

EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE COM A PASTA DE ZrO_2 NA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE E ÂNGULO DE CONTATO DA ZIRCÔNIA

Palavras-Chave: CERÂMICA, TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE, RUGOSIDADE, ÂNGULO DE CONTATO

Jade M. da Silva* (FOP-aluna), **Evaldo P. Beserra-Neto** (FOP), **Maria G. Bellotti** (FOP), **Américo B. Correr** (FOP), **Ana R. Costa** (FHO/FOP), **Lourenço Correr-Sobrinho** (FOP-Orientador)

INTRODUÇÃO:

As cerâmicas à base de zircônia (3Y-TZP) têm se destacado como uma excelente alternativa para restaurações indiretas na Odontologia, devido às suas notáveis propriedades mecânicas, estabilidade química, resistência à alteração de cor e baixa condutividade térmica (Della Bona, 2009; Zang et al., 2016). A cimentação desempenha um papel crucial no selamento marginal, na retenção e na durabilidade das restaurações indiretas. No entanto, quando essas cerâmicas são cimentadas com cimentos resinosos, a resistência da união é geralmente inferior à das cerâmicas vítreas (Ortho et al., 2012; Xie et al., 2016). Essa limitação decorre da ausência de uma matriz vítrea, que torna a superfície menos susceptível ao condicionamento ácido. Conseqüentemente, a formação de retenções micromecânicas e da sílica/silano não ocorrem, dificultando a obtenção de uma adesão adequada e durável com o cimento resinoso (Özcan e Vallittu, 2003; Smielak e Klimek, 2015). Assim, a rugosidade superficial da zircônia sinterizada continua sendo um desafio significativo na Odontologia.

Para aprimorar a adesão entre o cimento resinoso e a superfície da zircônia, diversos métodos alternativos têm sido explorados, incluindo técnicas como o uso de laser e jateamento. Esses protocolos visam aumentar a rugosidade da superfície, melhorar a molhabilidade e elevar a energia superficial da cerâmica (Alagiriswamy et al., 2020). O jateamento com partículas de Al_2O_3 é amplamente utilizado por promover a retenção micromecânica através do impacto das partículas na superfície cerâmica (Fischer et al., 2008; Aurélio et al., 2016). Contudo, devido à alta dureza da zircônia, que é um material densamente sinterizado, é necessário aplicar uma pressão de ar maior ou usar partículas de Al_2O_3 com dimensões adequadas para alcançar uma rugosidade superficial satisfatória (Kosmac et al., 1999).

Tratamentos de superfície na zircônia antes da sinterização, utilizando pasta de dióxido de zircônia (ZrO_2), podem ser uma alternativa viável para aumentar a rugosidade da cerâmica e promover uma interação eficaz entre a superfície cerâmica e os cimentos resinosos, ao mesmo tempo em que minimizam problemas relacionados a mudanças de fase a longo prazo (Yilmaz e Okutan, 2021).

Neste contexto, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação da pasta de dióxido de zircônia (ZrO_2) associada ao jateamento com partículas de Al_2O_3 , na superfície da zircônia pré-

sinterizada através da análise da rugosidade de superfície e ângulo de contato. A hipótese nula testada é que os diferentes tratamentos de superfície, com ou sem a aplicação de pasta de ZrO_2 (Zirlink, Shin Dental Products), não irão influenciar de forma significativa na rugosidade de superfície e no ângulo de contato.

METODOLOGIA:

Tabela 1 - Materiais que serão utilizados no estudo, marca comercial/fabricante e composição.

Material	Marca comercial/Fabricante	Composição*
Cimento Resinoso RelyX™ Ultimate. Cor A2.	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Pasta Base: monômeros de metacrilato, radiopacificadores, cargas silanizadas, iniciadores, estabilizadores e aditivos reológicos. Pasta Catalisadora: monômeros de metacrilato, cargas radiopacas, iniciador, estabilizadores, pigmentos, aditivos reológicos, corante fluorescente, ativador de polimerização.
Pasta de ZrO_2 - Zirlink	Blue Dental, Pirassununga, São Paulo, Brasil	Não informado pelo fabricante.
Adesivo Single Bond Universal	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Resinas de dimetacrilato, HEMA, 10-MDP, copolímero de ácidos acrílico e itacônico, etanol (10% a 15%), água (10% a 15%), silano, carga, CQ, EDMAB.
Cerâmica/Zircônia IPS e.max ZirCAD, cor MO.	Ivoclar, Schaan, Liechtenstein	Óxido de zircônio (ZrO_2): 88,0 – 95,5%; Y_2O_3 : > 4,5% – ≤ 6,0%; HfO_2 : ≤ 5,0%; Al_2O_3 : ≤ 1,0%; Outros óxidos: ≤ 1,0%
Aparelho de Fotoativação Bluephase G2	Ivoclar, Schaan, Liechtenstein	Aparelho fotopolimerizador polywave

*Informações dos fabricantes.

Blocos da zircônia pré-sinterizados (IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, cor MO), foram cortados transversalmente usando disco diamantado de dupla face (Exttec, Enfield, CT, EUA), montado em cortadeira (Isomet 4000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), operando a 200 rpm e sob refrigeração. Amostras com dimensões de 14,4 mm x 15,6 mm e 2 mm de espessura foram obtidas.

As amostras cerâmicas foram submetidas ao acabamento e polimento utilizando lixas de carbeto de silício com granulações de 600 (Norton SA, São Paulo, SP, Brasil) em uma politriz automática (APL4; Arotec, Cotia, SP, Brasil), com o objetivo de obter uma superfície plana e polida. Após o uso de cada lixa, as amostras foram imersas em água destilada e limpas em ultrassom (MaxiClean 750; Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 360 segundos para remoção dos detritos, e posteriormente secas com jatos de ar.

Em seguida, um disco diamantado de dupla face KG 7020 (KG Sorensen Ind. Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil) foi montado em um micromotor (Kavo Brasil S/A Indústria Comércio, Joinville, SC, Brasil)

para realizar cortes no centro das amostras cerâmicas, obtendo em amostras com dimensões de 14,4 mm x 7,8 mm x 2 mm de espessura. Um total de 30 amostras foram obtidas. Para demarcar o lado oposto da face tratada, foi utilizada uma ponta diamantada cilíndrica com topo arredondado KG 2135 (KG Sorensen Ind. Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil), montada no micromotor de alta rotação (Kavo Brasil S/A Ind. Com., Joinville, SC, Brasil).

Tratamento de superfície

As amostras foram aleatoriamente divididas em 3 grupos (n=9), conforme o tratamento de superfície: Grupo controle - as superfícies das amostras foram submetidas ao jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (Cobra, Renfert GmbH) após a sinterização da zircônia. O microjato foi posicionado perpendicularmente à superfície da amostra, a distância de 10 mm, com auxílio de uma cânula paralela à saída do jato, sem contato direto com a superfície, e as amostras foram jateadas com pressão de 3 barr por 20 segundos. Uma pinça clínica 317 (Golgran) foi usada para manter a amostra na posição fixa durante o procedimento. Após o jateamento, as amostras foram limpas em um banho ultrassônico com água destilada (MaxiClean 750; Unique) por 360 segundos para remover os detritos da superfície cerâmica. No grupo ZIR, duas camadas da pasta de dióxido de zircônia (Zirlink, Blue Dental, Pirassununga, SP, Brasil) com nanopartículas de carbono foram aplicadas com pincel na superfície cerâmica antes da sinterização, sem jateamento prévio. Grupo JZIR - duas camadas da pasta de dióxido de zircônia (Zirlink - Blue Dental) foram aplicadas após o jateamento com partículas de Al_2O_3 com 50 μm (Renfert) com pressão de 3 barr por 20 segundos, antes da sinterização da cerâmica.

Rugosidade de superfície

A rugosidade da superfície da amostra foi medida utilizando um rugosímetro Surfscorder - SE1700 (Kosaka Lab., Tóquio, Japão), equipado com uma ponta de diamante com raio de 0,5 μm e precisão de 0,01 μm . O equipamento possui um cut-off de 0,250 mm, um comprimento de leitura de 1,250 mm e uma velocidade média de 0,100 mm/s. As amostras foram posicionadas paralelamente à superfície do rugosímetro. Três medidas foram realizadas em cada amostra: a primeira a 180°, a segunda a 135° e a terceira a 90° em relação à superfície. A média das três leituras foi registrada como o valor de rugosidade (R_a , μm) para cada amostra. Os dados obtidos foram analisados por ANOVA e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

Ângulo de Contato θ (°)

As medidas do ângulo de contato (°) foram realizadas em temperatura ambiente utilizando um goniômetro (Drop Shape Analyser DSA25E, Kruss, Hamburgo, Alemanha). Uma gota de 2 μL de água deionizada foi aplicada sobre a superfície das amostras cerâmicas após os tratamentos, e os ângulos de contato dessas soluções foram medidos com o software GBX Digidrop (Bourg de Péage, França) 10 segundos após o contato da gota com a superfície cerâmica. Os dados obtidos foram analisados por ANOVA e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Tabela 2 – Médias de rugosidade de superfície (μm) e desvio padrão (\pm) para os três grupos experimentais.

Grupos	Antes da Sinterização	Após a Sinterização
Controle	0,266 \pm 0,056 Ba	0,486 \pm 0,097 Ac
ZIR	0,271 \pm 0,046 Ba	0,639 \pm 0,113 Ab
JZIR	0,242 \pm 0,059 Ba	0,996 \pm 0,294 Aa

Valores seguidos por letras distintas maiúscula nas linhas e minúscula nas colunas diferem estatisticamente entre si ao nível de 5%.

Em relação à rugosidade superficial, após a sinterização, o grupo JZIR (0,996 \pm 0,294 μm) apresentou rugosidade estatisticamente superior em relação ao grupo ZIR (0,639 \pm 0,113 μm) e ao grupo controle (0,486 \pm 0,097 μm) ($p < 0,05$). O grupo ZIR foi estatisticamente superior ao controle ($p < 0,05$). Antes da sinterização, não foram observadas diferenças estatísticas significativas entre os grupos JZIR (0,242 \pm 0,059 μm), ZIR (0,271 \pm 0,046 μm) e controle (0,266 \pm 0,056 μm) ($p > 0,05$). Quando foi comparado os valores de rugosidade de superfície após a sinterização e antes da sinterização dentro de cada grupo, os valores de rugosidade de superfície após a sinterização para os três grupos (controle, ZIR e JZIR) foram estatisticamente superiores ao antes da sinterização ($p < 0,05$).

Tabela 3 – Medias do ângulo de contato θ ($^\circ$) e desvio padrão para os três grupos experimentais.

Grupos	Ângulo de Contato θ ($^\circ$)
Controle	30 \pm 8,5 b
ZIR	82 \pm 11,2 a
JZIR	104 \pm 6,4 a

Valores seguidos por letras distintas minúscula na coluna diferem estatisticamente entre si ao nível de 5%.

Os resultados mostraram que, o ângulo de contato θ ($^\circ$), para os grupos JZIR (104 \pm 6,4 $^\circ$) e ZIR (82 \pm 11,2 $^\circ$) apresentaram valores estatisticamente superiores ao grupo controle (30 \pm 8,5 $^\circ$).

CONCLUSÕES:

Dentro das limitações deste estudo podemos concluir que:

A aplicação da pasta de ZrO_2 no tratamento de superfície da zircônia mostrou efeitos promissores, promovendo alterações significativas na rugosidade de superfície e no ângulo de contato.

BIBLIOGRAFIA

1. Della Bona A. Bonding to ceramics: scientific evidence for clinical dentistry. 1ª ed. São Paulo: Artes Médicas, 2009.
2. Zang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, Vleugels. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *J Dent Mater* 2016;32:e327-e337.
3. Ortho A, Kihl ML, Carlsson GE. A 5-year retrospective study of survival of zirconia single crowns fitted in a private clinical setting. *J Dent* 2012;40:527-30.
4. Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, Chen C. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater* 2016;32:403-11.
5. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-31. Smielak B, Klimek L. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching duration on select surface roughness parameters for zirconia. *J Prosthet Dent* 2015;113:596-602.
6. Alagiriswamy G, Krishnan CS, Ramakrishnan H, Jayakrishnakumar SK, Mahadevan V, Azhagarasan NS. Surface characteristics and bioactivity of zirconia (Y-TZP) with different surface treatments. *J Pharm Bioallied Sci* 2020;12(Suppl 1):S114-S123.
7. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 2008;27:448-54.
8. Aurélio IL, Marchionatti AME, Montagner AF, May LG, Soares FZM. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater* 2016;32:827-45.
9. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999;15:426-33.
10. Wang RR, Lu CL, Wang G, Zhang DS. Influence of cyclic loading on the fracture toughness and load bearing capacities of all-ceramic crowns. *Int J Oral Sci* 2014;6:99-104.
11. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater* 2004;71:381- 86.
12. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont* 2006;19:442-48.
13. Yilmaz AD, Okutan Y. Effect of air-abrasion at pre- and/or post-sintered stage and hydrothermal aging on surface roughness, phase transformation, and flexural strength of multilayered monolithic zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2021;109:606- 616.