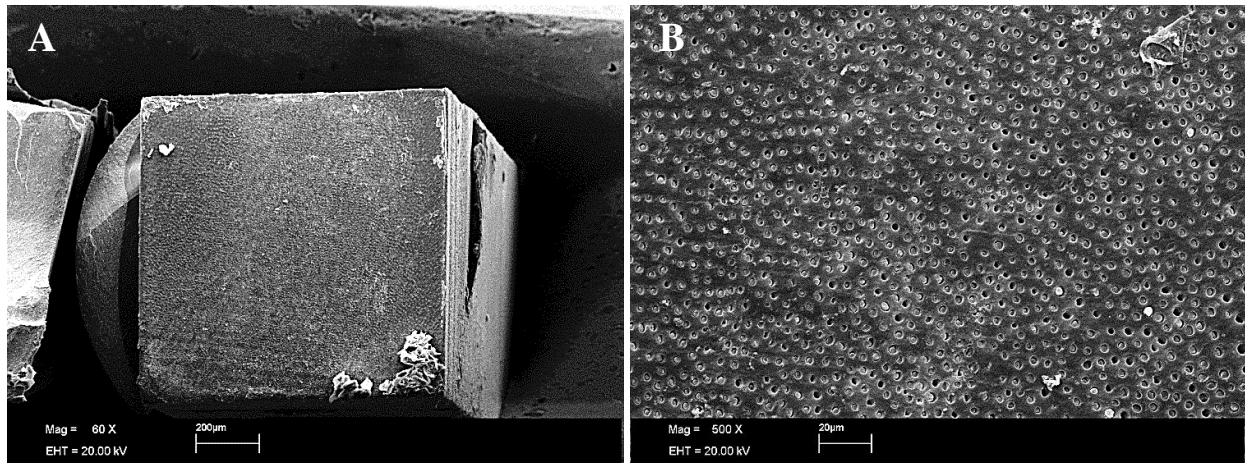


Figura 1: Fratura adesiva entre o agente de cimentação autoadesivo e a dentina em aumento de 60 X (A) e 500 X (B)

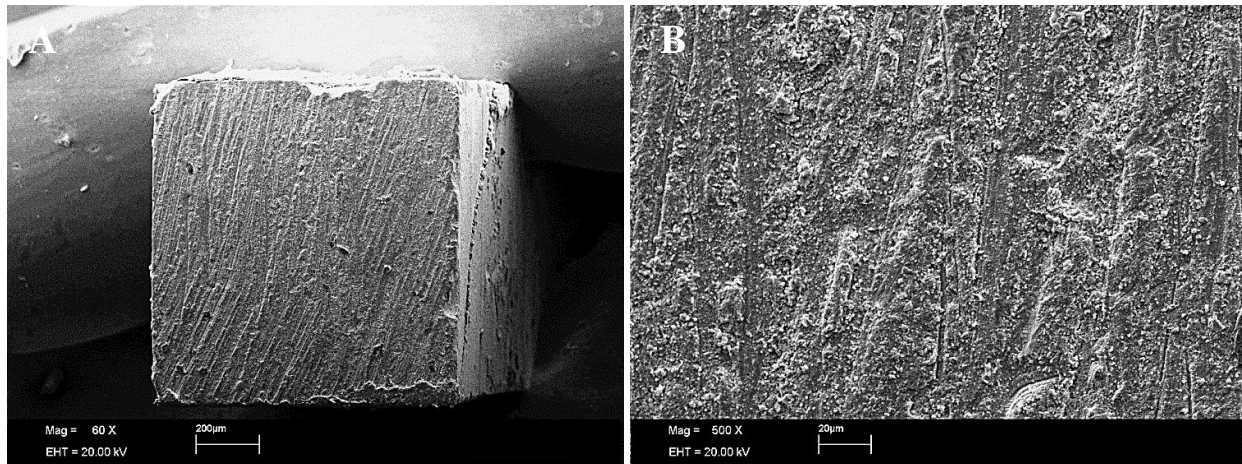


Figura 2: Fratura adesiva entre o agente de cimentação autoadesivo e a cerâmica zircônia em aumento de 60 X (A) e 500 X (B)

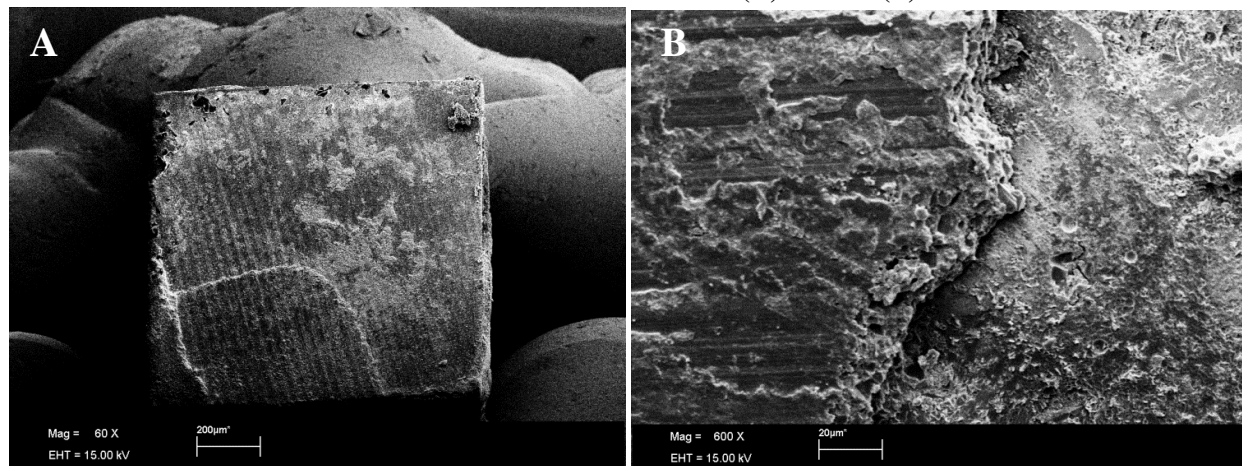


Figura 3: Fratura coesiva no agente de cimentação autoadesivo em aumento de 60 X (A) e 500 X (B)

ANEXO 1

NORMAS PARA PUBLICAÇÃO NO PERIÓDICO - OPERATIVE DENTISTRY

OPERATIVE DENTISTRY



INSTRUCTIONS TO AUTHORS

New Instructions as of 20 September 2008

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the Allen Track upload site. Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

- A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:
 - a title
 - a running (short) title
 - a clinical relevance statement
 - a concise summary (abstract)
 - introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
 - references (see Below)
 - The manuscript **MUST NOT** include any:
 - identifying information such as:
 - Authors
 - Acknowledgements
 - Correspondence information
 - Figures
 - Graphs
 - Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.
- All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

GENERAL INFORMATION

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.
- The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication if they disagree with editorial decisions.
- International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission.
- Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.
- Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an acknowledgement, please contact us at editor@jopdent.org rather than resending your paper.
- **IMPORTANT:** Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf files.

REQUIREMENTS

• FOR ALL MANUSCRIPTS

1. **CORRESPONDING AUTHOR** must provide a WORKING / VALID e-mail address which will be used for all communication with the journal.
NOTE: Corresponding authors MUST update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.
2. **AUTHOR INFORMATION** must include:
 - full name of all authors
 - complete mailing address for each author
 - degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)
 - affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)
3. **MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT** must include:
 - full name of product
 - full name of manufacturer
 - city, state and/or country of manufacturer
4. **MANUSCRIPTS AND TABLES** must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½ " x 11")
5. **ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES** must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters
 - line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.

- gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
- color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
- color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

- **OTHER MANUSCRIPT TYPES**

1. **CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS** must include:
 - a running (short) title
 - purpose
 - description of technique
 - list of materials used
 - potential problems
 - summary of advantages and disadvantages
 - references (see below)
2. **LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS** must include:
 - a running (short) title
 - a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
 - conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise
 - references (see below)

- **FOR REFERENCES**

REFERENCES must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
2. Full article title.
3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.

7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.
8. **DO NOT** include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

EXAMPLES OF REFERENCE STYLE

- Journal article: two authors
Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin *American Journal of Dentistry* **12(1)** 19-25.
- Journal article: multiple authors
Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin *Critical Review of Oral and Biological Medicine* **8(3)** 306-335.
- Journal article: special issue/supplement
Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry *Operative Dentistry* (**Supplement 6**) 119-144.
- Abstract:
Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003) Comparative study on adhesive performance of functional monomers *Journal of Dental Research* **82(Special Issue B)** Abstract #0051 p B-19.
- Corporate publication:
ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters *Geneve: International Organization for Standardization 1st edition* 1-25.
- Book: single author
Mount GJ (1990) *An Atlas of Glass-ionomer Cements* Martin Duntz Ltd, London.
- Book: two authors
Nakabayashi N & Pashley DH (1998) *Hybridization of Dental Hard Tissues* Quintessence Publishing, Tokyo.
- Book: chapter
Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) *Fundamentals of Operative Dentistry* Quintessence, Chicago 207-228.
- Website: single author
Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003 from:
<http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>
- Website: corporate publication
National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW Practice Research Network, 1. 3. Retrieved online September 8, 2003 from:
<http://www.socialworkers.org/naswprn/default>

ANEXO 2**CERTIFICADO DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA**

UNIVERSIDADE DE UBERABA - 
UNIUBE

PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP**DADOS DO PROJETO DE PESQUISA**

Título da Pesquisa: Resistência de união ao teste de microtração de um agente de cimentação resinoso dual à cerâmica zircônia: Efeito de uma zircônia glazeada e da termociclagem.

Pesquisador: Thiago Assunção Valentino

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 42529615.5.0000.5145

Instituição Proponente: Sociedade Educacional Uberabense

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.033.082

Data da Relatoria: 23/04/2015