



UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
- MESTRADO



Bernardo Luiz Gallina

Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas

Cascavel

2017

Bernardo Luiz Gallina

Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Marcio José Mendonça

Cascavel

2017

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(Sistema de Bibliotecas – UNIOESTE)

G161r Gallina, Bernardo Luiz.
Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas /
Bernardo Luiz Gallina. --- Cascavel (PR), 2017.
30 f.:il.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Mendonça.
Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade
Estadual do Oeste do Paraná, Campus de Cascavel, 2017. Centro
de Ciências Biológicas e da Saúde.
Inclui Bibliografia

1. Óxido de zircônio. 2. Resistência ao cisalhamento. 3. Materiais
dentários. I. Mendonça, Marcio. II. Universidade Estadual do Oeste
do Paraná. III. Título.

CDD 20.ed. 617.6



unioeste

Universidade Estadual do Oeste do Paraná

Campus de Cascavel CNPJ 78680337/0002-65

Rua Universitária, 2069 - Jardim Universitário - Cx. P. 000711 - CEP 85819-110

Fone:(45) 3220-3000 - Fax:(45) 3324-4566 - Cascavel - Paraná



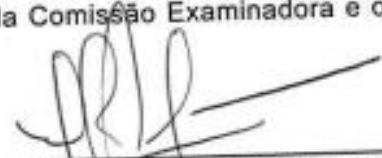
PARANÁ

GOVERNO DO ESTADO

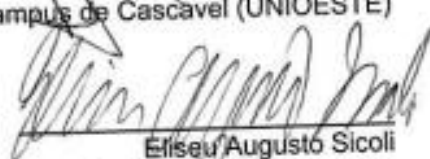
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE BERNARDO LUIZ GALLINA, ALUNO(A) DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ - UNIOESTE, E DE ACORDO COM A RESOLUÇÃO DO PROGRAMA E O REGIMENTO GERAL DA UNIOESTE.

Ao(s) 2 dia(s) do mês de março de 2017 às 8h30min, no(a) Sala 08, Bloco E da Unioeste, campus de Cascavel, realizou-se a sessão pública da Defesa de Dissertação do(a) candidato(a) Bernardo Luiz Gallina, aluno(a) do Programa de Pós-Graduação em Odontologia - nível de Mestrado, na área de concentração em Odontologia. A comissão examinadora da Defesa Pública foi aprovada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Integraram a referida Comissão os(as) Professores(as) Doutores(as): Marcio José Mendonça, Eliseu Augusto Sicoli, Sinval Adalberto Rodrigues Junior. Os trabalhos foram presididos pelo(a) Marcio José Mendonça, orientador(a) do(a) candidato(a). Tendo satisfeito todos os requisitos exigidos pela legislação em vigor, o(a) candidato(a) foi admitido(a) à Defesa de DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, intitulada: "Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas". O(a) Senhor(a) Presidente declarou abertos os trabalhos, e em seguida, convidou o(a) candidato(a) a discorrer, em linhas gerais, sobre o conteúdo da Dissertação. Feita a explanação, o(a) candidato(a) foi arguido(a) sucessivamente, pelos(as) professores(as) doutores(as): Eliseu Augusto Sicoli, Sinval Adalberto Rodrigues Junior. Findas as arguições, o(a) Senhor(a) Presidente suspendeu os trabalhos da sessão pública, a fim de que, em sessão secreta, a Comissão expressasse o seu julgamento sobre a Dissertação. Efetuado o julgamento, o(a) candidato(a) foi **aprovado(a)**. O(A) CANDIDATO(A) FARÁ JUS AO TÍTULO DE MESTRE(A) EM ODONTOLOGIA APÓS CUMPRIR TODOS OS REQUISITOS DO REGULAMENTO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA. A seguir, o(a) Senhor(a) Presidente reabriu os trabalhos da sessão pública e deu conhecimento do resultado. E, para constar, o(a) Coordenador(a) do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Estadual do Oeste do Paraná - UNIOESTE - Campus de Cascavel, lavra a presente ata, e assina juntamente com os membros da Comissão Examinadora e o(a) candidato(a).


Orientador(a) - Marcio José Mendonça

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)


Eliseu Augusto Sicoli

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)



unioeste

Universidade Estadual do Oeste do Paraná

Campus de Cascavel CNPJ 78680337/0002-65
Rua Universitária, 2069 - Jardim Universitário - Cx. P. 000711 - CEP 85819-110
Fone:(45) 3220-3000 - Fax:(45) 3324-4566 - Cascavel - Paraná



PARANÁ
GOVERNO DO ESTADO

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE BERNARDO LUIZ GALLINA, ALUNO(A) DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ - UNIOESTE, E DE ACORDO COM A RESOLUÇÃO DO PROGRAMA E O REGIMENTO GERAL DA UNIOESTE.

Sinval Adalberto Rodrigues Junior
Universidade Comunitária Regional de Chapecó (UNOCHAPECÓ)

Bernardo Luiz Gallina
Candidato(a)

Coordenador(a) do Programa de Pós-Graduação
ADRIANE YAEKO TOGASHI em Odontologia
RG: 867.998-63
Coord. do Programa de
Pós-Graduação em Odontologia
Unioeste - CCBS - Campus de Cascavel

AGRADECIMENTO

Agradeço a minha Família, a Júlia, minha namorada, e os professores Marcio e Eliseu que sempre me apoiaram e incentivaram durante essa jornada. Muito obrigado.

Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas

RESUMO

A zircônia vem sendo pesquisada de maneira exaustiva devido a sua biocompatibilidade, resistência mecânica e por sua estética. A zircônia Prettau Anterior apresenta estética superior para região anterior, quando comparada a outras zircônias. O objetivo desse trabalho foi avaliar comparativamente a resistência de união de duas Zircônias com composições diferentes. Para isso, foram confeccionados vinte e dois (22) blocos para cada um dos materiais avaliados: Zircônia ICE Zirkon Translucent (ZT) e Zircônia Prettau Anterior (ZPA). Os corpos de prova foram confeccionados usando cimento resinoso RelyX Unicem U200 com auxílio de uma matriz de silicone por adição Express. Onze blocos de cada grupo foram destinados para cada um dos tempos de armazenamento (24 horas e 90 dias) em água destilada a 37°C. O teste de microcissalhamento foi realizado a uma velocidade de 0.5mm/min em máquina de ensaio Universal EMIC DL-200 MF. As amostras foram submetidas também à análise de fratura e análise em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos foram submetidos ao teste Shapiro Wilk, Análise de Variância ANOVA (two-way) e, em seguida, ao teste de Tukey, $p < 0,01$. As médias obtidas para o grupo envelhecido em 1 dia foram: 7,56($\pm 1,02$) MPa para ZT, 9,38($\pm 1,22$) MPa para ZPA, e para as amostras envelhecidas por 90 dias foram: 0,47($\pm 1,02$) MPa para ZT, 1,74($\pm 0,58$) MPa para ZPA. Foram observadas diferenças estatisticamente significantes para os fatores tipo de cerâmica e tempo de envelhecimento. De acordo com os resultados obtidos foi possível observar que a Zircônia Prettau Anterior mostrou resultados estatisticamente superiores a Zircônia ICE Zirkon Translucent, nos dois tempos de envelhecimento avaliados.

Palavras-chave: Zircônia; Resistência de união; microcissalhamento.

Bonding strength of different aged zirconia

ABSTRACT

Zirconia has been extensively researched due to its biocompatibility, mechanical resistance and having an aesthetic property, being widely used in dentistry. Prettau Anterior zirconia presents superior esthetics for anterior region, when compared to other zirconia. The objective of this study was to evaluate the bond strength of two Zirconias with different compositions. For this purpose, twenty-two (22) blocks were made and cut with 3x5x10mm of each of the evaluated materials: Zirconia ICE Zirkon Translucent (ZT) and Zirconia Prettau Anterior (ZPA). The specimens were made using resin cement RelyX Unicem U200 with a vinylpolysiloxane matrix assistance. Then, 11 blocks of each group were separated in two storage times: 1 and 90 days of storage in distilled water at 37 ° C, totaling n = 11. The Microshearing test was performed at a speed of 0.5 mm / min on the Universal testing machine. The samples were also submitted to fracture analysis and analysis by scanning electron microscopy. The results were submitted to the Shapiro Wilk test, Analysis of Variance ANOVA (two-way) and then to Tukey's test, $p < 0.01$. The means obtained for the group aged in 1 day were: 7.56 (+1.02) for ZT, 9.38 (+1.22) for ZPA. And for the samples that aged 90 days were: 0.47 (+1.02) for ZT, 1.74 (+0.58) for ZPA. Statistically significant differences were observed for the factors: ceramic type and aging time. According to the obtained results, it was possible to observe that Zirconia Prettau Anterior showed results statistically superior to Zirconia ICE Zirkon Translucent, in both aging times evaluated.

Key-words: Zirconium; Dental Materials; Microshear.

Artigo elaborado e formatado conforme as
normas das publicações científicas *Dental
Materials Journal*
(http://www.jsdmd.jp/en_journal/file/Instruction_Authors.pdf).

SUMÁRIO

1 Introdução.....	9
2 Metodologia.....	11
3 Resultados.....	15
4 Discussão	18
5 Conclusão	20
6 Referências bibliográficas	21
7. Anexos.....	24
7.1 Materiais utilizados	24
7.2 Fotos da metodologia	25
7.3 Normas de publicação	26

Artigo: Resistência de união de diferentes zircônias envelhecidas

1 Introdução

A zircônia vem sendo pesquisada de maneira exaustiva em testes clínicos, laboratoriais e industriais,¹ devido a sua biocompatibilidade resistência mecânica e resultado estético, tendo sido amplamente usada na Odontologia.

Diversas variações da zircônia vêm sendo desenvolvidas; cada novo material, com o propósito de melhorar alguma qualidade em relação ao anterior. A zircônia tem excelentes características mecânicas, além de conseguir adaptação aceitável, quando as peças são confeccionadas usando sistemas do tipo CAD/CAM². Porém, atualmente, o maior desafio que se encontra é de que tenha resistência de união adequada com os cimentos resinosos empregados aliado a estética satisfatória.

Não há consenso quanto ao melhor tratamento de superfície para se obter resistência ótima de união adesiva entre zircônia e a resina. Diversos métodos têm sido sugeridos, entre eles, jateamento com óxido de alumínio^{3,4,5}, reação triboquímica^{3,6,7}, irradiação com laser^{4,7,8,9} e, até mesmo, a combinação entre esses todos^{5,7}. Outra forma de aumentar a força de união é a utilização de monômeros que contenham fosfato na sua composição. Além disso, a combinação deste com jateamento com óxido de alumínio pode ser utilizada⁵.

Os cimentos resinosos são uma boa opção para cimentação de peças, incluindo a zircônia¹⁰, porém, com o tempo, essa união pode perder a força, causar perda de retenção e/ou aumentar microinfiltrações, especialmente por dois principais motivos: as variações de temperatura, que causam contração e dilatação desproporcional entre os materiais; e a umidade, que causaria a dissolução do cimento e degradação química dessa união entre zircônia e cimento/adesivo². Por isso a importância do envelhecimento em testes laboratoriais para a simulações destas condições encontradas no meio bucal¹⁰ que tanto interferem ao longo prazo.

Outro ponto importante a ser levado em conta é a translucidez do material, pois na rotina clínica, uma vez posicionada a peça, há a necessidade da luz do fotoativador alcançar o cimento para ativá-lo, sendo um desafio a cimentação de zircônia muito opacas, pois são nestas que ocorre maior suscetibilidade a falhas^{7,11,12}. Portanto, faz-se necessário o desenvolvimento de zircônias mais translúcidas, que permitam a fotoativação por luz através do elemento, e que

possam oferecer estética favorável. Sendo necessário pelo menos 4.000 mJ/cm^2 de densidade de energia para que não haja prejuízo a união entre dentina e adesivo¹³. A Zircônia Prettau Anterior® visa unir as propriedades físicas da zircônia com translucidez elevada a fim de sanar as necessidades estéticas de dentes anteriores. Em estudos prévios, a Zircônia Prettau Anterior® mostrou maior irradiação de luz através de diferentes espessuras, trazendo benefícios para estética e cimentação, quando empregados cimentos fotoativados^{14,15}. Além disso, fazem-se necessários estudos para a avaliação das propriedades mecânicas desse novo material a fim de observar se satisfazem os parâmetros clínicos e mecânicos mínimos.

Diante disso, este estudo teve como objetivo avaliar comparativamente a resistência de união ao microcisalhamento e tipos de fratura de duas zircônias estéticas translucidas: Zircônia Prettau Anterior® (ZPA) e Zircônia ICE Zirkon Translucent® (ZT), envelhecidas previamente.

2 Metodologia

O cálculo amostral foi feito baseado em distribuições de probabilidades (teste t) da família F, com delineamento de famílias repetidas, com interação dentro e entre os fatores. O tamanho do efeito utilizado foi de 0,15, erro tipo 1(α) de 0,01, poder de análise de 0,95 garantiu um número de unidades amostrais de 44 (corpos de prova), sendo 11 amostras por grupo experimental. O cálculo amostral foi realizado no programa GPower (versão 3.1.9.2- Universidade de Düsseldorf, Düsseldorf - Alemanha)

Para este estudo, foram confeccionadas no total 44 amostras de zircônia, sendo 22 amostras de 3x5x10mm de Zircônia Prettau Anterior Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália) na cor A1, através de blocos pré-sinterizados, cortados no aparelho CAD/CAM Zirkozahn Fresadora M1 Wet (Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália); e mais 22 amostras de Zircônia ICE Zirkon Translucent (Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália) na cor A1, com as mesmas medidas da ZPA, também pré-sinterizadas e cortadas no aparelho CAD/CAM Zirkozahn Fresadora M1 Wet – Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália) a temperatura final de 1500°C com uma taxa de aquecimento de 8°C/min por 2 horas. Os blocos foram jateados com óxido de alumínio de 100µm a 3,5 Bar por 5 segundos, por toda sua superfície. Para fixação dos blocos, foram utilizados 48 tubos circulares de PVC (Tigre do Brasil S/A, Rio Claro, SP, Brasil) de 2x5 cm.

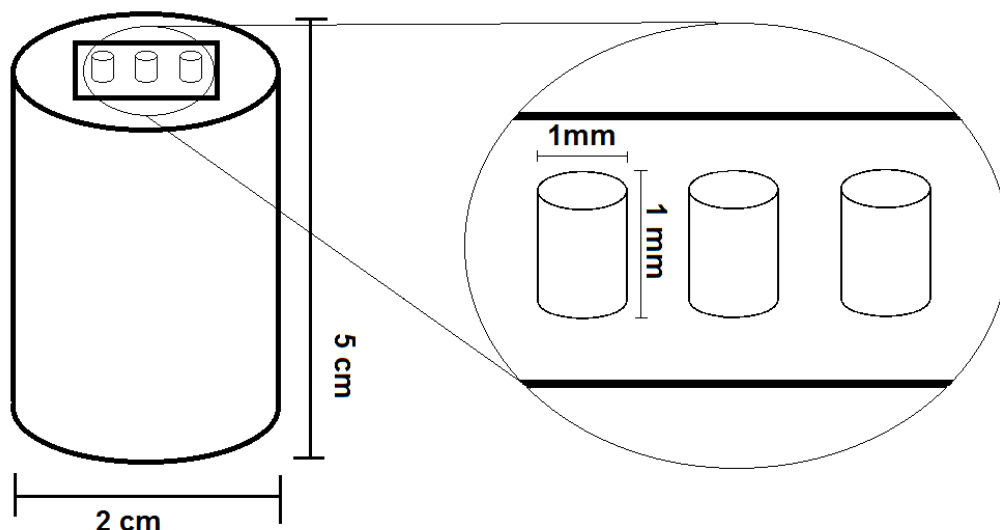
Figura 1- Tabela dos materiais utilizados

Material	Fabricante	Composição
Zircônia Prettau Anterior	Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ <12%, Al ₂ O ₃ <1%, SiO ₂ <0.02%, Fe ₂ O ₃ <0.01%, Na ₂ O <0.04%
Zircônia ICE Zirkon Translucent	Zirkozahn, Gais, Bolzano, Itália	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ 4–6%, Al ₂ O ₃ <1%, SiO ₂ <0.02%, Fe ₂ O ₃ < 0.01%, Na ₂ O <0.04%
Adesivo Monobond Plus	Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein	Silano metacrilato, ácido metacrilato fosfórico, sulfato metacrilato, bisfenol glicidil metacrilato(Bis-GMA) e trietileno glicol dimetacrilato(TEG-DMA)
Cimento resinoso RelyX Unicem U200	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA	Base: Monómeros de metacrilato, ácido metacrilato fosfórico, partículas silanizadas, componentes iniciadores, estabilizador Catalizador: Monómeros de metacrilato, partículas alcalinas, componentes iniciadores, partículas silanizadas, estabilizador e pigmentos.

O bloco em zircônia foi posicionado sobre uma placa de vidro dentro dos tubos, e resina acrílica ativada quimicamente Vip Flash (Dental Vip, Pirassununga, SP, Brasil) foi vertida na fase arenosa no tubo plástico até preenchê-lo completamente. Depois, todas as amostras foram limpas com água destilada por 30 segundos e ácido fosfórico a 37% (FGM, Florianópolis, SC, Brasil) por 30 segundos para remoção de resíduos, então novamente lavados com água destilada por mais 30 segundos. Fez-se a aplicação do Monobond Plus (Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein), realizada com microbrush (Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) de forma ativa por 10 segundos, e aguardados 5 minutos antes da aplicação do cimento com uma matriz confeccionada com silicone por adição Express (3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA), medindo 1x5x10mm, contendo 3 orifícios cilíndricos com 1mm de diâmetro.

A matriz foi posicionada sobre a superfície dos blocos para construção dos corpos de prova usados no ensaio de resistência ao microcisalhamento. O cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem U200 (3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA), foi manipulado conforme instruções do fabricante e inserido na matriz de silicone. Esta foi posicionada sobre as amostras de zircônia e recoberta com uma tira de poliéster mantida sob pressão digital por um operador previamente treinado durante 5 segundos – os excessos de cimento foram removidos.

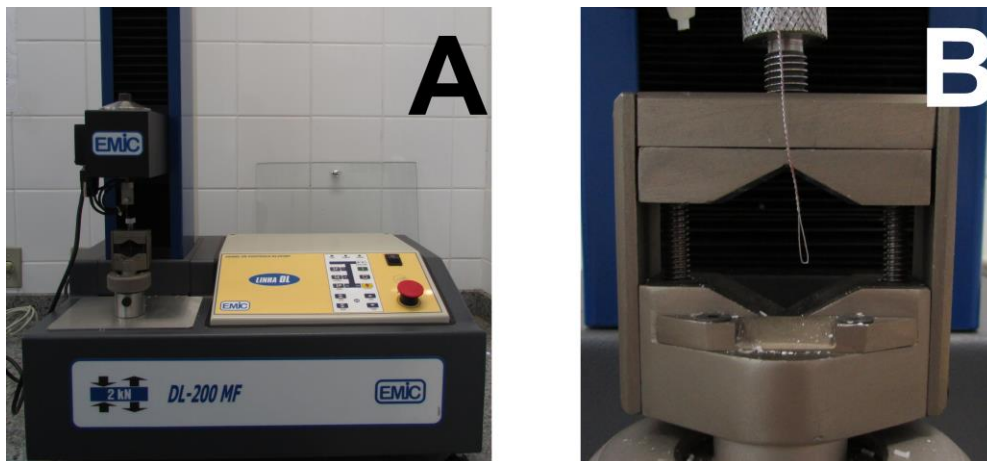
Figura 2- Representação esquemática do resultado final



Em seguida, fez-se fotoativação por 20 segundos com fotopolimerizador Bluephase (Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein-Alemanha), na potência de 1.400 mW/cm^2 , diretamente sobre a matriz de poliéster; as matrizes foram removidas. O fotoativador utilizado foi calibrado a cada 10 utilizações a fim de verificar a intensidade de luz fornecida, através do radiômetro, RD7 (Ecel Indústria e Comércio Ltda, Ribeirão Preto-SP, Brasil). Os grupos foram divididos em 11 amostras de ZT (grupo ZT1), e 11 amostras de ZPA (grupo ZPA1) que foram mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas. Onze (11) amostras ZT (grupo ZT2) e 11 amostras de ZPA (grupo ZPA2) que foram mantidas por 90 dias em água destilada a 37°C .

Os corpos de prova (CP) obtidos foram submetidos ao ensaio de resistência de união ao microcislamento na máquina de testes universais EMIC DL-200 MF (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com um fio metálico (Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) de secção circular de 0,2mm posto em volta dos CP a força de carga foi aplicada na base dos CP à velocidade de tração de 0,5 mm/minuto, até que a fratura ocorresse^{16,17}.

Figura 3 – (A) Máquina de testes mecânicos (B) Luva metálica e fio 0,2mm utilizado no teste de microcislamento



As amostras foram analisadas sobre microscópio estereoscópico Olympus SZX7 (Tokyo, Japan) sob o aumento de 7 vezes. O padrão de fratura foi classificado (por um único avaliador) em adesivo e misto.

As imagens mais representativas de cada tipo de fratura foram submetidas a análise em MEV, modelo 6390 LV, (JEOL, Tokyo, Japan) para avaliação. Os

dados médios (media dos três valores obtidos no mesmo bloco) obtidos em MPa foram analisados por meio do *software* Bioestat 5.3 (Instituto de Desenvolvimento Sustentável Mamirauá, Tefé, AM, Brasil). Para isso, os valores foram submetidos inicialmente ao teste de aderência à curva de normalidade Shapiro Wilk. Considerando o resultado positivo de aderência à curva de normalidade, os dados foram submetidos à Análise de Variância ANOVA (two-way) e em seguida, ao teste de Tukey, $p < 0.01$.

3 Resultados

Os resultados, conforme figura 4, mostraram que houve diferença significativa entre os dois tipos de materiais avaliados, sendo que a ZPA o grupo que apresentou a maior resistência ao microcisalhamento, tanto no primeiro tempo quanto após o envelhecimento por 90 dias. A análise para o mesmo material revelou diminuição significativa após o período de armazenamento.

Figura 4 – Gráfico tipo Box plot para os grupos experimentais (valores em Mpa)

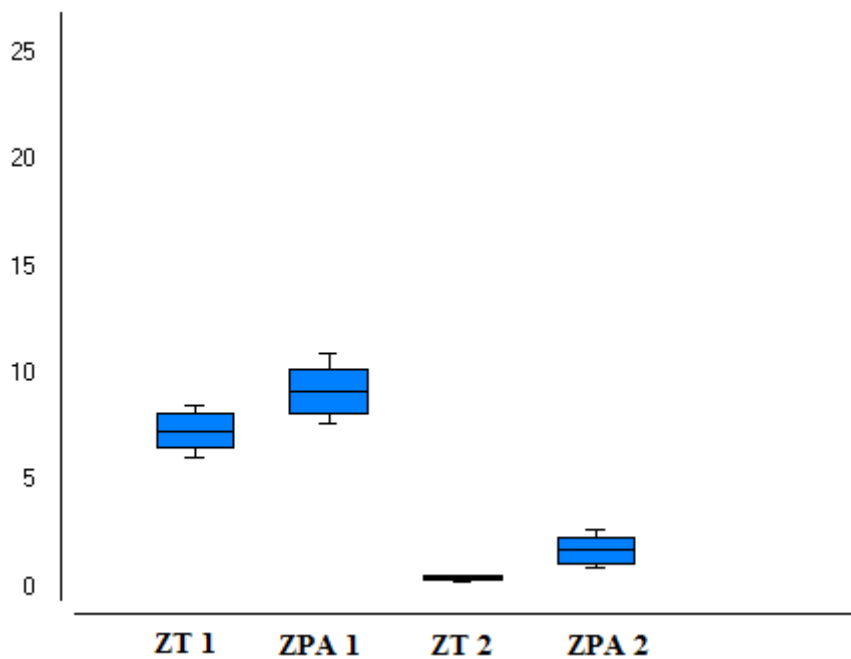


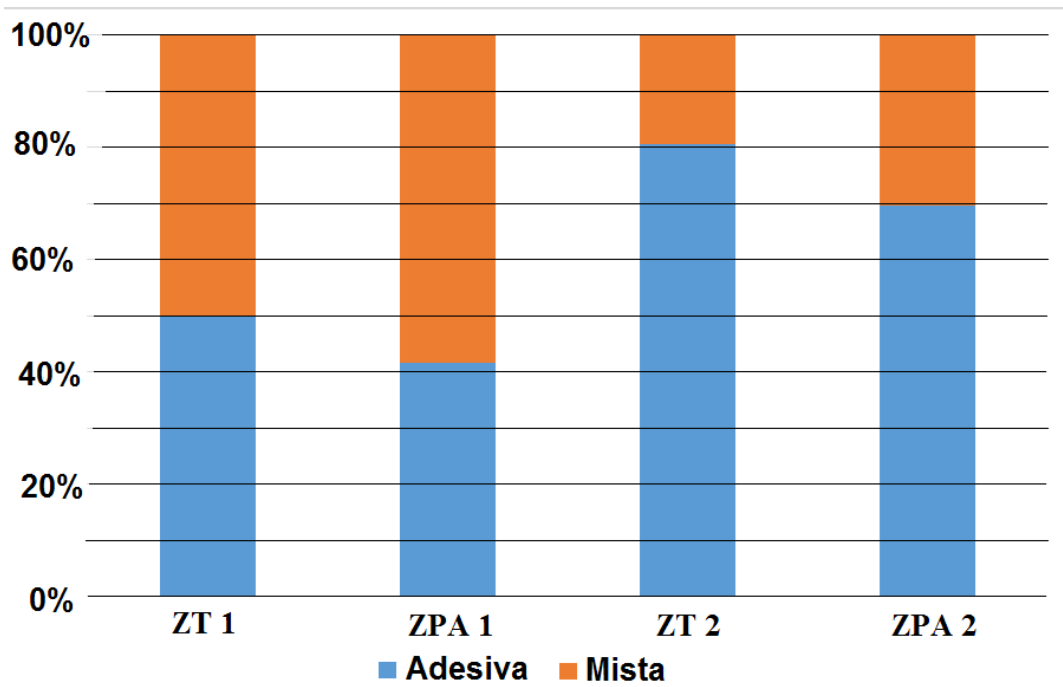
Figura 5 – Resultados para comparação de resistência ao microcisalhamento (valores em Mpa)

Material/Tempo	24 horas	90 dias
ZT	7.35(±0,76)Aa	0.45(±0.11)Ab
ZPA	9.16(±1.03)Ba	1.74(±0.57)Bb

Letras diferentes na mesma linha ou coluna significam diferenças estatisticamente significantes. Letras maiúsculas para colunas e minúsculas para linha. ($p < 0.01$).

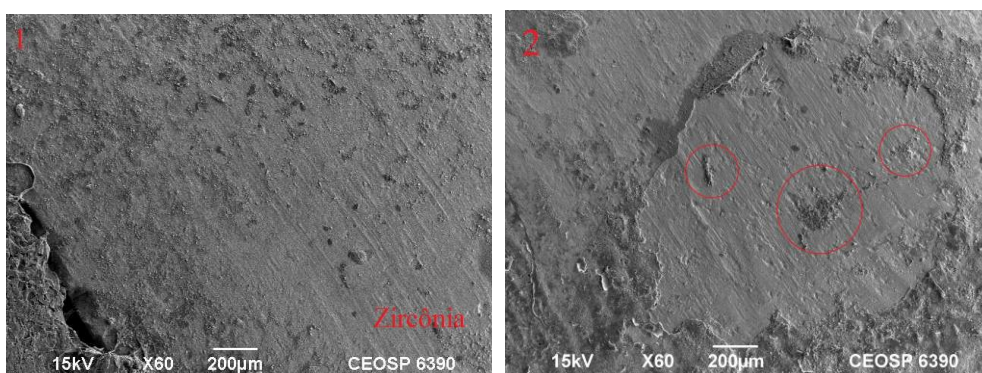
Conforme resultados da análise descritiva de fratura indicados na figura 6, pode-se notar que o maior número de fraturas mista está no grupo da ZPA, em ambos os tempos, em relação a ZT, e a diminuição da fratura mista após 90 dias se apresenta nos dois materiais.

Figura 6 – Resultado da análise de fratura em porcentagem



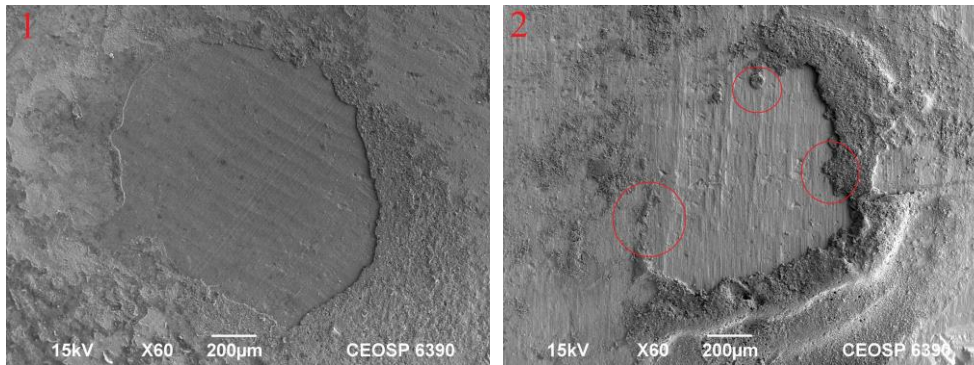
Podemos observar uma maior porcentagem de fraturas mistas (barra laranja) no primeiro tempo para ambas zircônias e uma maior porcentagem de fraturas adesivas (barra azul) no segundo tempo também nas duas zircônias.

Figura 7 – Resultado da análise no MEV, Grupo ZT1.



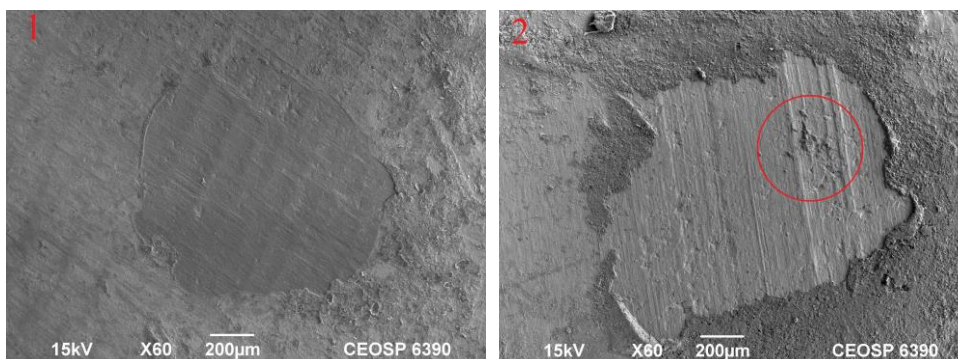
7.1 – 60x de aumento. Falha Adesiva, pode-se notar que não há nem um fragmento de cimento resinoso aderido à superfície da zircônia. 7.2 – 60x de aumento. Falha Mista, nota-se que cimento aderido à superfície da zircônia como pode se observar nos círculos em destaque.

Figura 8 – Resultado da análise no MEV, Grupo ZPA1.



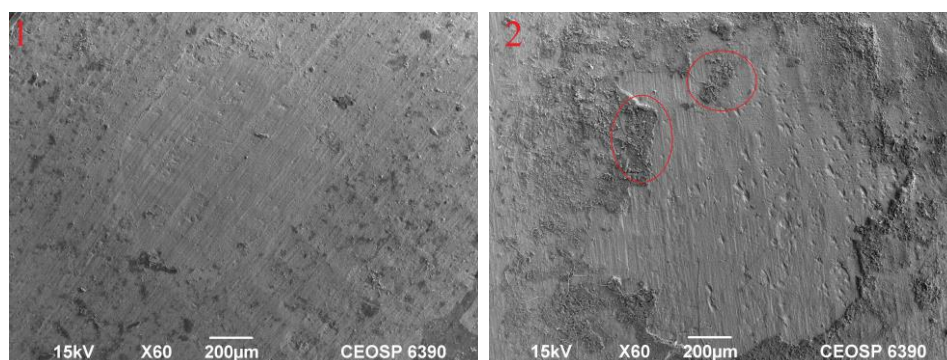
8.1 – 60x de aumento. Falha Adesiva, há nem um fragmento de cimento resinoso aderido à superfície da zircônia. 8.2 – 60x de aumento. Falha Mista, nota-se na superfície da zircônia cimento resinoso aderido nas margens e parte do centro da superfície onde o poste de cimento estava localizado, como pode se observar nos círculos em destaque.

Figura 9 – Resultado da análise no MEV, Grupo ZT2



9.1 – 60x de aumento. Falha Adesiva, sem presença de resina aderida na superfície. 9.2 – 60x de aumento. Falha Mista, observa-se uma área única onde há presença de cimento resinoso, na área em destaque.

Figura 10 – Resultado da análise no MEV, Grupo ZPA2.



10.1 – 60x de aumento. Falha Adesiva, superfície sem resina, pode-se notar alguma sujeira nesta. 10.2 – 60x de aumento. Falha Mista, em destaque áreas onde é possível observar a presença de resina após os testes de microcisalhamento.

4 Discussão

A hipótese nula deste trabalho de que não haveria diferença entre as zircônias (ZT e ZPA) e com ou sem envelhecimento foi rejeitada.

No presente estudo foi possível observar, no teste de resistência de união por microcisalhamento, que as amostras em ZPA mostraram resultados estatisticamente superiores em comparação a ZT, independente do tempo de imersão utilizado. Tais observações podem ser atribuídas à composição diferente dos materiais comparados, sendo que a ZPA é detentora de maior quantidade de óxido de ítrio (Y_2O_3) e óxido de háfnio (HfO_2) – 12% de cada elemento, contra 6% de Y_2O_3 na ZT –, que tornam a zircônia mais estável, fator importante para a manutenção das ligações químicas entre a zircônia, o adesivo e o cimento, que, no longo prazo, manteriam as ligações de fosfato íntegras¹⁸.

O método de envelhecimento selecionado para esse estudo foi de imersão em água destilada ao invés de ciclos de termociclagem, pois, Inokoshi M. *et al.*, 2014, em seu estudo de meta-análise, mostraram maior correlação entre falha em armazenamento em 100% de umidade e em temperatura estável ($r=-0.4$) do que em termociclagem ($r=-0.15$). Para este segundo, foram sugeridas grandes quantidades de ciclos (100.000) de modo que possa ser mostrado algum efeito relevante sobre a superfície de união, o equivalente a cerca de 3 meses em armazenamento em 100% de umidade¹⁹ que tem resultados igualmente relatados em relação à adesividade de esmalte e dentina²⁰. Levando em conta o tempo despendido para a realização das grandes quantias de ciclos necessários para o envelhecimento por termociclagem e o equipamento necessário para tal, o envelhecimento em água destilada mostra-se de grande valia tanto por seus resultados positivos quanto pela sua fácil aplicabilidade.

Além da análise da resistência de união as amostras foram submetidas a análise do tipo de fratura, sendo que a diminuição das fraturas mistas verificado após o tempo de armazenagem, como observado na figura 5, mostrou de maneira geral a degradação presente no cimento resinoso, e na união entre os materiais, afetando de maneira direta os resultados. Achados similares foram observados em outros estudos com diferentes formas de tratamento de superfície^{4,7}. Fraturas coesivas não

foram encontradas, o que também pode ser observado em outros estudos que avaliaram zircônias ao ensaio de microcisalhamento²¹.

Diferentes métodos de tratamento superficial visam aumentar a rugosidade de superfície^{3,4,7,9} ou a união química entre os componentes^{3,5,7,22}, porém, maior rugosidade da superfície se faz necessária para o aumento da área de total de união, sendo esse recurso de fácil aplicação e utilização em se tratando de elementos cerâmicos¹⁹; por isso fez-se o uso do jateamento neste estudo. Além disso, a aplicação de adesivos que contenham monômeros com MDP aumenta a união química entre material e cimento²³, tornando-se relevante na escolha do protocolo a ser empregado¹². Esse tipo de tratamento apresenta os melhores resultados laboratoriais¹⁹, por esse motivo foi o método de escolha empregado. Porém, outros métodos de tratamento da peça podem ser empregados com efeitos similares em relação ao resultado final¹⁹.

Na análise em MEV foi possível observar nas imagens com falhas mistas certa quantidade de cimento resinoso mantinha-se aderida¹⁸. Sendo que na fratura adesiva não se observou presença de cimento resinoso sobre a superfície da zircônia, assim nesses casos a falha ocorreu na interface zircônia/cimento, o que mostraria que não houve união química forte o suficiente entre os materiais¹⁸. Na comparação das imagens entres os diferentes grupos não há uma diferença clara entre os dois materiais se comparados no mesmo tempo, enquanto se compararmos tempos diferentes é possível observar maior quantidade de resina aderida na zircônia nas amostras que ficaram 24h, em relação as que ficaram 90 dias. Este fato provavelmente se deve ao fato de ter ocorrido uma maior degradação da interface dos materiais devido ao tempo maior de envelhecimento.

Apesar das limitações desse estudo in vitro foi possível verificar comportamento mecânico superior para as ZPA em comparação as ZT, resultados esses que são encorajadores para a utilização da ZPA na rotina dos consultórios, devido a sua estética e resistência mecânica superiores e, também, devido a tecnologia de suporte envolvida nesse tipo de reabilitação oral, proporcionada pelos materiais, softwares e pelo sistema CAD CAM, proporcionando previsibilidade estética e mecânica para as coroas em ZPA.

5 Conclusão

A Zircônia Prettau Anterior® apresentou maior resistência de união do que a Zircônia ICE Zirkon Translucent® tanto antes quanto depois do envelhecimento do processo adesivo. Esses resultados sugerem a melhor indicação da primeira em detrimento da segunda

6 Referências bibliográficas

- 1- Otani A, Amaral M, . May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mat.* 2015 Jun;31(6):648-56.
- 2- Borba M, Miranda WG Jr, Cesar PF, Griggs JA, Bona AD. Evaluation of the adaptation of zirconia-based fixed partial dentures using micro-CT technology. *Braz Oral Res.* 2013 Sep-Oct;27(5):396-402
- 3- Elsaka SE. Influence of Surface Treatments on the Bond Strength of Resin Cements to Monolithic Zirconia. *J Adhes Dent.* 2016;18(5):387-395.
- 4- Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont.* 2011 Feb;20(2):84-92
- 5- Taniş MÇ, Akçaboy C. Effects of Different Surface Treatment Methods and MDP Monomer on Resin Cementation of Zirconia Ceramics an In Vitro Study. *J Lasers Med Sci.* 2015 Fall;6(4):174-81.
- 6- Wandscher VF, Fraga S, Pozzobon JL, Soares FZ, Foletto EL, May LG, Valandro LF. Tribochemical Glass Ceramic Coating as a New Approach for Resin Adhesion to Zirconia. *J Adhes Dent.* 2016 Oct;18(5):435-440.
- 7- Gomes AL, Ramos JC, Santos-del Riego S, Montero J, Albaladejo A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. *Lasers Med Sci.* 2015 Feb;30(2):787-95
- 8- Paranhos MP, Burnett LH Jr, Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int.* 2011 Jan;42(1):79-8.
- 9- Gorler O, Ozdemir AK. Bonding Strength of Ceromer with Direct Laser Sintered, Ni-Cr-Based, and ZrO₂ Metal Infrastructures After Er:YAG, Nd:YAG, and Ho:YAG Laser Surface Treatments-A Comparative In Vitro Study. *Photomed Laser Surg.* 2016 Aug;34(8):355-62
- 10- Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci.* 2011 Aug;19(4):388-95.

- 11- Siqueira F, Cardenas AM, Gutierrez MF, Malaquias P, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Perdigão J. Laboratory Performance of Universal Adhesive Systems for Luting CAD/CAM Restorative Materials. *J Adhes Dent.* 2016 Sep;18(4):331-40.
- 12- Yavuz T, Dilber E, Kara HB, Tuncdemir AR, Ozturk AN. Effects of different surface treatments on shear bond strength in two different ceramic systems. *Lasers Med Sci.* 2013 Sep;28(5):1233-9.
- 13- Hirai K, Tsujimoto A, Nojiri K, Ueta H, Takamizawa T, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Influence of photoirradiation conditions on dentin bond durability and interfacial characteristics of universal adhesives. *Dent Mater J.* 2017 Nov 29;36(6):747-754.
- 14- Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Ritter AV, Lassila LV, Vallittu PK, Närhi TO. Degree of conversion of dual-polymerizing cements light polymerized through monolithic zirconia of different thicknesses and types. *J Prosthet Dent.* 2015 Jul;114(1):103-8.
- 15- Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Ritter AV, Vallittu PK, Närhi TO, Lassila LV. Optical properties and light irradiance of monolithic zirconia at variable thicknesses. *Dent Mater.* 2015 Oct;31(10):1180-7
- 16- Souza-Junior EJ, Borges BC, Montes MA, Alonso RC, Ambrosano GM, Sinhoreti MA. Influence of etching time and bonding strategies on the microshear bond strength of self- and light-cured pit-and-fissure sealants. *Braz Dent J.* 2012 Sep-Oct;23(5):477-83.
- 17- Lopes MB, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L, Consani S. Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests. *Pesqui Odontol Bras.* 2003 Apr-Jun;17(2):171-5
- 18- Inokoshi M, Zhang F, Vanmeensel K, De Munck J, Minakuchi S, Naert I, Vleugels J, Van Meerbeek B. Residual compressive surface stress increases the bending strength of dental zirconia. *Dent Mater.* 2017 Jan: 8.
- 19- Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2014 Apr;93(4):329-34.
- 20- De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Peumans M, Van Meerbeek B. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res.* 2012 Apr;91(4):351-7

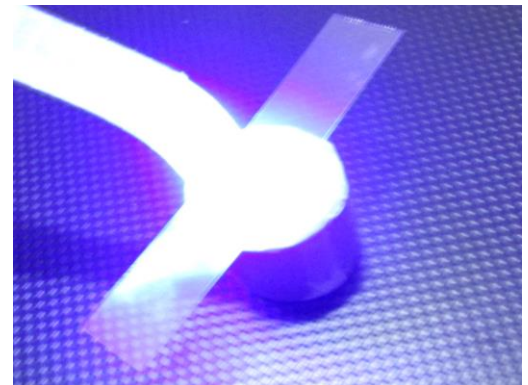
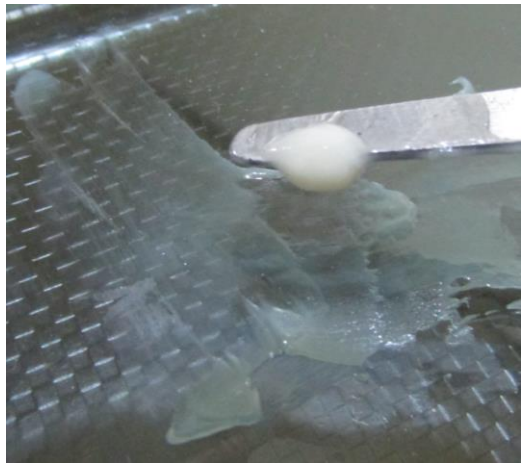
- 21- Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):648-56.
- 22- Martins AR, Gotti VB, Shimano MM, Borges GA, Gonçalves Lde S. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic with an alternative surface treatment. *Braz Oral Res.* 2015 Mar; 29:54.
- 23- Noda Y, Nakajima M, Takahashi M, Mamanee T, Hosaka K, Takagaki T, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dent Mater J.* 2017 Nov 29;36(6):755-761.

24- 7 Anexos

7.1 Matérias Utilizados

Material	Fabricante, Local
Zircônia Prettau Anterior	Zirkonzahn, Gais, Bolzano, Itália
Zircônia ICE Zirkon Translucent	Zirkonzahn, Gais, Bolzano, Itália
48 tubos circulares de PVC	Tigre do Brasil S/A, Rio Claro, SP, Brasil
Resina acrílica ativada quimicamente Vip Flash	Dental Vip, Pirassununga, SP, Brasil
Ácido fosfórico a 37%	FGM, Florianópolis, SC, Brasil
Adesivo Monobond Plus	Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein
microbrush	Vigodent, Rio de Janeiro, RJ, Brasil
Silicona por adição Express	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA
Cimento resinoso RelyX Unicem U200	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA
Fio metálico 0,2mm	Morelli, Sorocaba, SP, Brasil

7.2 Fotos da metodologia



7.3 Normas de publicação

(http://www.jsdmd.jp/en_journal/file/Instruction_Authors.pdf)

Instruction for Authors

(Edited 2015-3-1)

1. Papers submitted to Dental Materials Journal should be directed to the research and development of dental materials, devices and new techniques in dentistry or related fields. Manuscripts in the following categories are acceptable; original and review papers.

- Original papers: Full length papers consisting of complete and detailed descriptions of a research problem, the experimental approach, the findings and appropriate discussion.

- Review papers: Intending authors should communicate with the editorial board beforehand by e-mail.

2. Manuscripts should be written in English. They should not be under consideration for publication in any other Journal and must not have been previously published.

3. Manuscripts should be conforming to Dental materials Journal style and have English language errors corrected before submission. The editorial board may return the manuscript without refereeing due to the poor style and language usage. In the case of authors who are not native speaker of English, before submission, English grammar and syntax in the manuscripts should be checked and corrected by a native English-speaking person.

4. Experimentation involving human subjects should be carried out in full accordance with ethical principle, including the World Medical Association Declaration of Helsinki. All studies using human subjects should include an explicit statement in the Material and Methods section identifying the ethics committee approval for each study. When experimental animals are used, the manuscript must state that the care to minimize pain and discomfort was in accordance with institution guidelines.

5. All manuscripts will be sent to reviewers. Authors will be asked to revise the manuscripts according to the reviewer's comments. Acceptance or rejection of the manuscripts will be decided by the editorial board of Dental Materials Journal.

6. Copyright of papers accepted for publication will be property of the Japanese Society for Dental Materials and Devices. Direct quotations, tables and illustrations in the published paper should be accompanied by written permission for their use from the copyright owners.

7. The manuscripts should be typed, double-spaced, on white paper of A4 size (297 mm×210 mm) with a word processor. Top, bottom and side margins should be about 25 mm. Number all pages consecutively at the middle of the bottom margin.

8. Title page should include the following items:

- Category of the manuscript
- Title (the head of title sentence in capital letters and the others in lower case)
- Full names of the authors (Daisuke YAMASHITA¹ and Seiji BAN²)
- Institutions and addresses (including the all institutions' addresses;

¹Department of Periodontology, Graduate school of Medical and Dental Sciences, Kagoshima University, 8-35-1 Sakuragaoka, Kagoshima 890-8544, Japan

²Department of Biomaterials Science, Graduate school of Medical and Dental Sciences, Kagoshima University, 8-35-1 Sakuragaoka, Kagoshima 890-8544, Japan)

- Key words (3-5 words and the head of each keyword in capital letters)
- Numbers of reprints (number of reprints should be 50 multiples)
- Corresponding author (full name; e-mail address: phone number, fax number)

9. Manuscripts should include the following items:

- ABSTRACT (100-150 words)
- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- DISCUSSION
- CONCLUSION (if included)
- ACKNOWLEDGMENTS (if applicable)
- REFERENCES

10. Proprietary names of commercial products should be expressed in parentheses by their brand names, model, company, city, states and country.

- a cutting instrument (Komet-Brasseler, GmbH, Lemgo, Germany)
- a luting cement (Maxcem, Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

11. Do not use the space key before °C, °, or % in the text (2°C, 25%).

12. Do not use the space key before and after >, =, /, ±, or × in the text (t=18, 25×70).

13. The dash markers should be used referring to three examples.

- Au-Ag alloy, all-ceramic inlay, 1-mm-deep, or p18-21 (Hyphen; Unicode: 002D)
- ranged in 2.5–3.6 mg weight or for 20–25 days (n-dash; Unicode: 2013)
- observed adjacent to the hybrid layer—but with differing appearances.
main text□—text—□main text (□ means space) (m-dash; Unicode: 2014)

14. Cite references in text should be in numerical order and used in superscript in line without any space (reference¹), reference^{1,2}) or reference²⁻⁶).).

15. The reference applies to the Vancouver style; follow the sample references of NLM

(http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html). The references should be grouped in a section at the end of the text in numerical order as they appear in the text and should take the following form:

- For journals

Authors' surname together with their initials, full title of the article, the abbreviated name of the journal (as shown in Index Medicus), year, volume, inclusive page numbers.

1) Kono H, Miyamoto M, Ban S. Bioactive apatite coating on titanium using an alternative soaking process. *Dent Mater J* 2007; 26: 186-193.

2) Ban S, Tsuruta S. Effect of surface modification using super critical water for metal substrate on the bonding strength of veneering resins. *J J Dent Mater* 2002; 21: 82-89.

- For books

Authors' surname together with their initials: title of the book, city of publication, publisher, year of publication, inclusive page numbers.

1) Anusavice KJ. In: Anusavice KJ, editor. *Phillips' science of dental materials*. 11th ed. St. Louis: Saunders Co; 2003. p. 655-719.

- For Proceedings

1) Sato H, Ban S, Yamasaki Y. Effect of surface treatments on bonding strength of dental zirconia ceramics to resin cements. *Proceedings of the 9th Asian BioCeramics Symposium*; 2009 Dec 8-11; Nagoya, Japan. Sendai: Meirin-sha; 2009. p. 8-11.

16. Figures should be numbered according to their order in the text. Each figure should be drawn separately. Figure captions are to appear on a separate page at the end of the manuscript.

17. Tables should be numbered according to their order in the text. Each table should be typed on a separate sheet and should be understandable without referring to the text. Standard deviations of values should be indicated in parentheses.

18. As a unit system, the international system of units (SI), MKS-system and CGS system are acceptable, whereas the yard-pound system is not permitted.

19. The variable and abbreviation of lingua Ratina should be written in italic alphabet ($p < 0.05$, et al., i.e.).

20. When proof-reading, the author must not insert or eliminate sentences for revision purposes; only the correction of errors is allowed.

21. The publishing charge is 30,000 yen for a paper that does not exceed four Journal pages

including tables and figures. As for charges over four pages, 9,000 yen per page will be paid by the authors. Extra charges for such as figures and tables preparation, color printing of photographs will also be paid by the authors. If authors do not pay publishing charge, the article may be retracted.

22. Instructions for online submission (1) Dental Materials Journal now only accepts online submissions. All manuscripts should be submitted on the DMJ-Web site (J-STAGE).

<http://mc.manuscriptcentral.com/dmj> (2) The authors should fill up all required information on the DMJ-Web site and upload the following files; a text, figures and tables as specified forms.

- Text: DOC
- Table: DOC or XLS
- Figure: PDF, JPG, BMP, TIF, PPT (not PPTX)
- Color information: DOC or PDF

(3) All files should be within 20MB.

(4) The resolution of the photos and figures is desirable in 1200 dpi. The extra white space around the actual figure should be erased.

(5) Use the surname and type of document as the file name such as riko-text, riko-fig3, riko-fig10, etc.

(6) All text and file names should be free from non-English fonts. Times or Times New Roman is adequate.

(7) Figure numbers and captions should be appeared on a separate page at the end of the text, not be indicated inside of the figure.

(8) The mode of the images can be selected from three cases in (a)-(c).

(a) If figures appear in gray-scale both in the printed version and in the electronic version of the journal, the illustrations should be produced in gray-scale.

(b) If figures appear in gray-scale in the printed version and in color in the electronic version of the journal, the illustrations should be produced in color. There will be no charges of color in the electronic version to the authors. The illustrations in gray-scale may be required together with your accepted article based on the decision by the Editor-in-Chief.

(c) If figures appear in color both in the printed version and in the electronic version of the journal, the illustrations should be produced in color. There will be the additional charges of color printing to the authors.

If you use the color images, please indicate your preference for (b) color in the electronic version only or (c) color both in the printed version and in the electronic version and your information of gray-scale printing or color printing for each image on a separate file for the color information.

23. All questions and contact sent by e-mail to the editorial office should be titled as “DMJ-Inquiry”. E-mail: edit-dmj@kokuhoken.or.jp