



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

POLLYANNA NOGUEIRA FERREIRA DA SILVA

**EFEITO DA RADIAÇÃO IONIZANTE,
SIMULANDO RADIOTERAPIA, NAS
PROPRIEDADES DE CERÂMICAS Y-TZP E
CIMENTOS RESINOSOS**

2015

POLLYANNA NOGUEIRA FERREIRA DA SILVA

**EFEITO DA RADIAÇÃO IONIZANTE, SIMULANDO
RADIOTERAPIA, NAS PROPRIEDADES DE
CERÂMICAS Y-TZP E CIMENTOS RESINOSOS**

Dissertação apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Rubens Nisie Tango
Co-orientador: Pesquisador Sílvio Manea

São José dos Campos
2015

Apresentação gráfica e normatização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos
Campos: ICT/UNESP; 2016.

Silva, Pollyanna Nogueira Ferreira da
Efeito da radiação ionizante, simulando radioterapia, nas
propriedades de cerâmicas Y-TZP e cimentos resinosos. / Pollyanna
Nogueira Ferreira da Silva. - São José dos Campos : [s.n.], 2015.
109 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação
em Odontologia Restauradora - Instituto de Ciência e Tecnologia de
São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2015.

Orientador: Rubens Nisie Tango

Co-orientador: Sílvio Manea.

1. Zircônio . 2. Difração de raios X. 3. Resistência de materiais.
4. Radiação . 5. Cimentos de resina. I. Tango, Rubens Nisie, orient.
II. Manea, Sílvio, co-orient. III. Instituto de Ciência e Tecnologia
de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista. IV.
Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho'. V. UNESP -
Univ Estadual Paulista. VI. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática,
ICMC/USP com adaptações - STATi e STI do ICT/UNESP. Dados fornecidos pelo autor.

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer
meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 30 de novembro de 2015
E-mail: pnfsilva_@hotmail.com

Assinatura: _____

BANCA EXAMINADORA

Professor Adjunto Rubens Nisie Tango

Instituto de Ciência e Tecnologia - UNESP

Univ. Estadual Paulista

Campus de São José dos Campos

Professor Doutor Alberto Noriyuki Kojima

Instituto de Ciência e Tecnologia - UNESP

Univ. Estadual Paulista

Campus de São José dos Campos

Professor Doutor Américo Bortolazzo Correr

Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP

Univ. Estadual de Campinas

Campus de Piracicaba

São José dos Campos, 30 de novembro de 2015.

DEDICATÓRIA

A **DEUS**, meu Senhor e Salvador, pelo sopro da vida, sustento, amor e motivação para a conclusão deste trabalho. Obrigada, Senhor, por conduzir o meu caminho, por colocar pessoas para me ajudarem e me suportarem.

À minha mãe **Fátima Cristina Ferreira Nogueira**. Obrigada pelas noites maldormidas, pelas idas e vindas da minha vida, apoio constante que me ajudou a lutar por este objetivo, mesmo tão longe e tão grande para mim. Este título também é seu, pois eu sempre brinco contigo dizendo que a senhora também fez este curso comigo e se não fosse você, eu não teria conseguido.

Ao meu pai **Pedro Nogueira da Silva**, meu guia e apoio incondicional. Reconheço que o senhor não mediu esforços para que eu pudesse realizar mais este sonho. Obrigada pelo seu exemplo de batalhador, de honestidade e fé que o senhor tem me passado. Este trabalho é uma extensão do seu legado na minha vida.

Ao meu irmão **Thiago Nogueira Ferreira**, por seu carinho e amor. Seu exemplo de companheirismo e respeito me ajudou a crescer. Obrigada, meu irmão!

Ao meu sobrinho **Miguel Luque Nogueira**, pelos seus sorrisos, seu carinho e abraços. Embora você não entenda a vida, pois

você é apenas um bebê, você me ensinou que a vida precisa ter mais intensidade e mais amor. Obrigada pelos momentos juntos de puro carinho. Eu te amo!

À minha cunhada **Priscila Paiva Luque Nogueira**, pela ajuda e motivação nos momentos de dificuldades. Obrigada pro ter-me dado a oportunidade de ser tia.

Obrigada por estarem comigo! Eu amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **DEUS** pela oportunidade de fazer este curso e aprender mais uma função.

Ao meu orientador, **Prof. Adj. Rubens Nisie Tango**, agradeço o incentivo e a confiança que depositou em mim. Em passar-me calma e tranquilidade quando tudo parecia perdido. Agradeço, também, a paciência e a aceitação para minha orientação para poder alcançar a realização de mais um sonho.

Ao meu co-orientador, **Prof. Pesq. Sílvio Manea**, agradeço a ajuda, a compreensão e os ensinamentos. Para ser conduzida à pós-graduação e ser desafiada por este trabalho que envolve áreas de conhecimentos diferentes da formação de um simples cirurgião-dentista. Nesse episódio, creio que Deus colocou você na minha vida para me ajudar e orientar. Obrigada pelo tempo dedicado e por viabilizar que este trabalho fosse concluído.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista, representada pelo diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia, **Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara** e da Vice-Diretora, **Profa. Dra. Rebeca Di Nicoló**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pelo **Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges**, pela oportunidade concedida.

Ao **Prof. Titular Marco Antônio Bottino**, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

Ao **Prof. Dr. Alberto Noriyuki Kojima**, pela paciência e calma nos ensinamentos clínicos do dia-a-dia.

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

Ao **Professor Adjunto Sérgio Paiva Gonçalves**, do ICT-UNESP, obrigada por ter me recebido de maneira especial, e pelos conhecimentos transmitidos do FT-IR.

Aos Professores do Proex CEMO e Sorriso Total, **Prof. Dr. Paula Komori e Prof. Tarcísio de Arruda**, pelos ensinamentos e convivência.

Ao **Professor Odair Lelis Gonçalves**, do Instituto de Estudos Avançados (IEAv), por ter-me recebido de maneira tão

receptiva e pela ajuda para a conclusão deste trabalho.

Ao **Mestre Rafael Galhardo**, do Instituto de Estudos Avançados (IEAv), por ter me ajudado com a parte prática da radiação ionizante, bem como pelas palavras de amizade e motivação. Meus sinceros agradecimentos.

Ao **Mestre Tiago Moreira**, do Instituto Tecnológico da Aeronáutica (ITA), pela ajuda na parte experimental e científica deste trabalho. Agradeço a atenção, amizade, parceria e conversas sobre a vida. Este trabalho não teria sido concluído sem a sua ajuda. Obrigada!

Ao **Professor João Paulo Barros Machado**, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), obrigada por ter me recebido de maneira especial, pelas palavras encorajadoras nos momentos difíceis e pelos conhecimentos transmitidos.

Aos **funcionários da biblioteca**, do Instituto de Ciência e Tecnologia – UNESP, por toda a atenção e correções necessárias.

Aos funcionários da seção de pós-graduação, **Rose, Ivan, Bruno e Sandra**, do Instituto de Ciência e Tecnologia – UNESP, pelas informações e serviços prestados.

Aos funcionários do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese do Instituto de Ciência e Tecnologia – UNESP, **Juliane Damasceno**, pela inconfundível alegria; **Lilian Vilela**, pela amizade e pelas palavras motivacionais; **Fernando Pontes**, pela paciência, pelos preciosos ensinamentos, pela amizade e pelas boas conversas; **Marco Alfredo**, pela paciência e carinho. Muito obrigada por terem contribuído para o meu crescimento e tornar os

meus dias mais felizes.

À **Profa Adj. Cristiane Yumi Koga-Ito**, pela amizade, por me apresentar a pesquisa quando era apenas uma aluna de graduação. Obrigada pelos ensinamentos e amizade até hoje.

Ao **Dr Daniel Pereira**, pela amizade, por me mostrar como a vida pode ser divertida e sem deixar de ser responsável, por me ensinar a sorrir mesmo quando tudo está no caos e que tudo dá certo no fim.

À família **Moreira (Lucas, Ana Maria, Ana Luísa e Voltaire, Pra Cici)**, obrigada pelo acolhimento na família, amizade e admiração.

Aos meus avós **Alaide Maria Ferreira e Antônio Ferreira**, pelas orações e entender minha ausência nas viagens de família. Vocês me ensinaram a ir mais longe do que eu imaginava e acreditaram em mim.

Aos meus tios e tias **Frassinetti, Suzana, Fábio, Flávio, Edna, Maria de Lourdes, Maria Helena, Helena Maria, Wilma, Maria Inês**, pela força e palavras de motivação.

À minha vó de consideração **Néia Pereira**, pelos conselhos, pela amizade e o carinho como se fosse minha avó. Obrigada!

Aos meus amigos da IECP, pelo carinho e compreensão da minha ausência nesse período.

Ao **Pr Auler**, pelo carinho, pelos conselhos e compreensão da correria do dia-a-dia. Obrigada!

Ao **Pr Henrique**, pelas explicações de ambientação em audiência, pela dedicação e por sanar algumas dúvidas de física.

Muito obrigada!

Aos pastores **André, Vagner, Márcio**, pelas orações e palavras de motivação.

Aos meus amigos do ensino da ECBR **Jéssica, Jaislan, Priscila, Rafael, Larissa e Luiz Henrique**, pela amizade e companheirismo. Amigos são presentes de Deus.

Aos **Professores Silvana e Valdir dos Santos**, pelo ensino da vida e dos preceitos do bom caráter.

À **Mestra Tabata do Prado Sato**, minha dupla de clínica desde à graduação. Sempre disposta a me escutar e a me ensinar, você vai longe menina-mulher, minha amiga.

Aos meus amigos da turma do mestrado, **Nayara Barchetta**, disposta sempre a ajudar e escutar as minhas queixas. Obrigada! **Ana Flávia**, ensinou-me a levar a vida de uma forma mais engraçada, rindo das situações adversas. Obrigada! **Rafaela Canavezi**, ensinou-me a ver a vida mais leve e ver que, no fim, dá tudo certo. Obrigada! **Leandro Santis**, pela amizade, pelos conselhos. Obrigada! **Regina Furbino**, pela amizade, pelos conselhos de mãe e preocupação com a minha felicidade. Obrigada! Nossa turma é um sucesso.

Aos meus amigos da turma anterior, **Aline Lins, Ronaldo Luís, Vinícius Aneas, Gabriela Freitas, Lígia Tiaki**, pelos momentos de motivação e companheirismo. Vocês me surpreenderam com a maturidade, amizade e respeito. Obrigada!

Aos demais amigos do Programa de Pós-Graduação, **Aline Firmino, Aline Barcellos, Amanda, Ana Carolina, Anna Karina**,

Carolina Martinelli, Caroline Cottes, Dominique, Eliseo, Fernanda Campos, Fernanda Papaiz, Jéssica Dias, João Paulo, Júlio Luz, Lilian Anami, Marina Amaral, Nathália Ramos, Patrícia Cláudio, Sâmia Mota, Sarina Maciel, pelos momentos compartilhados. Foi um prazer conviver com todos vocês.

Aos alunos **Andresa Gaspar Nelo, Rafael Marques, Juliana Amalfi e Beatriz Garbelini**, que participaram da minha formação. Obrigada pela convivência e amizade. Vocês me ensinaram que precisamos de outras pessoas também. Obrigada!

Aos técnicos do laboratório de materiais dentários, **Marcos Vestali** (*in memoriam*), nesse dia tão especial para mim, gostaria tanto de dividi-lo com você, mas Deus te recolheu antes, até mais meu amigo; **Thaís Cachuté Paradella**, pela disposição e ajuda em todos os momentos e pelo convívio diário.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pelo apoio financeiro concedido no primeiro ano do mestrado.

Ao senhor **Antônio Favarin e Dona Míriam**, pelo auxílio na escrita e correções ortográficas tão valiosas. Obrigada!

Obrigada a todos!

*“Provai e vede que o Senhor é bom, feliz é o homem que
confia n’Ele”*

Salmo de Davi, 34:8

SUMÁRIO

RESUMO	14
ABSTRACT	16
1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DE LITERATURA	24
2.1 Conceitos de radiação ionizante	25
2.2 Influência radiação ionizante em amostras de Y-TZP ...	27
2.2.1 Y-TZP e tipos de lavagens.....	27
2.2.2 Y-TZP: características ópticas	28
2.2.3 Y-TZP: transformação de fase e propriedades mecânicas	32
2.3 Radiação ionizante e cimentos resinosos	34
2.3.1 Cimentos resinosos.....	34
2.3.2 Cimentos resinosos x radiação ionizante.....	36
3 PROPOSIÇÃO	39
4 MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 Materiais	39
4.2 Métodos	40
4.2.1 Análise da Y-TZP	40
4.2.1.1 Confecção das amostras de Y-TZP	40
4.2.1.2 Radiação ionizante das amostras Y-TZP	43
4.2.1.3 Análise de alteração de cor	45
4.2.1.4 Resistência à flexão de 4 pontos	48

4.2.1.5	Análise de Difratoômetro de Raio-X	50
4.2.1.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	51
4.2.2	Análise dos cimentos resinosos.....	52
4.2.2.1	Confecção das amostras de mini-barras de mini-flexão	52
4.2.2.2	Radiação ionizante das amostras de cimentos	55
4.2.2.3	Teste de Resistência à mini-flexão	57
4.2.2.4	Análise de FT-IR	59
4.2.2.5	Resumo do delineamento experimental	59
5	RESULTADOS	61
5.1	Análise Y-TZP	61
5.1.1	Resistência à flexão 4 pontos	61
5.1.2	Alteração de cor pelo CieLab	64
5.1.3	Difração de raio-X	73
4.1.4	Microscopia de varredura	75
5.2	Análise Cimento resinoso	77
5.2.1	Resistência à mini-flexão	77
5.2.2	Análise vibracional espectroscopia infravermelho	79
6	DISCUSSÃO	86
6.1	Discussão da metodologia	86
6.2	Discussão resultados da Y-TZP	88
6.3	Discussão dos resultados Cimentos resinosos	92
7	CONCLUSÃO	96
8	REFERÊNCIAS	97

Silva PNF. Efeito da radiação ionizante, simulando radioterapia, nas propriedades de cerâmicas Y-TZP e cimentos resinosos. [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

RESUMO

Os objetivos deste estudo foram avaliar o efeito de diferentes tipos de lavagens e exposição à radiação ionizante (raios gama), utilizada em tratamentos oncológicos, na resistência à flexão de 4 pontos, transformação de fase cristalina e alteração de cor da cerâmica policristalina de Y-TZP; e verificar a influência da radiação gama na resistência à miniflexão de cimentos resinosos cimentados com Y-TZP. Foram confeccionadas 114 barras de zircônia estabilizada parcialmente por ítria - Cercon® Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e InCeram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Alemanha) segundo a norma ISO 6872 (21 mm de comprimento x 4,5 mm de largura x 1,2 mm de espessura) e 96 barras para mini-flexão de RelyX U200 (3M, Alemanha) e RelyX ARC (3M, Alemanha), divididos de acordo com a cerâmica de proteção. Metade das amostras de Y-TZP e 64 amostras dos cimentos foram irradiadas com gama ^{60}Co , em etapa única de 70 Gy. Foi realizado o teste de resistência à flexão em máquina de ensaio universal (1 mm/min, 1000 kg) e para o teste de mini-flexão (0,5 mm/min e 50 kg) e para alteração de cor das Y-TZP foi utilizado o sistema CieLab com o uso do Easyshade Compact® (Vita Zahnfabrik, Alemanha). Os dados de resistência (MPa) e os dados da cor foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey, ambos com $\alpha=0,05$. Parte das amostras de Y-TZP ($n=3$) foram submetidas à difração de raio-X (DRX) para quantificação das fases cristalinas e à microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise da topografia superficial, enquanto uma amostra de cada grupo de cimentos foi submetido à análise de infravermelho (FTIR). A cerâmica ($p=0,00$), o tipo de lavagem ($p=0,02$) e a radiação

($p=0,01$) mostraram-se significantes, assim como as interações. Para resistência à flexão de 4 pontos, observou o maior valor para a YZ com lavagem em álcool isopropílico com exposição à radiação ionizante ($1200,7 \pm 166,2$ MPa). Para coloração, os parâmetros: cerâmica ($p = 0,00$) e lavagem ($p = 0,00$), assim como a interação cerâmica e lavagem ($p = 0,00$) influenciaram significativamente o ΔE , ΔL , Δa e Δb . Para a coloração, o maior valor é YZ com lavagem em água no ΔE ($12,88 \pm 0,90$) e o ΔL ($-12,63 \pm 0,92$); para o Δa , o maior valor foi para a cerâmica Cercon com a lavagem em água destilada ($-17,01 \pm 0,50$) e para Δb foi para YZ com lavagem em álcool ($4,866 \pm 2,30$). Os parâmetros cimento ($p = 0,00$) e a interação cimento e radiação ($p = 0,002$) mostraram-se significativos para a resistência do material. O cimento RelyX ARC apresentou os maiores valores ($142,54 \pm 23,45$ MPa). Conclui-se que o método de limpeza associação de álcool e água seguido de queima limpeza apresentaram maiores valores de resistência à flexão após a exposição à radiação ionizante para a cerâmica Cercon assim como os menores valores de variação de cor para as cerâmicas Cercon e Vita YZ. A radiação ionizante não gerou transformação de fase martensítica nas cerâmicas Y-TZP, e também não afetou a resistência à flexão e não gerou novas ligações químicas nos cimentos resinosos.

Palavras-chave: Zircônio. Difração de raios X. Resistência de materiais. Radiação. Cimentos de resina. Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier.

Silva PNF. Effect of ionizing radiation, simulating radiotherapy, on properties of Y-TZP ceramics and resin cements. [Dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

ABSTRACT

The aim of this study were to evaluate the effect of different types of washes and exposure to ionizing radiation (gamma rays), used in cancer treatments, the flexural strength of 4 points, crystalline phase transformation and color change of the polycrystalline ceramic Y-TZP; and the influence of gamma radiation on resistance to bending mini-resin cements protected with Y-TZP. 114 bars stabilized zirconia were made partially yttria - Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, USA) and InCeram in 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Germany) according to ISO 6872 (21 mm long x 4.5 mm wide x 1 2 mm thick) and 96 bars to mini-bending U200 RelyX (3M, Germany) and RelyX ARC (3M, Germany), divided according to the protective ceramic. Half of the samples Y-TZP and 64 samples of the cements were irradiated with ^{60}Co gamma, in a single step of 70 Gy. Was held the flexural strength test in a universal testing machine (1 mm / min 1000 kg) and the mini-bending test (0,5 mm / min and 50 kg) and color change of the Y-TZP was used CIELAB system using the Compact® Easyshade (Vita Zahnfabrik, Germany). The strength data (MPa) and color data were submitted to the ANOVA and Tukey's test, both with $\alpha = 0.05$. Part of the Y-TZP samples ($n = 3$) underwent-ray diffraction (XRD) for quantification of crystalline phases and scanning electron microscopy (SEM) to analysis of surface topography, while a sample from each group cement was subjected to infrared analysis (FTIR). The ceramic ($p = 0.00$), the type of wash ($p = 0.02$) and radiation ($p = 0.01$) and showed significant up, as well as interactions. For flexural strength of 4 points observed the largest value for the YZ washing with isopropyl alcohol and exposure to ionizing radiation

(1200.7 ± 166.2 MPa). For staining, the ceramic parameters ($p = 0.00$) and wash ($p = 0.00$), as well as ceramics and washing interaction ($p = 0.00$) significantly influenced ΔE , ΔL , Δa and Δb . For staining the largest value is YZ washing with water the ΔE ($12, 88 \pm 0,90$) and ΔL (-12.63 ± 0.92); for the Δa , the highest value was for Cercon ceramic with washing in distilled water (-17.01 ± 0.50) and Δb YZ was to wash with alcohol (4.866 ± 2.30). The concrete parameters ($p = 0.00$) and cement and radiation interaction ($p = 0.002$) were significant to the strength of the material. Cement RelyX ARC showed the highest values (142.54 ± 23.45 MPa). It is concluded that the association cleaning method alcohol and water followed by burning cleaning showed higher values of resistance to bending after exposure to ionizing radiation for Cercon ceramic as well as the smaller color variation values for Cercon and Vita YZ ceramic. Ionizing radiation did not cause transformation of martensitic phase in the Y-TZP ceramics, and did not affect the flexural strength and generated no new chemical bonds in the resin cements.

Keywords: Zirconium. X-Ray Diffraction. Material resistance. Radiation. Resin cements. Spectroscopy Fourier Transform infrared.

1 INTRODUÇÃO

Na atualidade, pode-se observar que a incidência de tumores malignos localizados na cavidade oral aumentou consideravelmente, bem como a mortalidade associada à patologia. Aproximadamente cerca de 263.000 novos casos surgem a cada ano no mundo (Ferlay et al., 2010). Estima-se que no Brasil, de acordo com o Instituto Nacional do Câncer (INCA), em 2008, cerca de 15.290 novos casos sejam relatados, sendo 11.280 em homens e 4.010 em mulheres relacionados ao câncer bucal. Índices evidenciam que este é o quarto tipo de neoplasia maligna mais frequente nas regiões Sudeste e Nordeste para homens. Assim, para o aumento da expectativa e a melhoria da qualidade de vida destes indivíduos, têm sido realizadas as seguintes formas de tratamentos: cirurgia, radioterapia e quimioterapia (Barrios et al., 2013).

No tratamento por radioterapia, utiliza-se um equipamento denominado acelerador clínico de elétrons, que age sobre o DNA nuclear, causando morte celular ou dificuldade de multiplicação. Este tipo de procedimento pode ter ação: direta, quando interfere clivando o DNA; e indireta, quando há dissociação da água em íons (H^+ e OH^-) e este íon OH^- reage com as bases nitrogenadas do DNA, interferindo, também, na multiplicação celular (Caldas, 1970). A terapia com radiação ionizante pode ser aplicada de

duas formas distintas: a teleterapia, que é externa e emprega um equipamento emissor de Raios-X com fontes de Rádio 226 ou radiação gama com fontes de Cobalto-60; e a braquiterapia, que é a implantação de sementes radioativas (INCA, 2008).

Verificou-se que os pacientes submetidos à radioterapia apresentam vulnerabilidade para a desmineralização dentária, maior risco a cáries de radiação e xerostomia (Epstein et al., 2012a,b; Jawad et al., 2015). Estes pacientes podem ou já apresentaram necessidades de intervenções odontológicas, como a necessidade de reabilitações orais com coroas protéticas para melhoria da qualidade de vida e, também, da autoestima (Jawad et al., 2015). No tratamento deste grupo de pacientes com reabilitações protéticas, indica-se o uso de coroas *inlays* e *onlays*, devido à diminuição do fluxo salivar (Beech et al., 2014).

As coroas protéticas, atualmente na odontologia, podem ser metálicas, metalo-cerâmicas, metalo-plásticas ou totalmente cerâmicas. Devido à busca pela estética, os sistemas totalmente cerâmicos têm sido priorizados, pois mimetizam a coloração dental, apresentam propriedades ópticas favoráveis e diminuição dos índices de escurecimento pela exposição do halo das coroas (Denry et al., 2010).

Além dos sistemas totalmente cerâmicos apresentarem propriedades ópticas adequadas, as cerâmicas apresentam a capacidade de minimizar o espalhamento da irradiação ionizante, resultante do tratamento radioterápico, quando comparada aos sistemas que apresentam metal em sua composição. Desta forma,

diminui a incidência de mucosite, proveniente da reflexão da radiação ionizante. Sendo assim, os sistemas cerâmicos são indicados para este grupo de pacientes (Chin et al., 2009).

As restaurações totalmente cerâmicas, inicialmente, eram compostas por cerâmicas feldspáticas que apresentavam coloração e caracterização próxima ao dente humano; mas, devido a sua alta composição vítrea, seu uso foi restrito apenas para áreas de baixa aplicação de cargas mecânicas. Com isto, desenvolveram-se: as cerâmicas reforçadas por leucita, as cerâmicas de dissilicato de lítio e as cerâmicas policristalinas de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) (Raigrodski, 2004; Conrad et al., 2007; Guess et al., 2011; Li et al., 2014).

A Y-TZP é indicada para infraestruturas e coroas de próteses fixas dentárias devido às suas propriedades, tais como: estabilidade dimensional, alta resistência mecânica e tenacidade à fratura, biocompatibilidade, módulo de Young próximo das ligas de aço inoxidável e opacidade (Spear, Holloway, 2008; Piconi, Maccauro, 1999; Ebeid et al., 2014).

Para o uso desta cerâmica, estudos laboratoriais indicam uma limpeza prévia à sinterização, a qual pode ser realizada em banho ultrassônico com álcool isopropílico (Ardlin, 2002; Arata et al., 2014; Cotes et al., 2014; Kirmali et al., 2015; Otani et al., 2015) ou água destilada (Shin et al., 2014; Abi-Rached et al., 2015).

A zircônia é um material cristalino e polimórfico, encontrado em três formas cristalográficas principais: monoclinica [M], cúbica [C] e tetragonal [T]. A fase monoclinica é estável até a

temperatura de 1170°C, e nesta fase apresenta uma menor tenacidade e resistência à fratura, sendo assim desfavorável a utilização em próteses fixas que sofrem forças mastigatórias. Acima de 2370°C, há uma transformação de tetragonal para cúbica, e no intervalo entre 1170°C a 2370°C apresenta-se a mudança de monoclinica para a fase tetragonal, a qual apresenta maior resistência à fratura. Para estabilização da zircônia em sua fase tetragonal em temperatura ambiente, inserem-se óxidos como os de ítrio, cálcio e magnésio (Piconi, Maccauro, 1999; Chevalier et al., 2009). Esta transformação está intimamente relacionada a diversos fatores, entre eles: baixa concentração de ítria, dimensão e orientação dos grãos na superfície, presença de umidade, baixa temperatura e tensões residuais (Chevalier, 2006; Chevalier et al., 2009). A inibição da fratura ocorre da seguinte forma: há uma transformação da forma tetragonal para a forma monoclinica, sendo o aumento de volume proporcional a esta transformação. A fase monoclinica apresenta os grãos maiores, o que dificulta a propagação da fratura (Chevalier et al., 2009; Traini et al., 2014).

A transformação de fase de tetragonal para monoclinica está relacionada a vários fatores, como: envelhecimento (Arata et al., 2014), presença de água, jateamentos com partículas revestidas por óxido de sílica (Egilmez et al., 2014), assim como por radiação ionizante (Meldrum et al., 2003).

Uma consequência já relatada na literatura, quando este material é exposto à radiação ionizante, é a mudança de coloração da Y-TZP de branco opaco para tons de roxo e cinza

(Dietrich et al., 1996).

Além da exposição à radiação ionizante, sabe-se que há outros fatores que influenciam a coloração das restaurações de Y-TZP com cerâmica vítrea: micro-estrutura cristalina (porosidades internas) das cerâmicas envolvidas (Heffernan et al., 2002), a diferença na concentração de zircônia (87% a 95%), de ítria (4% a 6%) e a presença de alguns pigmentos (Luo, Zhang, 2010).

Os fenômenos relacionados a cor são complexos, devido a sua explicação transcender apenas uma área do conhecimento e associar outras, como: física - considerada a luz; química - o uso dos corantes; fisiológico - olho humano e psicológico - cérebro. Este tal fenômeno complexo se origina de uma fonte de luz, que pode ser esta natural ou artificial com comprimento de onda dentro do espectro visível situado entre 380 e 750 nanômetros (Saleski, 1972).

A alteração de cor pode ser mensurada de forma subjetiva, somente pela análise visual humana a olho nu. Contudo, este tipo de análise tem sido considerada altamente pessoal e pouco confiável, pois esta técnica sofre consequência de outras variáveis como: condição de luz, experiência do profissional, idade e fadiga do olho (Joiner, 2004) e gênero (Haddad et al., 2009). Então, desenvolveram-se aparelhos de mensuração: os espectrofotômetros e os colorímetros adaptados em fibras ópticas. Os espectrofotômetros apresentam sensibilidade e precisão maiores do que o olho humano, assim como a facilidade do uso (Bahannan, 2014; Gomez-Polo et al., 2014).

Estudos laboratoriais indicam a cimentação de próteses de Y-TZP com cimentos resinosos (da Silva et al., 2014; Shin et al., 2014). Estes cimentos são resinas compostas fluidas de baixa viscosidade e menor peso molecular (Anusavice, 2005) e podem ser classificados de acordo com a ISO 4049, que atribui classes de acordo com o tipo de polimerização, sendo eles: classe I (quimicamente ativados), classe II (fotoativados) e classe III (ativação dupla).

Os cimentos de cura dual são classificados em convencionais ou autoadesivos. Os cimentos convencionais são utilizados com a associação de um pré-tratamento dentinário (condicionamento ácido, aplicação do primer e adesivo) (Hikita et al., 2007; Viotti et al., 2009). Já os cimentos autoadesivos dispensam este pré-tratamento da dentina, pois a sua matriz orgânica é composta por monômeros ácidos multifuncionais de metacrilato com grupos de ácidos carboxílicos (Hikita et al., 2007; Ferracane et al., 2011). Estes grupos carboxílicos (CO-OH) na composição dos cimentos podem ser clivados com energia ionizante devido ao tratamento oncológico. Com isto, estudos apresentam dados contraditórios quanto aos efeitos deletérios da radiação ionizante em restaurações adesivas (Curtis et al., 1991; Catelan et al., 2008; Biscaro et al., 2009).

Devido à pouca informação na literatura sobre o comportamento tanto das cerâmicas de Y-TZP como dos cimentos resinosos expostos à radiação ionizante, este estudo foi realizado com intuito de prever a reação destes materiais odontológicos, simulando um tratamento total radioterápico de 70 Gy.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Baseando-se no tema estudado, realizou-se uma revisão de literatura buscando informações e esclarecimentos. Para melhor compreensão, a revisão de literatura foi dividida em tópicos de acordo com cada subtema.

2.1 Conceitos de radiação ionizante

As radiações podem ser classificadas fisicamente como: corpusculares - possuem massa com elétrons, nêutrons e prótons; e eletromagnéticas - possuem ondas eletromagnéticas de diferentes comprimentos e a mesma velocidade (luz). Biologicamente, podem ser classificadas como não-ionizantes e ionizantes (Segreto, 2000; INCA, 2008).

A radiação ionizante é uma onda eletromagnética, constituída de campos elétricos e magnéticos oscilantes, capaz de retirar um elétron de um átomo (Okuno,2013).

Os raios gama são ondas eletromagnéticas que apresentam energia suficiente para ionizar um átomo, pois os fótons presentes nos raios injetam elétrons numa única interação com os

átomos capazes de ionizá-los (INCA, 2008;Okuno, 2013).

Esta radiação ionizante é utilizada para terapia de tratamentos oncológicos, apresentando avanços nos últimos anos com o desenvolvimento da radioterapia de intensidade modulada e a irradiação por elétrons, prótons ou íons leves (Dawson et al., 2000; Dawson, Sharpe, 2006).

A radioterapia pode ser dividida em: teleterapia e braquiterapia (INCA, 2008).

A teleterapia é um tratamento realizado com a fonte emissora de feixes de Radiação-Gama a 1 metro de distância do receptor radioativo, e para esta terapia utiliza-se uma fonte de radiação que emite fótons de forma contínua com energia de 1,17 MeV e 1,33 MeV de Cobalto-60 (INCA, 2008).

As consequências dessa irradiação no corpo humano são estudadas pela radiobiologia, que é a ciência que estuda os efeitos das radiações ionizantes na sua gênese até o efeito final, seja a destruição do tumor ou as lesões indesejáveis nos tecidos normais (Travis, 1998). Este mecanismo de interação pode ser de duas formas: direto quando a radiação interage diretamente com as moléculas, podendo provocar alterações no DNA, nas membranas, nas proteínas e lipídeos; e o indireto quando há radiólise da água (H^{\cdot} e OH^{\cdot}), formando radicais livres instáveis que tendem a associar-se a outros átomos, formando as combinações: H, H_2O , OH, H_2O_2 e HO_2 . Entre elas, apenas a combinação H (hidrogênio) não é um agente oxidante, destacando-se o composto H_2O_2 (peróxido de hidrogênio, água oxigenada) que é altamente tóxico às células (Scaff, 1997; Okuno,

2013).

A interação entre as radiações ionizantes com as células depende da energia absorvida pelas moléculas. Os efeitos biológicos dessa interação estão relacionados à dose, taxa de dose, transferência linear de energia (LET), fracionamento e radiosensibilidade celular (Segreto, 2000; INCA, 2008).

A dose escolhida para o tratamento depende da radiosensibilidade celular, transferência linear de energia (LET), profundidade. A dose total absorvida, por exemplo, de um tratamento de neoplasias malignas de glândulas parótidas é por volta de 70 Gy, e normalmente essa totalidade é fracionada em doses menores (Eisbruch et al., 1998; Dawson et al., 2000; Moran et al., 2005). As células neoplásicas podem ser destruídas se a dose absorvida for suficiente, mas o fator limitante é a taxa de dose absorvida que o tecido normal adjacente pode tolerar (Huber, Terezhalmly, 2003; Ainsbury et al., 2011).

A Comissão Internacional de Unidades e Medidas Radiológicas em 1975 estabeleceu os cálculos e nomenclaturas dos conceitos radioterápicos. Os conceitos e nomes expostos abaixo são citados para facilitar a compreensão do estudo realizado: exposição é a soma de todas as cargas elétricas e todos os íons quando todos os elétrons liberados pelos fótons em um elemento de volume de ar e de massa são completamente absorvidos. Dose absorvida é a relação entre a energia cedida pelos elétrons ao meio em um volume de massa, em J/Kg, ou seja, em Gy (Gray); e a taxa de dose é o quociente da dose absorvida no intervalo de tempo, $100 \text{ Rad} = 1 \text{ Gy}$

(Scaff, 1997).

2.2 Influência da radiação ionizante em amostras de Y-TZP

As cerâmicas em geral apresentam a característica de minimizar o espalhamento da irradiação quando comparadas às restaurações metálicas (Chin et al., 2009). Para melhor entendimento e explanação desse tópico, foi dividido em subtópicos expostos a seguir:

2.2.1 Y-TZP e tipos de lavagens

Antes da sinterização, a Y-TZP necessita de limpeza, na qual há duas formas expressas: realizada com álcool isopropílico ou destilada em banho ultrassônico.

Em 2014 Shin et al., avaliaram o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência de união de cerâmicas Y-TZP (LAVA, 3M ESPE, St. Paul, MN) e dois tipos de cimento resinoso contendo 10 Metacriloiloxidecil de di-hidrogeno fosfato (MDP). Após a confecção das amostras de Y-TZP, os resíduos decorrentes do corte e polimento, foram removidos em banho ultrassônico em água destilada por 3 minutos antes da sinterização.

O uso da água para a remoção das impurezas causadas pelo preparo das amostras de Y-TZP também foi utilizado por Abi-Rached e colaboradores, em 2015, alterando apenas o uso do banho ultrassônico por limpeza em água corrente.

Embora o uso da água como forma de remoção de debris resultantes da confecção das amostras seja consagrado na literatura, alguns autores utilizam banho ultrassônico com álcool isopropílico em seus estudos (Ardlin, 2002; Arata et al., 2014; Cotes et al., 2014; Kirmali et al., 2015; Otani et al., 2015).

2.2.2 Y-TZP: características ópticas e radiação ionizante

A incidência do fenômeno óptico cor é explicada de acordo com Joiner em 2004, pela influência dos fatores: fonte de luz, objeto e o observador. Sendo a fonte de luz é uma energia emissora de vários comprimentos de onda assim descrita pela quantidade relativa de energia para cada comprimento de onda no espectro visível. E essa energia, chamada luz, apresenta-se em forma de radiação ou energia eletromagnética que, para ser visível ao olho humano, necessita apresentar o espectro entre 360 nm e 760 nm (Myashita, 2004).

A cor basicamente é descrita pelo modelo proposto por Munsell em três dimensões: a matiz, o valor (luminosidade) e o croma (saturação), no qual, a matiz é a cor básica de um objeto, ou

seja, a possibilidade de distinguir a diferença entre as famílias de cor, por exemplo, os vermelhos dos azuis ou dos verdes; o valor (luminosidade) indica claridade de uma cor: mais baixo, o valor (-brilho) refere-se a cores escuras, próximas ao preto, enquanto mais altos (+ brilho) referem-se a cores mais claras próximas ao branco; o croma (saturação) por sua vez, refere-se à saturação da cor, descreve a intensidade ou vividez da cor (Sproull, 1973; Derbabian et al., 2001; Lee et al. 2014; Gomez-Polo et al., 2015).

Para mensurar essas dimensões em 1976, a CIE (Comission International l'Eclairage) descreveu um sistema que tem como objetivo expressar numericamente a cor e estabeleceu um modelo tridimensional de cor - o CIE $L^*a^*b^*$ (ABNT, 2004), no qual, baseia-se na teoria de percepção de cor a partir de três diferentes receptores (de cor) nos olhos (vermelho, verde e azul). No modelo tridimensional, existem três eixos, o L^* , o a^* e o b^* . O valor de L^* é a medida de luminosidade e é quantificado numa escala que o preto tem um valor igual a zero, enquanto que o branco tem um valor igual a 100. O eixo a^* é do avermelhado que é dado em valor positivo ao esverdeado que é dado em valor negativo, variando respectivamente de +120 a -120. O eixo b^* é do amarelado sendo positivo ao azulado sendo valor negativo, variando respectivamente de +120 a -120 (Joiner, 2004). Embora o ΔE^* quantifica a diferença de cor total, esta fórmula não aponta em qual eixo espacial ocorreu a variação e a direção (eixo-luminoso, vermelho-verde, azul-amarelo) (Chu, 2002). Esse sistema CIE $L^*a^*b^*$ é muito utilizado para mensurar diferenças de cores (Alghazzawi et al., 2012; Della Bona et al., 2014; Ebeid et

al., 2014).

A literatura apresenta vários métodos para avaliação de alteração de cor. Há métodos subjetivos que utilizam a avaliação visual humana e métodos objetivos que utilizam imagens fotográficas assim como espectrofotômetros e colorímetros. O uso de espectrofotômetros está difundido no meio da pesquisa sobre mensuração de cor (Paravina, 2009; Bahannan, 2014; Della Bona et al., 2014; Ebeid et al., 2014; Gomez-Polo et al., 2014; Kurtulmus-Yilmaz, Ulusoy, 2014; Lee et al., 2014). Os espectrofotômetros apresentam maior confiabilidade e previsibilidade de resultados, pois é um método objetivo e não apresenta as concepções adquiridas e aprendidas do observador (Bahannan, 2014). Assim como o sexo interfere na escolha de cor, pessoas do sexo feminino apresentam melhores índices de acertos do que homens (Haddad et al., 2009). De acordo com Gómez-Polo e colaboradores em 2014, concluiu que não há concordância entre os resultados dos eixos do valor (luminosidade) e croma (saturação) entre os avaliadores e os espectrofotômetros. Estudos têm utilizado espectrofotômetros para mensurar alteração de cor em cerâmicas (Alghazzawi et al., 2012; Akar et al., 2014; Turgut et al., 2014).

Embora Analoui et al., em 2004, destacou que a visão humana consegue perceber alterações do ΔE de valor igual a 1 em condições ambientais controladas e enquanto em condições clínicas percebe mudança de coloração de ΔE acima de 3,7, Razzoog e colaboradores, em 1994, utilizaram do Sistema National Bureau of Standards (NBS) que correlaciona os valores do ΔE com a situação

clínica por meio de uma equação e as classificam de acordo com a quantidade de variação de cor em unidades NBS em: imperceptível (0-0,5), leve (0,5-1,5), perceptível (1,5-3,0), significativa (3,0-6,0), acentuada (6,0-12,0) e muito acentuada (acima de 12,0).

A alteração de cor é um dos assuntos pesquisados para próteses livres de metal. Com isso, têm sido realizados estudos laboratoriais (Akar et al., 2014; Turgut et al., 2014). Há vários motivos para essa alteração de cor, como tratamento de superfície (Akar et al., 2014) e radiação ionizante (Elbatal et al., 2010).

Dietrich e colaboradores, em 1996, estudaram a alteração de cor na Y-TZP (ZIOLOX®). A cerâmica à base de zircônia era utilizada para fazer as próteses ortopédicas de cabeças de fêmur, no qual esta cerâmica apresentava as seguintes características: módulo elástico de 210 GPa, dureza 1250, tamanho de grão $<0,5 \mu\text{m}$. Estas próteses de cabeças de fêmur foram expostas à radiação gama com fonte de ^{60}Co de dose mínima de 25kGy e observaram a alteração da cor clássica para tons roxo-acinzentado. Como esta transformação instável ao meio escuro dentre 2 meses, os corpos de prova mudaram de cor para marrom-amarelado que é estável. Os autores concluíram que, embora a exposição à radiação ionizante não influencie as propriedades químicas e físicas do material, há uma alteração de cor induzida pela radiação gama que é causada por duas transições eletrônicas nos defeitos locais na rede cristalina: defeito instável intrínseco relacionado a uma associação de um íon oxigênio próximo ao íon ítrio; e outro um defeito estável extrínseco de absorção óptica a 3.2eV (395 nm). Essa mudança também ocorre na

exposição aos nêutrons das cerâmicas à base de zircônia (Savoini et al., 2000), contrapondo que, em condições normais, a cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria apresenta coloração opaca e esbranquiçada (Spear, Holloway, 2008).

Um dos métodos para mensurar a ionização de alguns materiais como a zircônia e outros materiais cerâmicos odontológicos é a luminescência opticamente estimulada (OSL). Este método observa que alguns elétrons que foram ionizados mudaram a camada de valência na estrutura cristalina. Com isto, o lugar onde os elétrons deveriam estar forma uma imperfeição ou armadilha de elétrons e, com o estímulo da luz, o elétron pode voltar para sua camada de valência originária e esta recombinação radioativa irá emitir luz (Bailiff et al., 2002). Assim, Veronese et al, em 2010, observaram que as cerâmicas à base de zircônia mostraram uma menor sensibilidade à radiação ionizante do que os outros tipos de amostras cerâmicas, como as feldspáticas e aluminizadas.

2.2.3Y-TZP: transformação de fase cristalina e propriedades mecânicas e radiação ionizante

No início da fratura na Y-TZP, os grãos de zircônia da fase tetragonal mudam para a fase monoclinica, que possui maior volume, o que dificulta a propagação da trinca. Assim, o campo de tensão da expansão, devido à transformação de fase, atua em

oposição ao campo de tensão que promove a propagação da trinca (Manicone et al., 2007; Kim et al., 2010).

O processo de transformação tetragonal para monoclínica cria uma superfície rugosa (Chevalier, 1999), de onde grãos são destacados e associados à formação de microtrincas (Lilley, 1990), e decréscimo do desempenho mecânico (Grant et al., 2001). Essa transformação pode ser causada pela baixa temperatura, fluidos corpóreos, fadiga cíclica (Denry, Kelly, 2008) e jateamento (Tholey et al., 2009; Egilmez et al., 2014).

Simeone et al., em 2000, observaram em seu estudo que o pó de óxido de zircônia (ZrO_2), compactado em formato de discos com dimensões de 12 mm de diâmetro x 1 mm de espessura, de densidade $5,83 \text{ g/cm}^3$, ao ser irradiada 340 keV de Xenônio (Xe), apresentou transformação de fase monoclínica para tetragonal e cúbica, assim como Sicakafus et al., em 1999, relatou em seu estudo o mesmo achado.

Em contrapartida, Meldrum et al., em 2003, observou a mudança de fase do óxido de zircônia tetragonal para a forma amorfa (monoclínica) utilizando com 280 keV Ne^+ , um íon de luz que produz cascatas energéticas menores. Assim também ocorre quando há exposição do mesmo material em temperatura ambiente 1.0 MeV de íons de Xenônio (Xe^{2+}) (Meldrum et al., 2002).

Thomé e colaboradores, em 2007, observaram que os defeitos e a transformação de fase cristalina da Y-TZP, causados pela radiação ionizante de chumbo e em baixa energia, é acumulativa e em estágios, em 2009, Thomé et al, utilizando radiação gama,

observaram que há total mudança para a fase amorfa (monoclínica) nos espécimes com baixa energia (4 MeV Au íons) e em alta energia (940 MeV íons Pb), embora na superfície houve uma distribuição irregular de energia com várias profundidades.

Alguns autores constataram que não há prejuízo das propriedades mecânicas quanto à exposição a radiação ionizante, como: dose mínima de 25kGy (Dietrich et al., 1996), maior que 0,1 MeV (Savoini et al., 2000) e em doses fracionadas com 1 Gy, 0,5 Gy, 0,7 Gy, 1 Gy e 1,2 Gy (Veronese et al., 2010).

2.3 A influência da radiação ionizante em cimentos resinosos

Buscando esclarecimentos sobre o assunto, realizou-se um levantamento bibliográfico e observou-se a escassez de informações da literatura, nas bases de dados procuradas. Assim, este subtema foi dividido em dois tópicos para melhor compreensão.

2.3.1 Cimentos resinosos

Os cimentos resinosos são largamente utilizados para cimentação de restaurações cerâmicas Y-TZP (Silva et al., 2014; Shin et al., 2014), além de serem tão eficazes quanto os cimentos à base de

fosfato de zinco (Behr et al., 2009).

Os cimentos resinosos são resinas compostas fluidas de baixa viscosidade e menor peso molecular (Anusavice, 2005); e podem ser classificados quanto aos padrões de condicionamento ácido e hibridização dentinária, sendo divididos entre convencionais e autoadesivos (Aguar et al., 2013).

Segundo Ferracane et al. (2011), os cimentos resinosos autoadesivos apresentam, diferentemente dos cimentos convencionais, a presença de monômeros ácidos funcionais (monômeros metacrilatos com grupos ácido carboxílicos e grupos ácidos fosfóricos) em sua composição. Os demais monômeros estão presentes em algumas composições tanto nos cimentos autoadesivos como também nos convencionais que são os seguintes: Bis-GMA, oligômeros uretano de Bis-GMA, UDMA (dimetacrilato de uretano), HEMA (hidroxietil metacrilato), entre outros.

Estes cimentos autoadesivos não reagem com a dentina superficial. Apenas interagem com a *smear layer*, enquanto no cimento convencional ocorre a hibridização dentinária com tags resinosos longos nos túbulos dentinários (Vaz et al., 2012).

Os cimentos resinosos também são classificados quanto à reação de polimerização, sendo divididos entre: quimicamente ativados, fotoativados e duais. A polimerização de forma dual ou dupla-cura, primeiramente ativada por luz halógena e, após quimicamente, apresenta melhores propriedades mecânicas e menor solubilidade nas primeiras horas (Tango et al., 2007; Aguar et al., 2015). A polimerização dual é importante para um completo grau

de conversão de polimerização, pois a cimentação adesiva é muito utilizada para fixar restaurações cerâmicas de zircônia (Silva et al., 2014; Shin et al., 2014). Com isto, o aumento da espessura cerâmica como a Y-TZP e a cerâmica feldspática impede a foto-ativação completa assim como as cerâmicas mais escuras, segundo a lei de Beer-Lambert (Ilie, Stawarczyk, 2014; Ilie, Stawarczyk, 2015).

2.3.2 Cimentos resinosos e radiação ionizante

Em 1989, von Fraunhofer e colaboradores estudaram a influência da exposição a diferentes doses de radiação ionizante (2, 5, 10, 20, 50 e 80 Gy) na resistência à tração diametral e microdureza de quatro diferentes resinas (três resinas com tipo de cura fotopolimerizável e uma resina autopolimerizável) e um amalgama dental. Neste estudo, concluíram que a radiação ionizante em forma terapêutica provocou um endurecimento da camada exterior e reduziu a absorção de água e solubilidade nestas resinas fotopolimerizáveis. Entretanto, os autores concluíram também que não houve efeitos deletérios resultantes da irradiação gama nas doses terapêuticas utilizadas nas propriedades mecânicas dos materiais restauradores estudados.

Embora, em 2008, Catelan e colaboradores observaram que a irradiação promove reação de pós cura dos materiais poliméricos e que não houve diferença significativa entre o

controle sem radiação e o pós-radiação quanto à radiopacidade e resistência à flexão, estudos de resistência de união de restaurações em resinas compostas e de pinos de fibra de vidro à estrutura dentária demonstram resultados controversos quando expostos à radiação ionizante (Aggarwal, 2009; Soares et al., 2011; Galetti et al., 2014).

Em 2012, Naves et al. estudaram o efeito da exposição à radiação ionizante gama (60 Gy) na resistência de união do esmalte e dentina humana às restaurações de resina composta confeccionadas antes ou após a radioterapia. Neste estudo, os autores concluíram que a radiação gama teve um efeito deletério na resistência de união do material restaurador ao esmalte e dentina humana quando este procedimento foi realizada após a radioterapia.

Veronese et al., em 2006, observaram que os compósitos resinosos utilizados na odontologia geram taxas de radiação insignificante assim como a estrutura dentária, ou seja, absorvem a radiação.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar o comportamento da cerâmica Y-TZP com diferentes formas de lavagem previamente à sinterização e dos cimentos resinosos de uso odontológico quando expostos à radiação ionizante, simulando uma dose total máxima de um tratamento radioterápico convencional para pacientes oncológicos. Especificamente:

- a) avaliar a alteração de: coloração, resistência à flexão de 4 pontos e mudança martensítica de fase tetragonal para monoclinica da cerâmica Y-TZP sinterizadas, após a exposição à radiação ionizante com diferentes formas de lavagens em cuba ultrassônica com espectrofotômetro EasyShade;
- b) analisar o comportamento dos cimentos resinosos em diferentes formas de exposição (presença ou ausência da Y-TZP) à radiação ionizante quanto a resistência mini-flexão e caracterização microestrutural (FT-IR).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Os materiais utilizados no presente estudo estão listados abaixo no quadro 1 a seguir:

Quadro 1 – Materiais utilizados no presente estudo (Continua)

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FAB.
Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Zircônia estabilizada parcialmente por óxido de ítrio	DENTSPLY Ceramco, EUA
Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes for InLab YZ – 40/15	Zircônia estabilizada parcialmente por óxido de ítrio	Vita Zahnfabrik, Alemanha
Cimento resinoso Dual e autoadesivo RelyX U200	<u>Pasta base:</u> Pó de vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil, 1,1'-[1-hidroximetil]-1,2-ethanodiyl] éster, TEG-DMA, sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila <u>Pasta catalisadora:</u> Pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, 1-benzil-5-fenil-ácido bórico, sais de cálcio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio e dióxido de titânio	3M ESPE, Alemanha

Quadro 1 – Materiais utilizados no presente estudo (Conclusão)

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FAB.
Cimento resinoso Dual e convencional RelyX ARC	<p><u>Pasta A:</u> Cerâmica tratada com silano, TEG-DMA, metacrilato de bisfenol A diglicidil, éter, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcionalizado.</p> <p><u>Pasta B:</u> peróxido de benzoíla, cerâmica tratada com silano, TEG-DMA, metacrilato de bisfenol A diglicidil, éter, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcionalizado</p>	3M ESPE, Alemanha

4.2 -Métodos

4.2.1 Análise da Y-TZP

4.2.1.1 Confeção das amostras de Y-TZP

Blocos de Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) e In Ceram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Alemanha) foram incluídos em resina acrílica para aparelhos ortodônticos (Orto Class, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, Brasil) e cortados com disco diamantado Extec High Concentration (Extec, EUA), sob refrigeração em máquina cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 PrecisionSaw, Buehler, EUA) em barras que tiveram as dimensões padronizadas em 26X5X1,5 ($\pm 0,2$) mm (Figura 1). Obteve-se 54

amostras de cada tipo de cerâmica Y-TZP. As barras foram polidas com lixas d'água nº 1200 para se obter uma superfície plana e as medidas preestabelecidas com auxílio de um paquímetro digital (Starret). As bordas das faces das amostras do lado de tração foram biseladas de acordo com a ISO 6872.

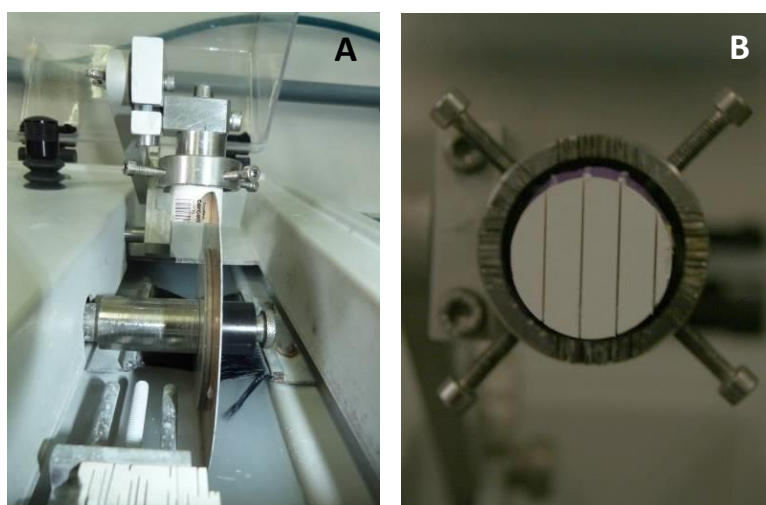


Figura 1 –A e B: bloco montado na cortadeira de precisão incluídos em resina acrílica para aparelhos ortodônticos.

Antes do processo de sinterização no forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick), as amostras passaram por um processo de limpeza de acordo com cada grupo experimental, em cuba ultrassônica com diferentes líquidos e queima de limpeza em forno para calcinação de cerâmicas feldspáticas e silicato de lítio (Vacumat 6000 MP, Vita Zahnfabrick, Bad Säckingen) com temperaturas expostas na figura 2, sendo estas lavagens compreendidas de acordo com o quadro 2.

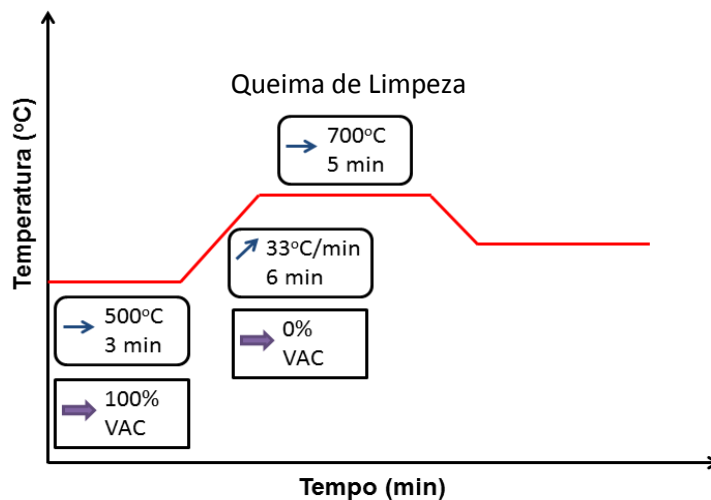


Figura 2 – Esquema do ciclo de Queima de Limpeza VM9 do forno Vacumat 6000 MP, Vita. Zahnfabrik.

Quadro 2 – Grupos experimentais de acordo com o processo de limpeza

LIMPEZA EM CUBA ULTRASSÔNICA			
<i>Nome do grupo</i>	<i>Cerâmica</i>	<i>Líquido</i>	<i>Descrição</i>
YETH₂O	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico Água destilada	480 segundos 480 segundos Queima de limpeza
YH₂O	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Água destilada	2 x de 480 segundos
YET	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico	2 x de 480 segundos
CETH₂O	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico Água destilada	480 segundos 480 segundos Queima de limpeza
CH₂O	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Água destilada	2 x de 480 segundos
CET	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico	2 x de 480 segundos

4.2.1.2 Radiação ionizante das amostras Y-TZP

As amostras (n=10) de cada grupo experimental foram fixadas em placas de poliestireno expandido (Isopor) de tamanho de 19x12x2 (± 2) cm por meio de uma fita adesiva transparente de tamanho padronizado (Durex), sendo irradiados 2 grupos por sessão (Figura 3)

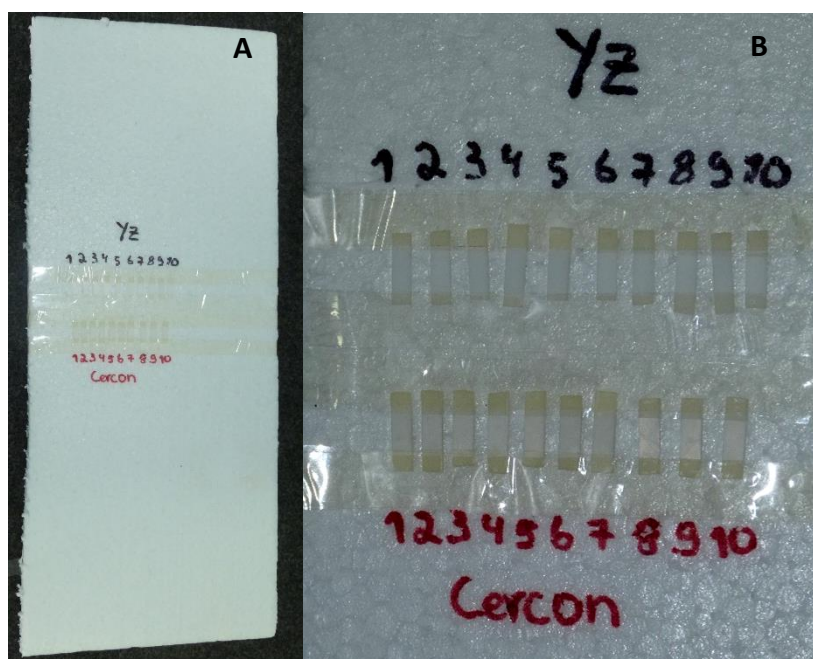


Figura 3 –A e B: barras fixas na placa de poliestireno expandido com fita adesiva transparente para serem irradiadas.

As irradiações das amostras, simulando um tratamento radioterápico de dose máxima de uma lesão neoplásica bucal, foram realizadas no Laboratório de Radiação Ionizante (LRI) pertencente ao

Instituto de Estudos Avançados (IEAv), utilizando um irradiador de teleterapia modelo Eldorado 78 da *Atomic Energy of Canadian Limited*, com uma fonte de radiação gama ^{60}Co , como mostra a figura 4. As irradiações foram realizadas em etapa única, com tempo de exposição total de cerca de 13,61 horas na taxa de dose de 37,79 Rad/h em uma distância da fonte aos espécimes de 0,9 metro, resultando em uma dose acumulada de 7000 Rad (7 krad = 70 Gy).



Figura 4 –Irradiador de teleterapia modelo Eldorado 78 com fonte de radiação gama ^{60}Co do Laboratório de Radiação Ionizante (LRI) pertencente ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv).

4.2.1.3 Análise de alteração de cor

Antes e após à exposição das amostras à irradiação Gama com irradiador de teleterapia, foi mensurada a cor com um espectrofotômetro intra-oral VITA EasyShade (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen) que é um equipamento sem fio, portátil, pequeno e com bateria carregável com ponta ativa de 6 mm de diâmetro que mede os comprimentos de ondas por reflectância mensurando o espectro de luz de cerâmicas, dentes naturais e materiais restauradores (Figura 5). Este instrumento apresenta a capacidade de leitura baseado na escala Vita Classical bem como na escala Vita System 3-D Master. Além de avaliar os parâmetros de valor (L^*), saturação (C^*) e croma (h^*), o espectrofotômetro é capaz de decodificar as coordenadas para o sistema CIELAB (Comission International l'Eclairage).

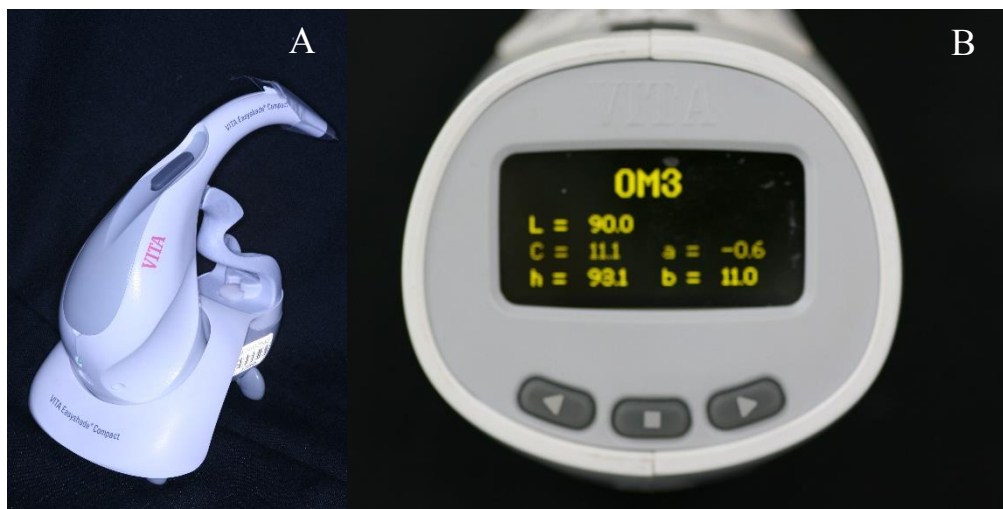


Figura 5 – A) espectrofotômetro intra-oral Vita EasyShade em sua base; B) informações visualizadas no espectrofotômetro Vita EasyShade.

O sistema CIELAB é amplamente utilizado em pesquisas de propriedades ópticas. Este sistema consiste em parâmetros nos quais o L^* significa luminosidade que o 100 refere-se ao branco e o 0 refere-se ao preto. Assim como as variáveis de cromaticidade nos quais o parâmetro a^* refere-se ao eixo verde-vermelho, valores negativos a^* significam a cor verde e valores positivos a^* significam a cor vermelha; enquanto o parâmetro b^* refere-se ao eixo azul-amarelo, valores negativos b^* significam cor azul e valores positivos b^* significam amarelo.

Após 1 hora do término da exposição da dose total de radiação Gama de 70 Gy, ou 7000 Rad, em ambiente com luz calibrada e direcionador de luz (Figura 6) foram mensuradas 5 áreas diferentes em cada amostra cerâmica à base de zircônia, de acordo com o desenho esquemático da figura 7.

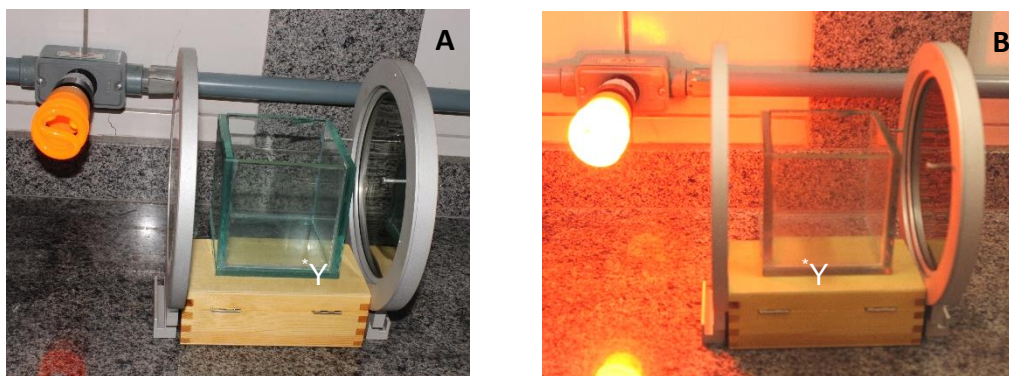


Figura 6 – A e B) ambiente de leituras das amostras, onde Y* é o local onde a amostra ficava para a leitura.

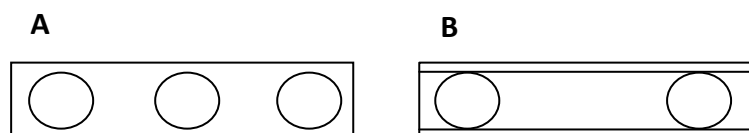


Figura 7 – Esquema da localização das mensurações da cor: a) face da barra onde houve exposição à radiação Gama; b) face da barra, a qual estava em íntimo contato com a placa de poliestireno expandido.

Para o cálculo da mensuração de cor, foi utilizado o sistema CIELAB (Comissão International l'Eclairage) pelas médias das mensurações das amostras, que apresentam a fórmula descrita abaixo:

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

Onde: $\Delta L^* = L^*$ (pós-irradiação Gama) – L^* (baseline)

$\Delta a^* = a^*$ (pós-irradiação Gama) – a^* (baseline)

$\Delta b^* = b^*$ (pós irradiação Gama) – b^* (baseline)

Para correlacioná-lo com a situação clínica foi utilizado o Sistema National Bureau of Standards (NBS) que

correlaciona os valores do ΔE com a situação clínica por meio de uma equação:

$$\text{NBS units} = \Delta E \times 0,92$$

$$\text{Onde: } \Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

4.2.1.4 Teste de Resistência à flexão de 4 pontos

Após a exposição à radiação ionizante, as amostras foram submetidas ao teste de resistência à flexão de 4 pontos em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Pinhais/PR, Brasil), à velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1000 Kgf até o momento da fratura da amostra. Para a realização do teste, foi utilizado um dispositivo metálico contendo na base inferior, 2 suportes de 5 mm de diâmetro afastados 16 mm entre si e, na superior, 2 suportes de 5 mm de diâmetro equidistantes 8 mm entre si como demonstra a figura 8.

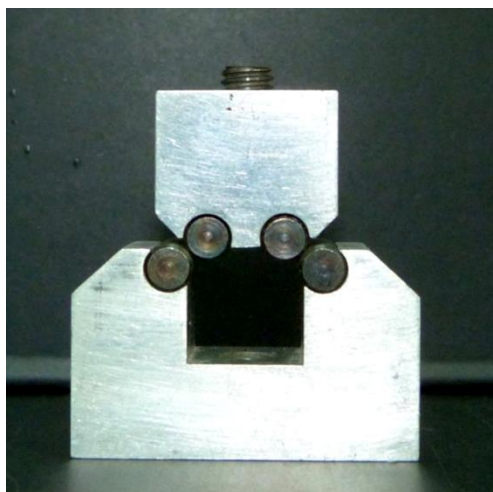


Figura 8 – Dispositivo usado para realizar o teste de resistência à flexão de 4 pontos.

Os grupos de amostras submetidos ao ensaio de resistência à flexão de 4 pontos estão descritos no quadro 3.

Quadro 3 – Grupos experimentais submetidos ao teste de resistência à flexão de 4 pontos (n=9)

Descritiva dos grupos experimentais submetidos ao teste de resistência à flexão			
<i>Nome do grupo</i>	<i>Cerâmica</i>	<i>Líquido</i>	<i>Radiação Ionizante</i>
YETH₂Oγ	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico: 480 segundos Água destilada: 480 segundos Queima de limpeza	Sim
YH₂Oγ	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Água destilada: 2 x de 480 segundos	Sim
YETγ	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico: 2 x de 480 segundos	Sim
CETH₂Oγ	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico: 480 segundos Água destilada: 480 segundos Queima de limpeza	Sim
CH₂Oγ	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Água destilada: 2 x de 480 segundos	Sim
CETγ	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico: 2 x de 480 segundos	Sim
YETH₂O	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico: 480 segundos Água destilada: 480 segundos Queima de limpeza	Não
YH₂O	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Água destilada: 2 x de 480 segundos	Não
YET	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Álcool isopropílico: 2 x de 480 segundos	Não
CETH₂O	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico: 480 segundos Água destilada: 480 segundos Queima de limpeza	Não
CH₂O	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Água destilada: 2 x de 480 segundos	Não
CET	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Álcool isopropílico: 2 x de 480 segundos	Não

Para o cálculo da resistência à flexão de cada amostra, os dados obtidos em Newton, após a fratura, foram submetidos à equação abaixo, de acordo com a ISO 6872.

$$\sigma = \frac{3PL}{4wb^2}$$

Onde: σ é a Força máxima de tensão, em MegaPascal

P é Total de carga necessária para causar a ruptura, em Newton

L é a distância entre os centros dos suportes inferiores, em milímetros

W é a largura da amostra, em milímetros

B é a espessura da amostra, em milímetros.

4.2.1.5 Análise de difratômetro de raio X

Para determinar a porcentagem das possíveis transformações de fase da zircônia (tetragonal para monoclinica) induzida pela irradiação ionizante foi realizada a difratometria de Raios X (Panalytical, modelo X'Pert Powder, Philips Holanda) em 3 amostras de cada grupo antes e após a exposição à irradiação ionizante.

As amostras foram posicionadas com a face que foi irradiada para cima em um dispositivo metálico fixado no compartimento de leitura do difratômetro.

A análise de difração de raio X consiste na irradiação da superfície da cerâmica (aproximadamente $7\mu\text{m}$ em profundidade e uma área de 5 mm de largura por 5 mm de comprimento) com um feixe monocromático de $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$), a uma tensão de 45 kV e 40 mA de corrente no tubo de raios X. Os raios são difratados pela superfície da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto ao do feixe de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou cúbica ou monoclínica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura. O aparecimento dos picos corresponde à ocorrência de interferência construtiva de feixes que foram difratados por diferença de planos. A leitura das diferenças de planos pode ser influenciada pela posição do átomo na estrutura (vertical, horizontal ou inclinado) ou pelo ângulo de incidência dos raios X (eixo $x = 2\theta$). Assim, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas, utilizando a radiação $\text{Cu-K}\alpha$ (varredura entre 5° e 90° , passo angular $0,02^\circ$, velocidade 10 s/ponto de contagem) o que determina a quantidade ou porcentagem de transformação de fase na superfície da cerâmica de Y-TZP.

4.2.1.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Uma amostra dos grupos que foram imersos em álcool isopropílico por 480 segundos em cuba ultrassônica e, posteriormente

em água destilada antes e após a exposição de radiação ionizante (YETH₂O γ , YETH₂O, CETH₂O γ e CETH₂O), foram analisados em microscópio modelo JSM-5310 (JEOL, Tóquio, Japão) para observar a topografia.

4.2.2 Análise dos cimentos resinosos

4.3.2.1 Confeção de mini-barras de mini-flexão

Para a confecção das minibarras para o teste de resistência à mini flexão foram utilizados dois tipos de cimentos de presa dual: autoadesivo (RelyX U200 cor A30, 3M, Alemanha) e convencional (RelyX ARC cor A3, 3M, Alemanha).

Foram confeccionadas 48 mini-barras de 2x2x12 ($\pm 0,02$) mm (Yap, Teoh, 2003) de cada cimento. Os cimentos foram espatulados com uma espátula plástica sobre um bloco de espatulação na proporção de 1:1 durante o tempo de recomendação do fabricante, ou seja, o cimento RelyX ARC foi espatulado durante 10 segundos e o cimento RelyX U200, durante 20 segundos (Figura 9).

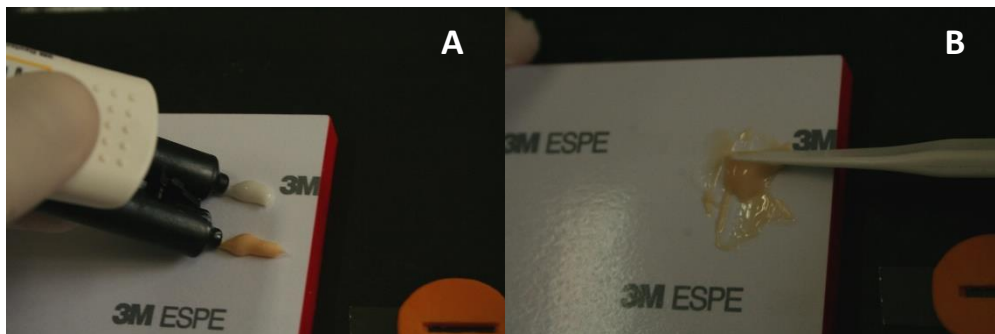


Figura 9 – A) proporção de 1:1 pasta A e pasta B dos cimentos utilizados em clickers; B) espatulação do cimento, de acordo com a instrução do fabricante.

Após a espatulação, obteve-se uma massa homogênea, que foi colocada em uma matriz perfurada de silicone de adição (Elite HD+ Putty Soft Normal Set, Zhermack, Itália) com auxílio de tiras matrizes de poliéster (K+Dent, Quimidrol, Santa Catarina, Brasil) para remoção dos excessos, de acordo com a figura 10.

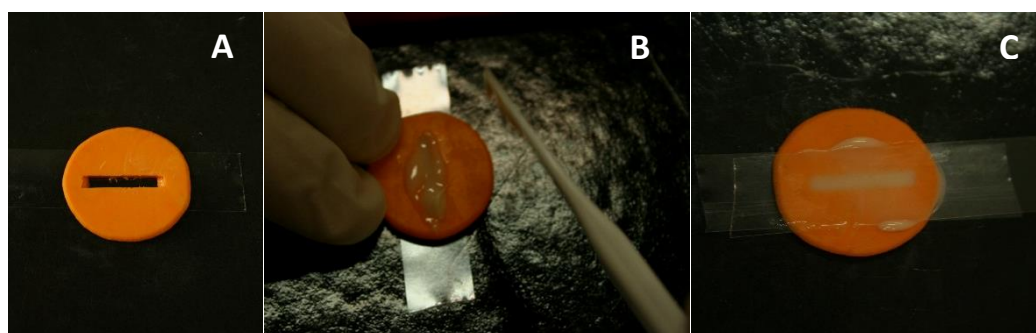


Figura 10– A) matriz de silicone de adição em cima da tira matriz de poliéster; B) acomodação do cimento na matriz de silicone envolta com a tira de poliéster; C) conjunto: tira de poliéster – Matriz de silicone + cimento – tira de poliéster.

Para a ativação dos cimentos por aparelho de fotoativação tipo LED com 1100 mW/cm^2 (Radii Plus, SDI Ltd., Bayswater, Victoria, Austrália), foi colocada acima do conjunto (tira

de poliéster-matriz de silicone + cimento - tira de poliéster) uma barra sinterizada de cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítria Cercon®Zirconia (DENTSPLY Ceramco, EUA) ou In Ceram 2000 YZ cubes (Vita Zahnfabrik, Alemanha). Assim, o cimento RelyX ARC foi fotopolimerizado durante 40 segundos cada face e o cimento RelyX U200, durante 20 segundos cada face (Figura 11).

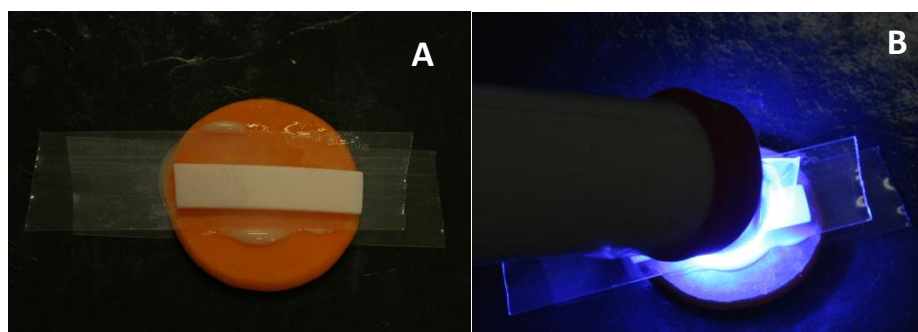


Figura 11– A) conjunto tira de poliéster – matriz de silicone + cimento – tira de poliéster encoberta com a barra de Y-TZP; B) fotoativação do cimento através da cerâmica.

Após a fotoativação, as amostras de RelyX ARC foram removidas imediatamente enquanto as amostras de RelyX U200 aguardaram 6 minutos para serem removidas. As amostras removidas foram polidas e padronizadas com a lixa d'água de 1200 em politriz (EcoMet/AutoMet 250, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA). Os espécimes foram armazenados em água destilada em estufa bacteriológica a 37° C por 7 dias, antes da exposição à radiação ionizante,

4.2.2.2 Radiação ionizante das amostras de cimentos resinosos

As amostras foram armazenadas em estufa bacteriológica (Fanem, São Paulo, Brasil), no escuro a 37°C durante uma semana em água destilada. Após o tempo de armazenagem, os espécimes foram fixados com uma fita adesiva transparente de tamanho padronizado (Durex) em placas de poliestireno expandido (Isopor) de tamanho 19x12x2 (± 2) cm (Figura 12), de acordo com especificação do quadro 4.

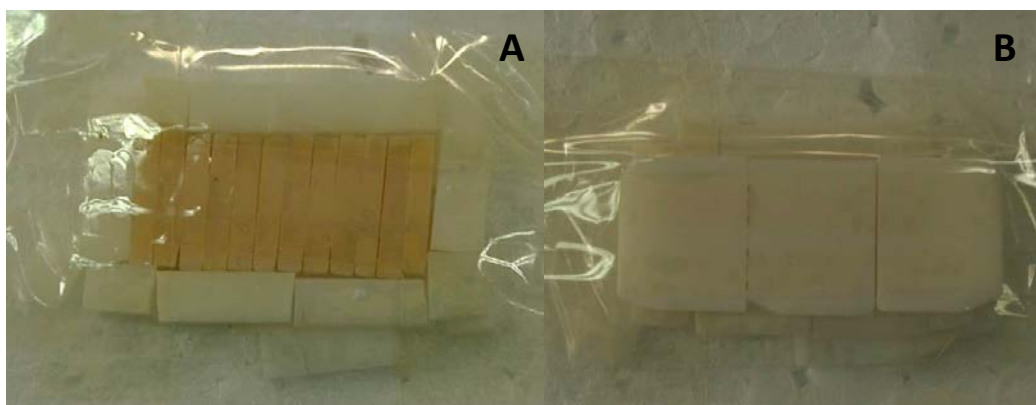


Figura 12– A) cimento resinoso fixado com fita adesiva transparente em placa de poliestireno com proteção de Y-TZP ao redor; B) cimento resinoso envolto com a cerâmica Y-TZP.

Quadro 4 – Grupos experimentais referentes ao comportamento dos cimentos resinosos à exposição à radiação ionizante (n=8)

DESCRITIVA DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS SUBMETIDOS AO TESTE DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO				
<i>Nome do grupo</i>	<i>Cimento Resinoso</i>	<i>Cerâmica (fotoativação e irradiação)</i>	<i>Radiação Ionizante</i>	<i>Proteção de cerâmica</i>
UYZCγ	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Sim	Não
UcerCγ	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Sim	Não
UYZγ	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Sim	Sim
Ucery	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Sim	Sim
UcerC	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Não	–
UYZC	RelyX U200, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Não	–
AYZCγ	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Sim	Não
AcerCγ	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Sim	Não
AYZγ	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Sim	Sim
Acery	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Sim	Sim
AcerC	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica Cercon® Zirconia base 38	Não	–
AYZC	RelyX ARC, 3M Espe, Alemanha	Cerâmica In Ceram 2000 YZ cubes	Não	–

As irradiações ionizantes das amostras de cimentos resinosos simulando um tratamento radioterápico de dose máxima de uma lesão neoplásica bucal foram realizadas igual a análise da Y-TZP no tópico 4.2.1.2, no Laboratório de Radiação Ionizante (LRI) pertencente ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv), utilizou-se um irradiador de teleterapia modelo Eldorado 78 da *Atomic Energy of Canadian Limited*, com uma fonte de radiação gama ^{60}Co , em etapa única, com tempo de exposição total de cerca de 13,61 horas na taxa de dose de 37,79 Rad/h em uma distância da fonte aos espécimes de 0,9 metro, 70 Gy.

4.2.2.3 Teste de Resistência à mini flexão

As amostras foram submetidas ao teste de resistência à mini flexão de 3 pontos em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Pinhais/PR, Brasil), à velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 Kgf até o momento da fratura da amostra. Para a realização do teste foi utilizado um dispositivo metálico contendo, na base inferior, 2 suportes afastados 7 mm entre si e uma ponta aplicadora de acordo com a Figura 13 (Yap, Teoh, 2003; El-Askary, El-Korashy, 2012).

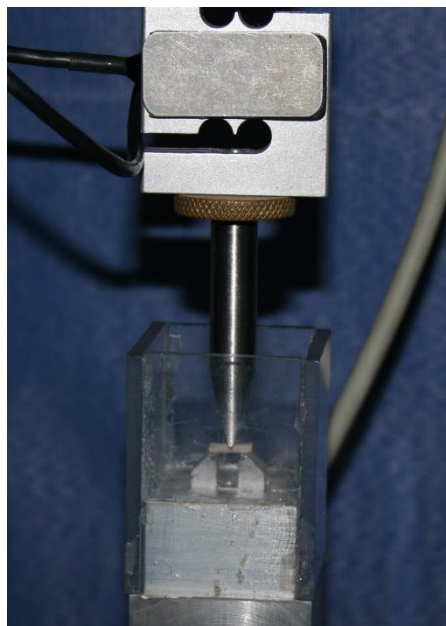


Figura 13– Foto do dispositivo utilizado para o teste de resistência de mini-flexão com a amostra em posição.

Para o cálculo da resistência à flexão de cada amostra, os dados obtidos em Newton, após a fratura, foram submetidos à equação abaixo, de acordo Yap e Teoh, em 2003.

$$\sigma = \frac{3 FL}{(2 BH^2)}$$

Onde: σ é a Força máxima de tensão, em MegaPascal;

F é Total de carga necessária para causar a ruptura, em Newton;

L é a distância entre os centros dos suportes, em milímetros;

B é a largura da amostra, em milímetros;

H é a altura da amostra, em milímetros;

4.2.2.4 Análise de FT-IR

Para a melhor compreensão das ligações formadas e a interação química dos cimentos resinosos após a exposição à radiação ionizante, foi realizada análise de espectroscopia vibracional no infravermelho (FT-IR). Os espectros de infravermelho foram obtidos em um espectrofotômetro Perkin Elmer Spectrum One Fourier Transform Infrared Spectrometer com faixa de transmissão entre 4000-650 cm^{-1} usando a técnica FT-IR de reflexão (UATR).

4.2.2.5 Resumo do delineamento experimental

Os grupos experimentais da caracterização estrutural e resistência à mini-flexão de cimentos resinosos protegidos por Y-TZP expostos à radiação ionizante estão expostos na figura 14.

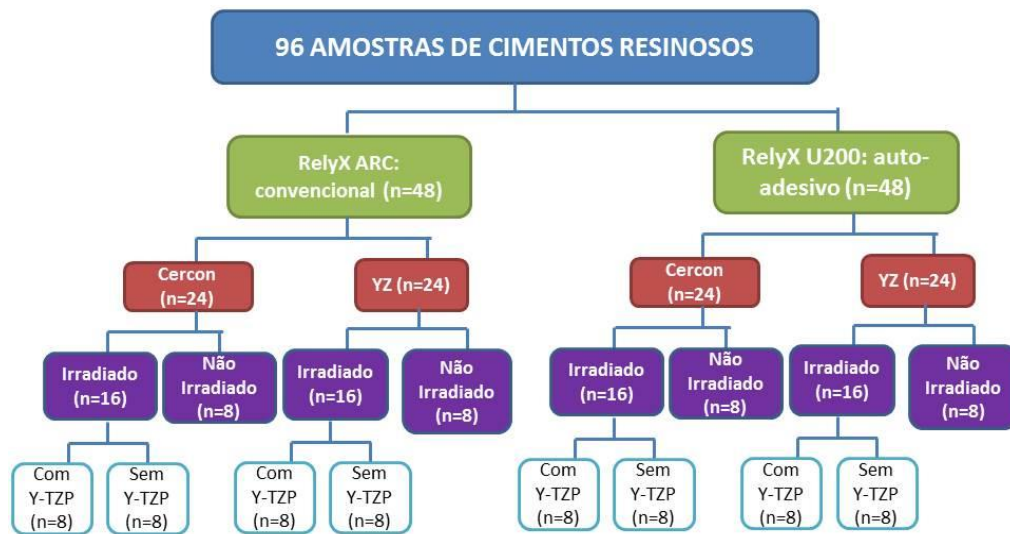


Figura 14 – Fluxograma do delineamento dos grupos dos cimentos resinosos

5 RESULTADOS

5.1 Análise da Y-TZP

5.1.1 Resistência à flexão 4 pontos

Os dados de resistência à flexão de 4 pontos (MPa) foram submetidos à análise de variância de três fatores: cerâmica (C), lavagem (L) e radiação (R) (Tabela 1).

Tabela 1 – Resultado da análise de variância de três fatores para os dados de resistência à flexão de quatro pontos (MPa). (continua)

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cerâmica	1	3135919	3135919	157,9	0,000*
Lavagem	2	147338	73669	3,71	0,028*
Radiação	1	124890	124890	6,29	0,014*

Tabela 1 – Resultado da análise de variância de três fatores para os dados de resistência à flexão de quatro pontos (MPa).

(conclusão)

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
C*L	2	190686	95343	4,80	0,010*
C*R	1	144594	144594	7,25	0,008*
L*R	2	89479	44739	4,80	0,111
C*L*R	2	360792	180396	9,08	0,000*
Erro	96	1906614	19861		
Total	107				

*p<0,05; GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados;p: nível de significância.

Com isto, foi realizado o teste de Tukey (Tabela 2) que demonstrou a semelhança entre os grupos de mesma cerâmica e apresentou a diferença entre as amostras irradiadas. Observou-se também que o grupo YZ, com lavagem de álcool isopropílico com a exposição à radiação ionizante, apresentou o maior valor de média, seguido do grupo YZ com lavagem em água destilada e álcool com queima de limpeza sem exposição à radiação, que os valores para a cerâmica Cercon apresentaram menores valores de média quando comparados à cerâmica YZ, assim como para esta cerâmica os maiores valores médios foram para os grupos que foram expostos à radiação ionizante.

Tabela 2 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de resistência à flexão de quatro pontos (MPa) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cerâmica	Lavagem	Sem Irradiado	Irradiado
YZ	ET*	1011,1 ± 78,6 Aa	1200,7 ± 166,2 Aa
	ETH ₂ O	1021,2 ± 135,2 Aa	847,1 ± 65,3 Ba
	H ₂ O*	1004,7 ± 132,1 Aa	973,7 ± 94,7 Ba
Cercon	ET*	627,1 ± 88,5 Aa	725,2 ± 265 Aa
	ETH ₂ O	563,3 ± 100,2 Ab	848,8 ± 89,2 Aa
	H ₂ O*	604,7 ± 154,4 Aa	644,6 ± 188,6 Aa

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada. * diferença estatística da comparação entre a cerâmica.

Mediante à exposição das médias e desvio-padrão, foram confeccionados gráficos de colunas para melhor visualização dos resultados expostos na Figura 15.

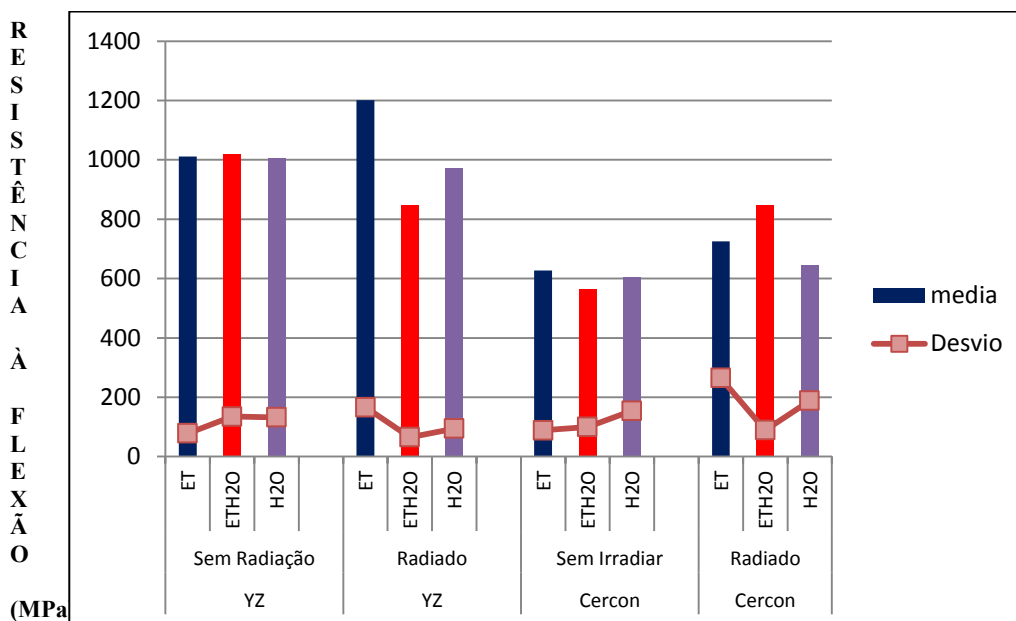


Figura 15- Representação ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada.

5.1.2 Alteração de cor pelo Cielab

Os dados de alteração de cor foram analisados estatisticamente pela análise de variância de dois fatores, sendo eles: cerâmica e lavagem, e divididos de acordo com cada delta apresentado: ΔE , ΔL , Δa e Δb .

Os resultados para o Delta E (ΔE), que indica numericamente a diferença de coloração entre o baseline e após a exposição à radiação ionizante, estabeleceu que houve significância dos dois fatores: cerâmica (C) e lavagem (L), assim como a interação entre os fatores (Tabela 3). Observou a significância desta análise de $p < 0,005$; neste caso, o valor de p foi igual a 0,000.

Tabela 3 – Resultado da análise de variância de dois fatores para os dados de alteração de cor ΔE , com o Cielab.

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cerâmica	1	363,72	363,72	475,83	0,000*
Lavagem	2	392,79	196,40	256,93	0,000*
C*L	2	274,99	137,50	179,88	0,000*
Erro	54	41,28	0,76		

*p<0,05; GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados; p: nível de significância.

Desta maneira, realizaram o teste de Tukey HSD (Tabela 4) que apresentou os grupos semelhantes entre si como os grupos da cerâmica Cercon que obtiveram as menores médias quando comparados com a cerâmica YZ com lavagens em álcool isopropílico e em água. A combinação das lavagens de álcool e água com a queima de limpeza para a cerâmica YZ apresentou menores valores médios de alteração de cor assim como para a cerâmica Cercon.

Tabela 4 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de alteração de cor (ΔE) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cer.	ET (Média / Desvio Padrão)	ETH₂O (Média / Desvio Padrão)	H₂O (Média / Desvio Padrão)
YZ	7,424 ± 0,81Aa	1,380 ± 0,75 Ab	12,883 ± 0,90 Ac
Cercon	2,483 ± 0,78 Ba	1,709 ± 0,46 Aa	2,724 ± 1,40 Ba

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. Cer.: Cerâmica; ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada

Para correlacionar os dados obtidos pelo sistema CIELAB para a situação clínica, foi utilizado o sistema National Bureau of Standards (NBS) e classificadas de acordo com este sistema em: imperceptível (0-0,5), leve (0,5-1,5), perceptível (1,5-3,0), significativa (3,0-6,0), acentuada (6,0-12,0) e muito acentuada (acima de 12,0). Observou-se que, de acordo com a classificação NBS, os grupos da cerâmica YZ com lavagens em álcool isopropílico e água foram classificados acentuada a quantidade de variação de cor. Enquanto, os grupos da cerâmica Cercon foram classificados como perceptível, e o grupo YZ com a lavagem em associação de álcool isopropílico, água destilada e queima de limpeza classificou-se em leve.

Tabela 5 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de alteração de cor (ΔE) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cerâmica	Lavagem	ΔE	NBS	Classificação NBS
	ET	7,42	6,82	Acentuada
YZ	ETH ₂ O	1,38	1,26	Leve
	H ₂ O	12,88	11,84	Acentuada
	ET	2,48	2,28	Perceptível
Cercon	ETH ₂ O	1,70	1,56	Perceptível
	H ₂ O	2,72	2,5	Perceptível

ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada.

Assim como o ΔE , os valores de ΔL foram submetidos à análise de variância de dois fatores e observou-se que houve significância para os fatores relacionados de cerâmica (C) e lavagem (L) assim como a interação entre ambas (Tabela 6).

Tabela 6 – Resultado da análise de variância de dois fatores para os dados de alteração de cor ΔL , com o Cielab.

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cerâmica	1	736,12	736,12	726,20	0,000*
Lavagem	2	246,30	123,15	126,51	0,000*
C*L	2	475,29	244,13	244,13	0,000*
Erro	54	52,57	0,97		

GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados.

O L é a variação de luminosidade que indica quanto mais próximo ao 0, significa próxima a cor preta assim como mais próxima de 100, significa a cor branca. Logo, ao ΔL apresentar valores negativos pode indicar que as amostras ficaram mais escuras como foi calculada a variação da seguinte forma, sendo a subtração do valor pós-irradiação (L) do valor de baseline (L).

Mediante ao teste de Tukey (Tabela 7) aplicado para verificar ΔL , observou-se que, para os grupos referentes à cerâmica YZ apresentaram valores negativos maiores podendo indicar o escurecimento ou acinzentado das amostras, enquanto para os grupos da cerâmica Cercon com lavagens somente de álcool isopropílico e somente água, apresentaram os maiores valores médios.

Tabela 7 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de alteração de cor (ΔL) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cer.	ET (Média / Desvio Padrão)	ETH₂O (Média / Desvio Padrão)	H₂O (Média / Desvio Padrão)
YZ	-4,92 ± 1,45 Aa	-1,13 ± 0,83 Ab	-12,63 ± 0,92 Ac
Cercon	1,59 ± 0,48 Ba	-0,76 ± 0,65 Ab	1,51 ± 1,24 Ba

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. Cer.: Cerâmica; ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada.

A variável de cromaticidade Δa refere-se ao eixo verde-vermelho, os valores negativos significam a cor verde enquanto os valores positivos significam a cor vermelha. Com isto, os valores do Δa foram submetidos à análise de variância de dois fatores e observou-se que houve significância para os fatores relacionados de cerâmica (C) e lavagem (L) assim como a interação entre ambas (Tabela 8).

Tabela 8 – Resultado da análise de variância de dois fatores para os dados de alteração de cor Δa do sistema Cielab.

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cerâmica	1	1011,39	1011,39	946,48	0,000*
Lavagem	2	147,86	73,93	69,18	0,000*
C*L	2	137,01	68,50	64,11	0,000*
Erro	54	57,70	1,07		

* $p < 0,05$; GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados; p: nível de significância.

No teste de Tukey HSD (Tabela 9), constatou-se que os grupos da cerâmica Cercon apresentaram semelhança, enquanto para os grupos da cerâmica YZ não apresentaram semelhança entre si. Os grupos da cerâmica Cercon apresentaram os menores valores médios (negativos), indicando a presença de tons esverdeados quando comparados aos grupos da cerâmica YZ.

Tabela 9 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de alteração de cor (Δa) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cer.	ET (Média / Desvio Padrão) YZ	ETH₂O (Média / Desvio Padrão)	H₂O (Média / Desvio Padrão)
YZ	-4,65 ± 2,16 Aa	-12,16 ± 0,83 Ab	-8,39 ± 0,66 Ac
Cercon	-16,33 ± 0,48 Ba	-16,48 ± 0,35 Ba	-17,01 ± 0,50 Ba

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. Cer.: Cerâmica; ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada.

Os valores de Δb referem-se ao eixo azul-amarelo, quando negativos significam tendência à cor azul e, enquanto positivos significam tendência à cor amarela. Assim como os outros parâmetros do sistema Cielab®, no Δb foi realizado a análise de variância de dois fatores e observou-se que houve significância estatística para os fatores relacionados de cerâmica (C) e lavagem (L) assim como a interação entre ambas (Tabela 10), indicada pelo $p > 0,005$ sendo eles equivalentes a 0,000.

Tabela 10 – Resultado da análise de variância de dois fatores para os dados de alteração de cor Δb , de acordo com o Cielab.

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cerâmica	1	237,121	237,121	189,84	0,000*
Lavagem	2	53,646	26,823	21,47	0,000*
C*L	2	71,609	35,805	28,67	0,000*
Erro	54	67,447	1,249		

* $p < 0,05$; GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados; p: nível de significância.

No teste de Tukey HSD (Tabela 11), destacou-se o grupo da cerâmica YZ lavado somente com álcool isopropílico, o qual apresentou o maior valor para essa mensuração de Δb ($4,866 \pm 2,3$), significando que, após a exposição à radiação ionizante as amostras apresentaram tons amarelados. Enquanto os grupos da cerâmica YZ bem como a cerâmica Cercon com lavagens tanto de álcool isopropílico seguido de água destilada, e realizada a queima de limpeza, obteve-se valores médios mais próximos de 0. Os grupos da cerâmica Cercon apresentaram os menores valores médios (negativos), indicando maiores presença de tons azulados quando comparados aos grupos da cerâmica YZ.

Tabela 11 – Resultado do teste de Tukey HSD para os dados de alteração de cor (Δb) assim como a média e Desvio padrão, de acordo com cada condição de lavagem.

Cer.	ET (Média / Desvio Padrão)	ETH₂O (Média / Desvio Padrão)	H₂O (Média / Desvio Padrão)
YZ	4,866 ± 2,30 Aa	0,008 ± 0,47 Ab	1,662 ± 0,60 Ac
Cercon	-1,856 ± 0,74 Ba	-1,368 ± 0,46 Aa	- 2,168 ± 0,92 Ba

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. Cer.: Cerâmica; ET: álcool isopropílico; ETH₂O: álcool isopropílico e água destilada; H₂O: água destilada.

5.1.3 Difração de raios X

Os difratogramas, realizados por difração de raios X para os grupos das lavagens antes da irradiação sem a queima de limpeza, estão representados na figura 16 a seguir. Observou-se que a fase monoclinica está abaixo de 0,05%.

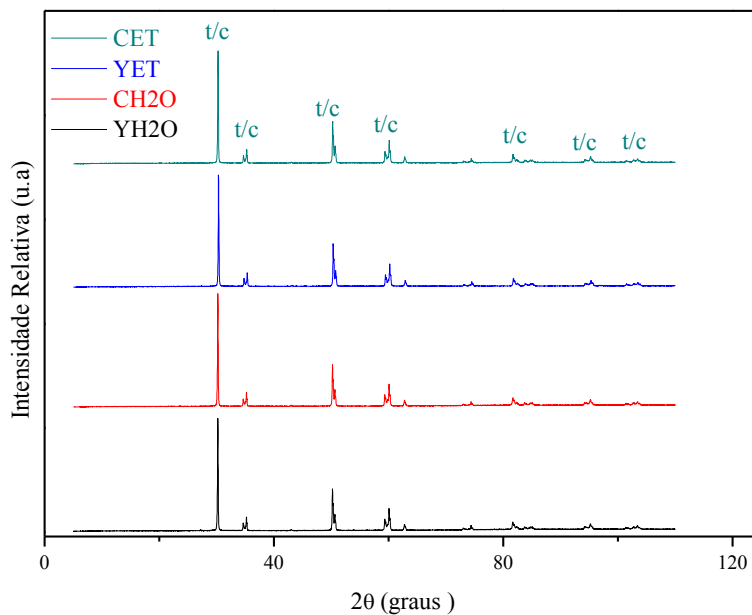


Figura 16 – Difratoogramas de raios X das amostras dos grupos de lavagens sem o uso da queima de limpeza antes da radiação ionizante controle, no qual, a letra t significa fase Tetragonal e a letra c significa fase Cúbica

Após a exposição à radiação ionizante, obtiveram-se os espectros de difração de raios X para os grupos das lavagens sem a queima de limpeza, que estão representados na figura 17 a seguir. Observou-se que a fase monoclinica está abaixo de 0,05%.

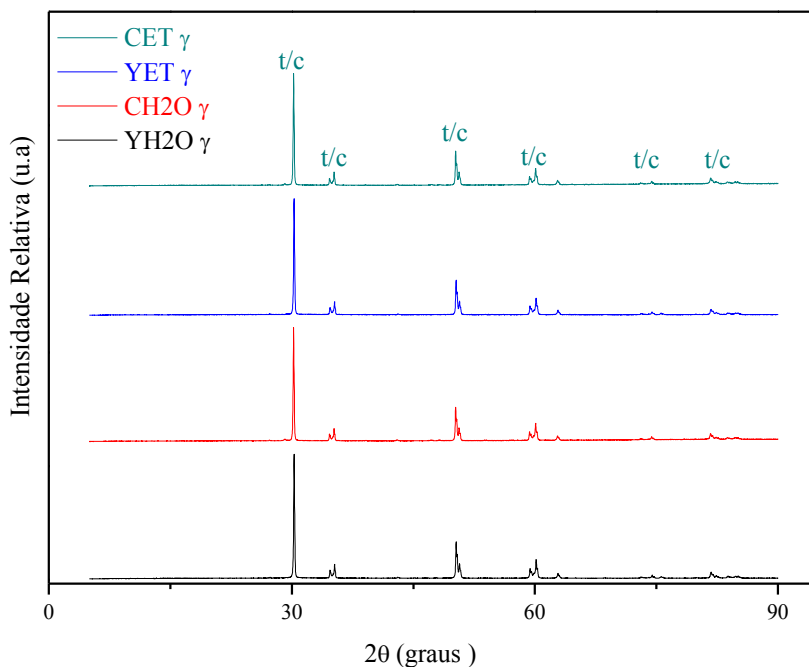


Figura 17 –Difratogramas de raios X das amostras para cada grupo de lavagens sem o uso da queima de limpeza pós exposição à radiação ionizante, no qual, a letra t significa fase Tetragonal e a letra c significa fase Cúbica

5.1.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise em microscopia eletrônica de varredura (7.000x) teve por objetivo analisar a topografia da superfície antes e após a exposição à radiação ionizante dos grupos CETH₂O e YETH₂O.

Observou-se que não houve alteração em escala de micrômetros (μm) na superfície dos espécimes irradiados em comparação ao mesmo grupo sem a exposição à radiação, o que denota a ausência de defeitos causados pela radiação ionizante.

O grupo da cerâmica Cercon apresentou grãos superficiais regulares, equiaxiais, contorno bem delimitado tanto antes da exposição à radiação ionizante como após (Figura 18).

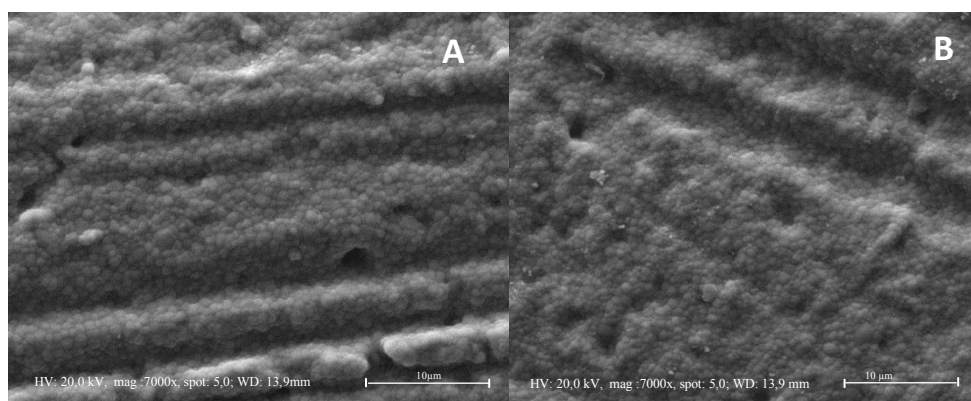


Figura 18 –A) micrografia em MEV do grupo CETH₂O antes da exposição à radiação ionizante; B) micrografia em MEV do grupo CETH₂O após à exposição.

O grupo da cerâmica YZ apresentou grãos superficiais bem compactados, uniformes e limitações visíveis (Figura 19).

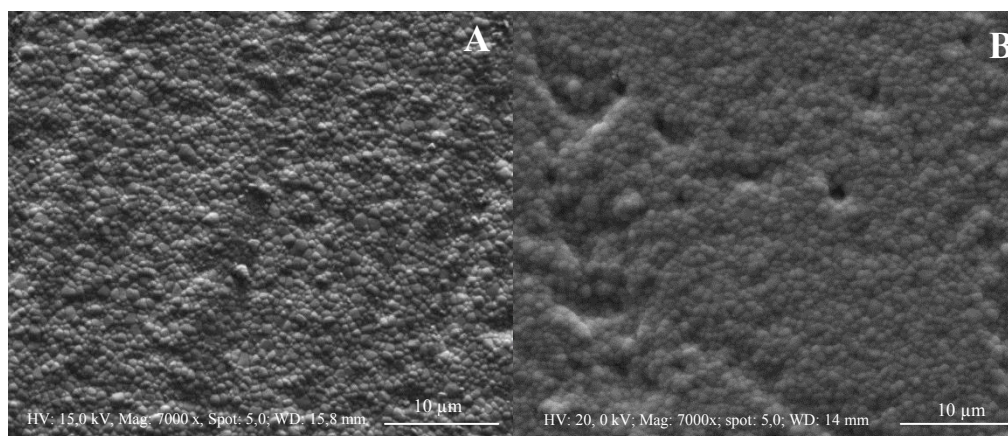


Figura 19 – A) micrografia em MEV do grupo YETH₂O antes da exposição à radiação ionizante; B) micrografia em MEV do grupo YETH₂O após à exposição.

5.2 Análise de cimentos resinosos

5.2.1 Resistência à miniflexão 3 pontos

Os dados de resistência à miniflexão de 3 pontos (MPa) foram submetidos à análise de variância de três fatores: cimento (C), tipo de cerâmica (TC) e forma de radiação (R) (Tabela 12). Observou-se que o fator cimento assim como a interação Cimento e Forma de Radiação (C*R) foi significativa ($p < 0,005$).

Tabela 12 – Resultado da análise de variância de três fatores para os dados de resistência à miniflexão de três pontos (MPa).

Efeito	GL	SQ	MQ	F	P
Cimento	1	14357	14357	30,806	0,000*
T.Cerâmica	1	247	247	0,530	0,468
Radiação	2	430	215	0,461	0,632
C*TC	1	45	45	0,097	0,755
C*R	2	5883	2941	6,312	0,002*
TC*R	2	2461	1230	2,640	0,077
C*TC*R	2	1118	559	1,199	0,306
Erro	84	39148	466		

* $p < 0,05$; GL: grau de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados; p: nível de significância.

O teste de Tukey HSD (Tabela 13) foi utilizado para verificar a interação entre o tipo de cimento e o tipo de radiação (C*R), no qual, foi constatado que os grupos do cimento RelyX ARC sem a proteção da cerâmica quando expostos à radiação ionizante e sem a exposição apresentaram os maiores valores de resistência à miniflexão ($148,81 \pm 28,92$ e $144,68 \pm 20,77$, respectivamente). Enquanto para o cimento RelyX U200, o grupo exposto à radiação ionizante sem a proteção da cerâmica e o grupo não exposto à radiação ionizante apresentaram os menores valores de resistência ($105,68 \pm 24,79$ e $119,25 \pm 22,79$, respectivamente).

Tabela 13 – Resultado do Teste de Tukey HSD para os dados de resistência à miniflexão de três pontos (MPa) para a interação entre os fatores Cimento*Radiação (C*R)

Cim.	Sem Cer. (Média/ Desvio Padrão)	Cer. (Média/ Desvio Padrão)	Sem Rad. (Média/ Desvio Padrão)
U200	$105,68 \pm 24,79$ Aa	$129,06 \pm 11,68$ Ab	$119,25 \pm 22,79$ Aab
ARC	$148,81 \pm 28,92$ Ba	$133,87 \pm 18,13$ Aab	$144,68 \pm 20,77$ Ba

Letras maiúsculas distintas nas colunas e as letras minúsculas nas linhas representam diferenças significativas. Cer.: Cerâmica, Rad.: Radiação ionizante.

5.2.2 Análise de espectroscopia vibracional no infravermelho

A figura 20 apresenta os espectros FT-IR (UATR) do cimento convencional Rely X ARC com o uso da fotopolimerização com a cerâmica policristalina de Vita YZ, e a figura 21 com o anteparo de cerâmica Cercon. As letras indicadas nos espectros da Figura 20 e 21 representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas na Tabela 14.

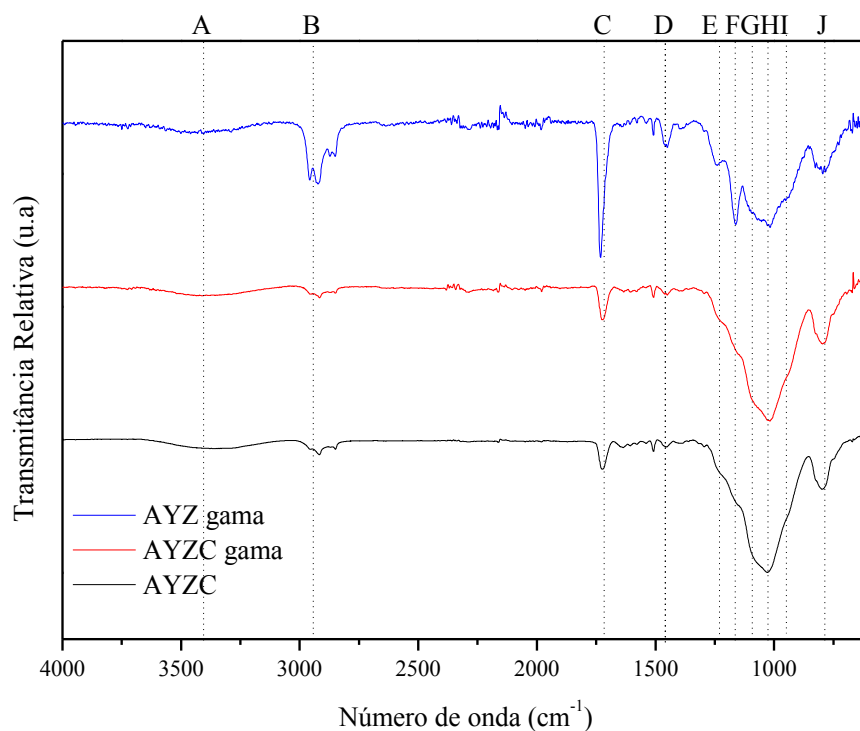


Figura 20 - Espectros FT-IR (UATR) das amostras AYZ gama, AYZC gama e AYZC. As letras indicadas nos espectros representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas no Quadro 14.

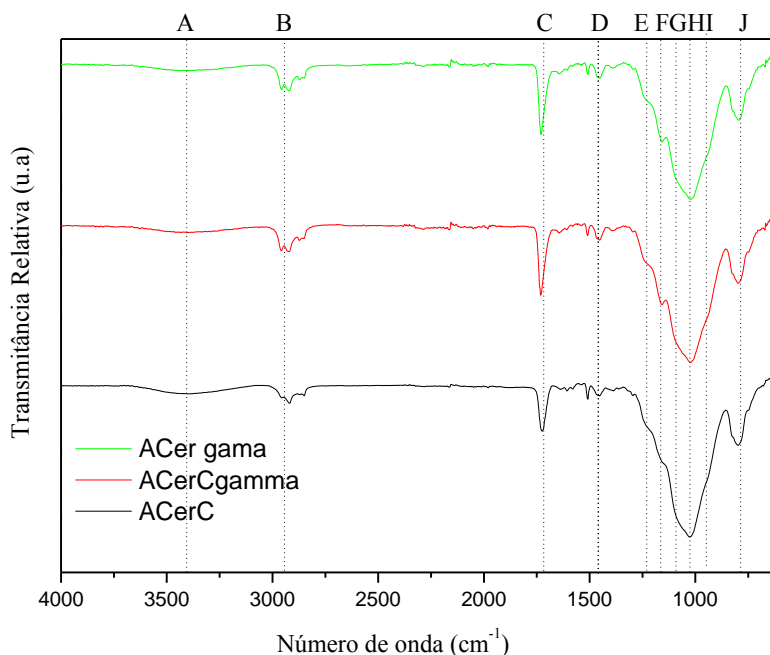


Figura 21 - Espectros FT-IR (UATR) das amostras ACer gama, ACerC gama e ACerC. As letras indicadas nos espectros representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas na Tabela 14.

As letras nas figuras 20 e 21 representam as bandas A, B, C, D, E, F, G, H, I e J, onde suas atribuições estão na Tabela 14. As bandas A, H, I e J são correspondentes às ligações OH, Si-O-Si, Si-OH e Si-O-Si respectivamente, e que, por sua vez, este conjunto de bandas corresponde às ligações da sílica presente no cimento resinoso como carga. Enquanto o conjunto de bandas B correspondem aos estiramentos simétricos e assimétricos das ligações CH₂ e CH₃ presentes na composição do TEGDMA. A banda C corresponde à carbonila (C=O) do TEGDMA, as bandas E referem-se a ν CH₂ e F é correspondente a ν CO e ν C-C. Observa-se que todos os espectros

apresentam o mesmo conjunto de bandas, mudando apenas a intensidade relativa das bandas correspondentes ao TEGDMA em relação às da sílica, correspondendo a falta de uniformidade da sílica nas amostras. Não foi possível notar a presença de novas bandas correspondentes à formação de novas ligações nas amostras irradiadas, indicando que não ocorreu degradação das amostras que foram sujeitas à radiação ionizante.

Tabela 14 – Tabela de atribuições dos conjuntos de bandas das figuras 20 e 21.

<i>Frequências (cm^{-1})</i>	<i>Atribuição</i>	<i>Conjunto de bandas</i>	<i>Referências</i>
≈3400	vOH	A	1, 2, 3, 4
≈2913	vCH	B	1, 2, 3, 4
1730	C=O	C	1, 2, 3, 4
1450	δ CH ₂	D	1, 2, 3, 4
1240	TCH ₂	E	1, 2, 3, 4
1165	vCO e vC-C	F	1, 2, 3, 4
1086	vCO	G	1, 2, 3, 4
1014	vSi-O-Si	H	1, 2, 3, 4
943	vSi-OH	I	1, 2, 3, 4
792	δ Si-O-Si	J	1, 2, 3, 4

1 – Collares et al., 2014; 2 – Stefanescu et al., 2006; 3 - Wang et al., 2011; 4 – Sheppard, 2002.

As figuras 22 e 23 apresentam os espectros FT-IR (UATR) das amostras do cimento RelyX U200 com as respectivas cerâmicas . As letras indicadas nos espectros representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas na Tabela 15.

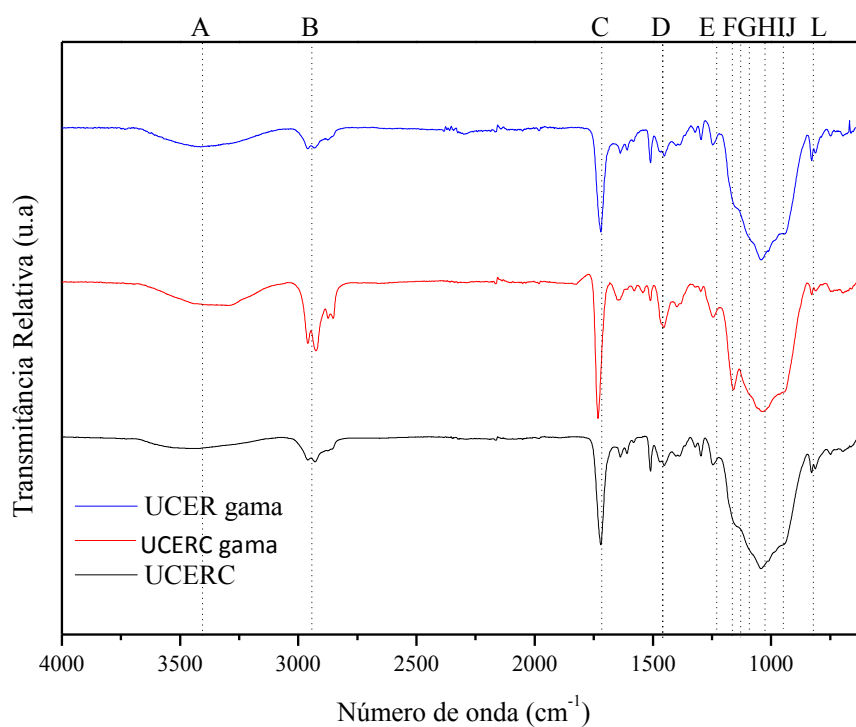


Figura 22 - Espectros FT-IR (UATR) das amostras UCer gama, UCerC gama e UCerC. As letras indicadas nos espectros representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas na Tabela 16.

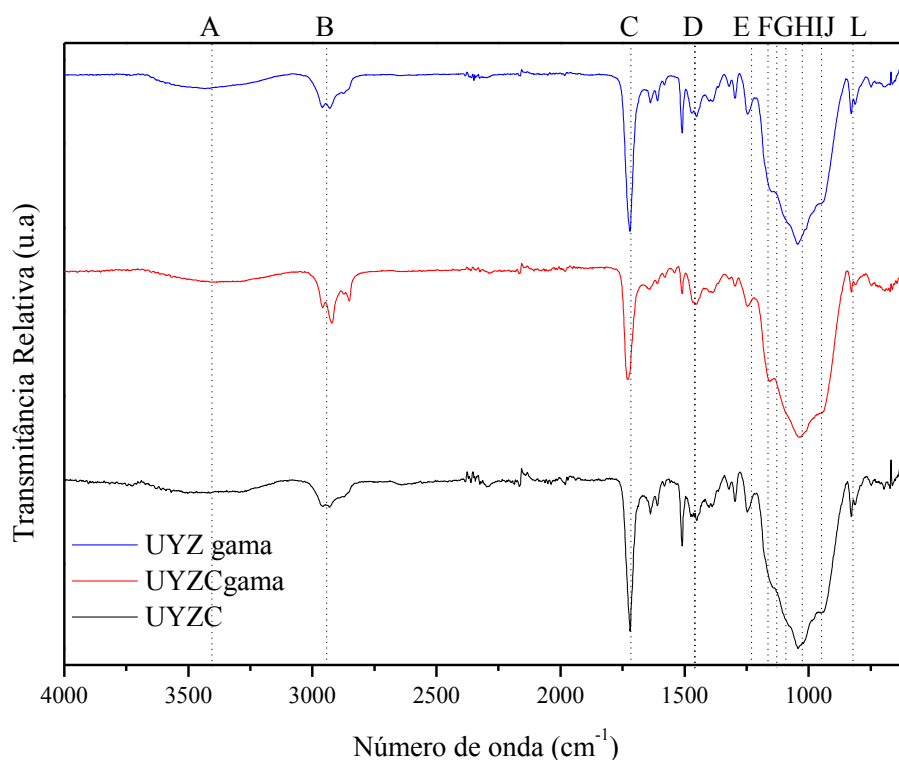


Figura 23 - Espectros FT-IR (UATR) das amostras UYZ gama, UYZC gama e UYZC. As letras indicadas nos espectros representam um conjunto de bandas das atribuições apresentadas na Tabela 15.

As letras nas figuras 22 e 23 representam as bandas A, B, C, D, E, F, G, H, I, J e L, onde suas atribuições estão na Tabela 16. As bandas A, I, J e L são correspondentes às ligações OH, Si-O-Si, Si-OH e Si-O-Si respectivamente, e essas ligações são correspondentes a sílica que foi usada como carga. Quando comparamos as figuras 22 e 23 com as figuras 20 e 21, nota-se uma mudança no contorno do conjunto de bandas localizado em $\approx 1100 \text{ cm}^{-1}$. Essa mudança foi causada pela ligação SO_3Na localizada em 1200 cm^{-1} na posição F. Os grupos SO_3Na são oriundos do p-toluenosulfonato de sódio. As

bandas B, C, D, E, G e H são correspondentes à resina. O conjunto de bandas B correspondem aos estiramentos simétricos e assimétricos das ligações CH₂ e CH₃ presentes no TEGDMA. A banda C corresponde à carbonila (C=O) do TEGDMA, as bandas E refere-se a ν CH₂ e G é correspondente a ν CO e ν C-C. Nota-se que todas as amostras apresentam o mesmo conjunto de bandas, mudando apenas a intensidade relativa das bandas correspondentes à resina em relação às correspondentes a cargas inorgânicas.

Tabela 15 – Tabela de atribuições dos conjuntos de bandas das figuras 22 e 23.

<i>Frequências (cm⁻¹)</i>	<i>Atribuição</i>	<i>Conjunto de bandas</i>	<i>Referências</i>
≈3400	ν OH	A	1, 2, 3,4
≈2913	ν CH	B	1, 2, 3,4
1730	C=O	C	1, 2, 3,4
1450	δ CH ₂	D	1, 2, 3,4
1240	ν CH ₂	E	1, 2, 3,4
1200	SO ₃ Na	F	1, 2, 3,4
1165	ν CO e ν C-C	G	1, 2, 3,4
1086	ν CO	H	1, 2, 3,4
1014	ν Si-O-Si	I	1, 2, 3,4
943	ν Si-OH	J	1, 2, 3,4
792	δ Si-O-Si	L	1, 2, 3,4

1 – Collares et al., 2014; 2 – Stefanescu et al., 2006; 3 - Wang et al., 2011; 4 – Sheppard, 2002.

6 DISCUSSÃO

6.1 Discussão da metodologia

Para as amostras de Y-TZP, foi utilizado o teste de resistência à flexão de 4 pontos, um teste consagrado na literatura (Passos et al., 2015), devido à abrangência da área exposta ao teste ser de formato trapezoidal e por ser maior quando comparado ao teste de resistência à flexão de 3 pontos. Desta maneira, observa-se que o valor de resistência dada pelo teste de flexão de 4 pontos corresponde a resultados numéricos mais próximos ao real, como consequência desta extensão da superfície da amostra testada e a maior possibilidade de constatar a presença de defeito do material.

Sabe-se que a transformação de fase tetragonal para monoclinica interfere na resistência à fratura do material e alguns estudos observaram esta transformação de fase quando a cerâmica à base de zircônia é exposta à radiação ionizante (Meldrum et al., 2002; Meldrum et al., 2003). Para observar tal transformação, foram utilizadas as análises de DRX, que são uma técnica que permite determinar por intermédio dos picos, a diferença de fase cristalina.

Para constatar que a quantidade de dose absorvida de 70 Gy foi insuficiente para causar grandes defeitos na superfície da

cerâmica, executou-se a análise em MEV.

Para medir a alteração de cor para a amostras de Y-TZP, foram utilizados o CIELab* e o sistema NBS. O sistema NBS é um sistema que estipula numericamente a alteração de cor utilizando-se do CIELab (ΔE) e fazendo correlação com o que é observado em clínica. Embora Analoui et al., em 2004, correlacionassem a visão humana e o sistema CIELab, afirmando que a visão humana consegue perceber alterações do ΔE de valor igual a 1 em condições ambientais controladas, em condições clínicas percebe-se mudança de coloração de ΔE acima de 3,7. O sistema NBS informa numericamente e classifica a alteração de cor em: imperceptível (0-0,5), leve (0,5-1,5), perceptível (1,5-3,0), significativa (3,0-6,0), acentuada (6,0-12,0) e muito acentuada (acima de 12,0).

Com a utilização da cerâmica Y-TZP, observou-se que, para prever o sucesso clínico do tratamento de pacientes que fazem uso da radioterapia para aumentar sua expectativa de vida, faz-se necessário verificar o comportamento dos agentes cimentantes resinosos de escolha, uma vez que alterações nas propriedades dos cimentos resinosos podem causar a decimentação.

Para avaliar a resistência à flexão dos cimentos resinosos, utilizou-se do teste de resistência à miniflexão proposto por Yap, Teoh em 2003, pois os autores concluem em seu trabalho que não há diferença de resultados quando comparados os testes de miniflexão e flexão. Ainda, cita-se como vantagem a facilidade de confecção dos espécimes e maior proximidade das amostras com a realidade clínica.

Embora as consequências da exposição de materiais poliméricos à radiação ionizante não tenham sido esclarecidas na literatura, acredita-se que algumas das consequências que podem ocorrer são: a degradação do polímero, formação de nova ligação química e reação pós-cura. Desta maneira, pelo conjunto de bandas dos espectros decodificados pelo FT-IR (UATR), pode-se, observar a formação de novas ligações químicas assim como a reação de pós-cura.

6.2 Discussão dos resultados Y-TZP

No presente estudo, os grupos da cerâmica YZ ($1200,7 \pm 166,2$ MPa) apresentaram os maiores valores de resistência à flexão de 4 pontos (Tabela 1), enquanto os grupos da cerâmica Cercon ($848,8 \pm 89,2$ MPa) apresentaram os menores valores. Estes valores de resistência também foram observados por Chai et al., em 2007, quando relataram valores médios de resistência à flexão de 3 pontos para cerâmica YZ de 899 ± 109 MPa, e para Cercon valores médios de 458 ± 95 MPa. Esta diferença de valores de resistência à flexão das cerâmicas pode estar relacionada ao tamanho e homogeneidade dos grãos presentes nas amostras. Sabe-se que a InCeram 2000 YZ cubes apresenta grãos menores e mais uniformes quando comparada à cerâmica Cercon®Zirconia (Turci, 2014). Chevalier, em 1999, constatou que o comportamento da zircônia é

influenciado pelo tamanho de grão, porcentagem de ítria e a densidade.

Sabe-se que o tamanho e a homogeneidade dos grãos da Y-TZP estão intimamente relacionados aos diferentes valores de resistência à flexão. Grãos maiores e menos homogêneos são mais instáveis e sensíveis à transformação de fase tetragonal para monoclinica (Aboushelib et al., 2008; Nakamura et al., 2012).

Outro fator relacionado às propriedades mecânicas da zircônia é o método de limpeza prévia dos espécimes. No presente estudo, observou-se que, após a exposição à radiação ionizante, o método de limpeza modificou a resistência à flexão de 4 pontos. Embora nos grupos da cerâmica YZ não tenha sido notada alteração significativa na resistência à flexão, os grupos da cerâmica Cercon apresentaram maiores valores após a exposição à radiação ionizante, sugerindo que a distribuição menos homogênea de seus grãos resulta num maior índice de absorção dos líquidos provenientes da lavagem prévia à sinterização.

Esse aumento na resistência à flexão, pode ser devido à dissociação tanto do álcool como da água pela energia fornecida pela radiação ionizante (Scaff, 1997; Okuno, 2013), permitindo uma evaporação e um rearranjo inter-molecular.

O uso da queima de limpeza após a lavagem ultrassônica, previamente à sinterização pode ter acarretado maior evaporação dos líquidos, assim causando menor quantidade de falhas nos espécimes. A associação da queima de limpeza e exposição à radiação ionizante no grupo da cerâmica Cercon pode ter acarretado

uma maior evaporação da água e do álcool isopropílico, causando uma maior união entre as moléculas e os grãos.

A ausência de água e agentes contaminantes na cerâmica à base de zircônia é um fator determinante para o aumento da resistência à flexão, pois sabe-se que a associação da tensão e a água aceleram a propagação de trinca uma vez que as moléculas de água penetram no início da fratura resultando na ruptura dos óxidos metálicos do material (Kobayashi et al., 1981; Chevalier et al., 2007).

Embora a exposição à radiação ionizante tenha alterado a resistência à flexão dos grupos da cerâmica Cercon, a energia fornecida pela radiação ionizante não foi capaz de acarretar na transformação martensítica do material (T→M). Em contrapartida, estudos utilizando maiores doses de exposição à radiação ionizante e outras fontes de radiação como Xenônio demonstraram a transformação de fase monoclinica para tetragonal (Meldrum et al., 2002; Meldrum et al., 200).

Outra consequência estudada foi a alteração de cor após a exposição à radiação ionizante. Na presente pesquisa, observou-se que os grupos da cerâmica YZ apresentaram maiores valores do ΔE , indicando maior alteração de cor. Essa alteração de cor pode ser justificada pela presença da associação de um íon oxigênio próxima ao íon ítrio. Esses defeitos locais na rede cristalina, de acordo com Dietrich et al. (1996), acarretam a alteração de cor transitória.

Embora os grupos da cerâmica Cercon tenham apresentado menores valores do ΔE , houve uma ligeira alteração de

cor. Esta pode ser justificada pela presença de diversos tamanhos de grãos causando um defeito extrínseco de absorção óptica a 3.2 eV (Dietrich et al., 1996).

A alteração de cor após a exposição à radiação ionizante é justificada pela ionização dos átomos das amostras de Y-TZP, pois alguns elétrons atingem camadas externas de valência ao ganhar energia. Assim, ao se dissipar esta energia, os elétrons retornam à sua camada de valência original e, como consequência emitem uma forma de luz visível aos olhos dependendo da frequência (Dietrich et al., 1996; Savoini et al., 2000).

Outro aspecto relacionado à alteração de cor dos espécimes após a radiação ionizante é a presença de resíduos provenientes da lavagem prévia à sinterização, ou seja, a presença de carbono e água. No presente trabalho, observou-se que o uso da queima de limpeza diminui o índice de alteração de cor, ou seja, a evaporação dos líquidos usados na limpeza.

Esta mudança de cor situa-se no ΔE entre os valores de 1,38 a 12,883; e segundo Analoui et al. (2004), num ambiente com condições ambientais controladas, pode-se perceber esta alteração. No sistema NBS, que estabelece uma correlação clínica para a alteração de cor no ΔE , as alterações foram classificadas entre leves à acentuada (Razzoog et al., 1994).

Observou-se nesta pesquisa que o responsável pela discrepância de cor foi o Δa que apresentou valores negativos, indicando que as amostras transmitiam cores mais esverdeadas. Entretanto, Dietrich e colaboradores, em 1996, observaram após à

exposição à radiação ionizante amostras em tons roxo-acinzentados; porém, em seu estudo, não foi utilizado aparelho espectrofotômetro e o sistema CIElab para calcular a tal alteração de cor.

Sabe-se que com a mistura das cores primárias azul e amarelo obtém-se a cor verde, assim como com a mistura da cor azul com vermelho obtém-se a cor roxa.

Apesar do presente estudo ter avaliado cerâmicas à base de zircônia expostas à radiação ionizante com dose 70 Gy, estudos adicionais devem ser executados para estabelecer o comportamento das cerâmicas quando expostas à radiação ionizante como a análise do tamanho de grão e densidade.

6.4 Discussão dos resultados cimentos resinosos

Na presente pesquisa, observou-se que os grupos de cimentos resinosos convencionais RelyX ARC ($142,54 \pm 23,45$ MPa) apresentaram os maiores valores de resistência à miniflexão quando comparados aos grupos dos cimentos resinosos auto-adesivos RelyX U200 ($118,00 \pm 22,35$ MPa), vistos na Tabela 13, o que corrobora com o trabalho de Kuguimiya et al. (2015), cujos valores de dureza dos cimentos resinosos RelyX ARC foram maiores quando comparados com o cimento RelyX U200.

Estes valores de resistência à miniflexão podem ser justificados pela diferença de composição entre os cimentos, pois os

cimentos resinosos autoadesivos apresentam em sua composição: a adição de copolímeros ionoméricos, presença de monômeros metacrilatos ácidos funcionais e metacrilato de bisfenol A diglicidil (Ferracane et al., 2011).

As propriedades mecânicas e adesivas dos cimentos resinosos são relacionadas ao mecanismo de ação de cada tipo de cimento resinoso. Os cimentos resinosos autoadesivos interagem com a smear layer, envolvendo-a e atingindo a dentina subjacente enquanto os cimentos resinosos convencionais interagem diretamente com a dentina, formando camada híbrida mais espessa e tags resinosos mais longos nos túbulos dentinários (Vaz et al., 2012).

Neste estudo, o tipo de cerâmica YZ ou Cercon usados como anteparo durante a fotoativação não influenciou a resistência à flexão (Tabela 13) e os espectros de FT-IR (Figuras 20, 21, 22 e 23). Como os cimentos deste estudo apresentam a cura do tipo dual e respeitaram-se as instruções do fabricante, notou-se pelas bandas dos espectros de infravermelho que os materiais atingiram o máximo de conversão (Yan et al., 2010). A cura do material é influenciada pela espessura cerâmica o que diminui a fotoativação segundo a lei de Beer-Lambert (Ilie, Stawarczyk, 2014; Ilie, Stawarczyk, 2015).

Os cimentos resinosos RelyX U200 e RelyX ARC apresentaram comportamentos semelhantes entre si após a exposição à radiação ionizante (Tabelas 13). Ou seja, a exposição à radiação ionizante não influenciou a resistência à flexão.

No presente trabalho, observou-se que a exposição à radiação ionizante de 70 Gy não influenciou a resistência à flexão dos

espécimes. Como reportado por von Fraunhofer e colaboradores (1989), que avaliaram a influência da exposição a diferentes doses de radiação ionizante (2, 5, 10, 20, 50 e 80 Gy) nas propriedades mecânicas de diferentes resinas, não houve prejuízos nas propriedades mecânicas do material embora a exposição à radiação tenha acarretado em endurecimento da camada exterior, reduzindo a absorção de água e solubilidade.

Os espectros de FT-IR também revelaram semelhanças no comportamento após a radiação ionizante, ou seja, os conjuntos de bandas de cada espectro não sofreram alteração mesmo com o anteparo da cerâmica, sem a radiação ionizante.

Este comportamento do cimento convencional RelyX ARC foi demonstrado pela espectroscopia infravermelho (Figuras 20 e 21), podendo-se notar que os espectros apresentam o mesmo conjunto de bandas, mudando apenas a intensidade relativa das bandas correspondentes ao TEGDMA em relação às da sílica, demonstrando que há uma variação na uniformidade da sílica nas amostras.

Observou-se no comportamento das amostras do cimento convencional que não houve presença de novas bandas correspondentes à formação de novas ligações nas amostras irradiadas, indicando que não ocorreu degradação das amostras expostas à radiação ionizante. Este fenômeno pode ter ocorrido devido à presença da sílica que causa maior estabilidade química em compostos resinosos (Rodríguez et al., 2015).

Dentro das limitações desse estudo, observou-se que a

radiação ionizante não afetou a resistência à flexão dos cimentos estudados. Embora a presente pesquisa tenha avaliado 2 tipos de cimentos resinosos, outros cimentos resinosos devem ser avaliados por apresentarem diferentes composições, módulos elásticos diferentes, diferentes quantidades de sílica híbrida, portanto apresentando comportamentos distintos. Desta maneira, estudos adicionais devem ser realizados com intuito de observar o comportamento dos cimentos resinosos quando expostos à radiação ionizante.

7 CONCLUSÃO

Baseando-se nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- a) embora os métodos de limpeza influenciam a resistência à flexão de 4 pontos, alteração de cor após a exposição à radiação ionizante dos espécimes das cerâmicas Y-TZP, principalmente para a cerâmica Cercon; não houve transformação de fase tetragonal para monoclinica após a exposição à radiação ionizante das cerâmicas Y-TZP.
- b) a radiação ionizante não degradou a superfície do cimento, formando novas ligações, e, tampouco, não influenciou na resistência à flexão dos cimentos resinosos.

8 REFERÊNCIAS*

Abi-Rached FO, Martins SB, Almeida-Junior AA, Adabo GL, Goes MS, Fonseca RG. Air abrasion before and/or after zirconia sintering: surface characterization, flexural strength, and resin cement bond strength. *Oper Dent*. 2015 Mar-Apr;40(2):E66-75. doi: 10.2341/14-013-LR1

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Evaluation of a high fracture toughness composite Ceramic for Dental Applications. *J Prost*. 2008 Oct;17(7):538-4. doi: 10.1111/j.1532-849X.2008.00346.x

Aggarwal V. An in vitro evaluation of effect of ionizing radiotherapy on push-out strength of fiber posts under cyclic loading. *J Endod*. 2009 May;35(5):695-8. doi: 10.1016/j.joen.2009.01.010.

Aguiar TR, Oliveira M, Arrais CAG, Ambrosano GMB, Rueggeberg F, Giannini M. The effect of photopolymerization on the degree of conversion, polymerization kinetic, biaxial flexure strength, and modulus of self-adhesive resin cements. *J Prosthet Dent*. 2015 Feb;113(2):128-34. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.09.011.

Aguiar TR, Vermelho PM, Andre CB, Giannini M. Interfacial ultramorphology evaluation of resin luting cements to dentin: a correlative scanning electron microscopy and transmission electron microscopy analysis. *Microsc Res Tech*. 2013 Dec;76(12):1234-9. doi: 10.1002/jemt.22290.

Ainsbury EA, Bakhanova E, Barquinero JF, Brai M, Chumak V, Correcher V et al. Review of retrospective dosimetry techniques for external ionising radiation exposures. *Radiat Prot Dosimetry*. 2011 Nov;147(4):573-92. doi: 10.1093/rpd/ncq499.

Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 20 ago 2013; acesso em 25 out 2014]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Akar GC, Pekkan G, Cal E, Eskitascioglu G, Ozcan M. Effects of surface-finishing protocols on the roughness, color change, and translucency of different ceramic systems. *J Prosthet Dent*. 2014 Aug;112(2): 314-21. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.09.033.

Alghazzawi TF, Lemons J, Liu PR, Essig ME, Janowski GM. Evaluation of the optical properties of CAD-CAM generated yttria-stabilized zirconia and glass-ceramic laminate veneers. *J Prosthet Dent*. 2012 May;107(5): 300-8. doi: 10.1016/S0022-3913(12)60079-1.

Analoui M, Papkosta E, Cochran M, Matis B. Designing visually optimal shade guides. *J Prosthet Dent*. 2004 Oct;92(4):371-6.

Anusavice, KJ. *Phillips materiais dentários*. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

Arata A, Campos TM, Machado JP, Lazar DR, Ussui V, Lima NR, et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: a critical evaluation. *J Dent*. 2014 Nov;42(11):1487-94. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.010.

Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater*. 2002 Dec;18(8):590-5.

Bahannan SA. Shade matching quality among dental students using visual and instrumental methods. *J Dent*. 2014 Jan;42(1):48-52. doi: 10.1016/j.jdent.2013.11.001.

Bailiff IK, Correcher V, Delgado A, Goksu Y, Hubner S. Luminescence characteristics of dental ceramics for retrospective dosimetry: a preliminary study. *Radiat Prot Dosimetry*. 2002;101(1-4):519-24.

Barrios R, Montero J, Gonzalez-Moles MA, Baca P, Bravo M. Levels of scientific evidence of the quality of life in patients treated for oral cancer. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2013 Jul;18(4):e578-84.

Beech N, Robinson S, Porceddu S, Batstone M. Dental management of patients irradiated for head and neck cancer. *Aust Dent J*. 2014 Mar;59(1):20-8. doi: 10.1111/adj.12134.

Behr M, Rosentritt M, Wimmer J, Lang R, Kolbeck C, Burgers R, et al. Self-adhesive resin cement versus zinc phosphate luting material: a prospective clinical trial begun 2003. *Dent Mater*. 2009 May;25(5):601-4. doi: 10.1016/j.dental.2008.11.003.

Biscaro SL, Moraes RR, Correr AB, Almeida SM, Boscolo FN, Soares CJ, et al. Effect of X-ray radiation dose on the bond strength of different adhesive systems to dentin. *J Adhes Dent*. 2009 Oct;11(5):355-60.

Caldas LR. Bases Radiobiológicas. Ministério da Saúde. Secretaria de Assistência Médica. Divisão Nacional de Cancer; 1970

Catelan A, Padilha AC, Salzedas LM, Coclete GA, Santos PH. Effect of radiotherapy on the radiopacity and flexural strength of a composite resin. *Acta Odontol Latinoam*. 2008;21(2):159-62.

Chai J, Chu FC, Chow TW, Liang BM. Chemical solubility and flexural strength of zirconia-based ceramics. *Int J Prosthodont*. 2007 Nov-Dec;20(6):587-95.

Chevalier J, Calles B, Drouin JM. Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc*. 1999;82(8):2150-4.

Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43.

Chevalier J, Grandjean S, Kuntz M, Pezzotti G. On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications.

Biomaterials. 2009 Oct;30(29):5279-82. doi: 10.1016/j.biomaterials.2009.06.022.

Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implant. *Annu Rev Mater Res.* 2007;37:1–32. Available from: www.anualreviews.org/doi/abs/10.1146/annurev.matsci.37.052506.084250.

Chin DW, Treister N, Friedland B, Cormack RA, Tishler RB, Makrigiorgos GM, et al. Effect of dental restorations and prostheses on radiotherapy dose distribution: a Monte Carlo study. *J Appl Clin Med Phys.* 2009 Feb;10(1):2853.

Chu SJ. Precision shade technology: contemporary strategies in shade selection. *Pract Proced Aesthet Dent.* 2002 Jan-Feb;14(1):79-83; quiz 84.

Collares FM, Portella FF, Leitune VCB, Samuel SM. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. *Braz Oral Res.* 2014;28:9-15. doi: 10.1590/S1806-83242013000600002.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007 Nov;98(5):389-404.

Cotes C, Arata A, Melo RM, Bottino MA, Machado JPB, Souza RO. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO₂-based dental ceramic. *Dent Mater.* 2014 Dec;30(12):e396-404. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.380.

Curtis PM, Farman G, von Fraunhofer JA. Effects of gamma radiation on the in vitro wear of composite restorative materials. *J Dent.* 1991 Aug;19(4):241-4.

Dawson LA, Anzai Y, Marsh L, Martel MK, Paulino A, Ship JA, et al. Patterns of local-regional recurrence following parotid-sparing conformal and segmental intensity-modulated radiotherapy for head

and neck cancer. *Int J Radiat Oncol Biol Phys*. 2000 Mar;46(5):1117-26.

Dawson LA, Sharpe MB. Image-guided radiotherapy: rationale, benefits, and limitations [review]. *Lancet Oncol*. 2006 Oct;7(10):848-58.

Della Bona A, Nogueira AD, Pecho OE . Optical properties of CAD-CAM ceramic systems. *J Dent*. 2014 Sep;42(9):1202-9. doi: 10.1016/j.jdent.2014.07.005.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):299-307.

Denry IL, Peacock JJ, Holloway JA. Effect of heat treatment after accelerated aging on phase transformation in 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010 Apr;93(1):236-43. doi: 10.1002/jbm.b.31580.

Derbabian K, Marzola R, Donovan TE, Arcidiacono A. The science of communicating the art of esthetic dentistry. Part III: precise shade communication. *J Esthet Restor Dent*. 2001;13(3):154-62.

Dietrich A, Heimann RB, Willmann G. The colour of medical-grade zirconia (Y-TZP). *J Mater Sci Mater Med*. 1996;7(9):559-65.

Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater*. 2014 Dec;30(12):e419-24. doi: 10.1016/j.dental.2014.09.003.

Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila VL. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Sep;37:78-87. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.05.013.

Eisbruch A, Marsh LH, Martel MK, Ship JA, Ten Haken R, Pu AT, et al. Comprehensive irradiation of head and neck cancer using conformal multisegmental fields: assessment of target coverage and

noninvolved tissue sparing. *Int J Radiat Oncol Biol Phys.* 1998 Jun;41(3):559-68.

Elbatal HA, Mandouh Z, Zayed H, Marzouk SY, Elkomy G, Hosny A. Gamma ray interactions with undoped and CuO-doped lithium disilicate glasses. *Physica B-Condensed Matter.* 2010;405(23):4755-4762.

El-Askary FS, El-Korashy DI. Influence of shade and light-curing distance on the degree of conversion and flexural strength of a dual-cure core build-up resin composite. *Am J Dent.* 2012 Apr;25(2):97-102.

Epstein JB, Guneri P, Boyacioglu H, Abt E. The limitations of the clinical oral examination in detecting dysplastic oral lesions and oral squamous cell carcinoma. *J Am Dent Assoc.* 2012 Dec a;143(12):1332-42.

Epstein JB, Thariat J, Bensadoun RJ, Barasch A, Murphy BA, Kolnick L, et al. Oral complications of cancer and cancer therapy: from cancer treatment to survivorship. *CA Cancer J Clin.* 2012 Nov-Dec b;62(6):400-22. doi: 10.3322/caac.21157.

Ferlay J, Shin HR, Bray F, Forman D, Mathers C, Parkin DM. Estimates of worldwide burden of cancer in 2008: GLOBOCAN 2008. *Int J Cancer.* 2010 Dec;127(12):2893-917. doi: 10.1002/ijc.25516.

Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJT. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011 Apr;38(4):295-314. doi: 10.1111/j.1365-2842.2010.02148.x.

Galetti R, Santos-Silva AR, Antunes AN, Alves AF, Lopes MA, Goes MF. Radiotherapy does not impair dentin adhesive properties in head and neck cancer patients. *Clin Oral Investig.* 2014 Sep;18(7):1771-8. doi: 10.1007/s00784-013-1155-4.

Gomez-Polo C, Gomez-Polo M, Celemin-Vinuela A, De Parga JMAV. Differences between the human eye and the

spectrophotometer in the shade matching of tooth colour. *J Dent.* 2014 Jun;42(6):742-5. doi: 10.1016/j.jdent.2013.10.006.

Gomez-Polo C, Gomez-Polo M, Celemin Vinuela A, Martinez Vazquez de Parga JA. A clinical study relating CIELCH coordinates to the color dimensions of the 3D-Master System in a Spanish population. *J Prosthet Dent.* 2015 Mar;113(3): 185-90.

Grant KL, Rawlings RD, Sweeney R. Effect of HIPping, stress and surface finish on the environmental degradation of Y-TZP ceramics. *J Mater Sci Mater Med.* 2001 Jun;12(6): 557-64.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NR. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am.* 2011 Apr;55(2):333-52, ix. doi: 10.1016/j.cden.2011.01.005.

Haddad HJ, Jakstat HA, Arnetzl G, Borbely J, Vichi A, Dumfahrt H, et al. Does gender and experience influence shade matching quality? *J Dent.* 2009;37[Suppl 1]:e40-44. doi: 10.1016/j.jdent.2009.05.012.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J Prosthet Dent.* 2002 Jul;88(1):10-15.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2007 Jan;23:71-80.

Huber MA, Terezhalmay GT. The head and neck radiation oncology patient [review]. *Quintessence Int.* 2003 Jan;34(9):693-717.

Ilie N, Stawarczyk B. Quantification of the amount of light passing through zirconia: the effect of material shade, thickness, and curing conditions. *J Dent.* 2014 Jan;42(6):684-90. doi: 10.1016/j.jdent.2014.03.007.

Ilie N, Stawarczyk B. Quantification of the amount of blue light passing through monolithic zirconia with respect to thickness and polymerization conditions. *J Prosthet Dent.* 2015 Feb;113(2):114-21. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.08.013.

INCA. Ações de enfermagem para o controle do câncer: uma proposta de integração ensino-serviço. / Instituto Nacional de Câncer. Rio de Janeiro. 3.ed. Rio de Janeiro: INCA; 2008.

Jawad H, Hodson NA, Nixon PJ. A review of dental treatment of head and neck cancer patients, before, during and after radiotherapy: part 1. *Br Dent J.* 2015 Jan;218(2):65-8. doi: 10.1038/sj.bdj.2015.28.

Joiner A. Tooth colour: a review of the literature. *J Dent.* 2004;32 (Suppl 1):3-12.

Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010 Jan;89(1):91-5. doi: 10.1177/0022034509354193.

Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A, Er K. Effects of dentin surface treatments including Er,Cr:YSGG laser irradiation with different intensities on the push-out bond strength of the glass fiber posts to root dentin. *Acta Odontol Scand.* 2015 Jul;73(5):380-6. doi: 10.3109/00016357.2014.968872.

Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ionics.* 1981;(3-4):489-95.

Kuguimiya RN, Rodeb KM, Carneiro PMA, Aranha ACC, Turbino ML. Influence of curing units and indirect restorative materials on the hardness of two Dual-curing resin cements evaluated by the nanoindentation test. *J Adhes Dent.* 2015 Jun;17(3):243-8. doi: 10.3290/j.jad.a34399.

Kurtulmus-Yilmaz S, Ulusoy M. Comparison of the translucency of shaded zirconia all-ceramic systems. *J Adv Prosthodont.* 2014 Oct;6(5):415-422. doi: 10.4047/jap.2014.6.5.415.

Lee YK, Cha HS, Yu B. Illuminating light-dependent color shifts in core and veneer layers of dental all-ceramics. *J Biomed Opt.* 2014 Sep;19(9):95002. doi: 10.1117/1.JBO.19.9.095002.

Li RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res.* 2014 Oct;58(4):208-216. doi: 10.1016/j.jpor.2014.07.003.

Lilley E. Review of low temperature degradation of tetragonal zirconia ceramics. In: Tressler RE, McNallen H, editors. *Ceramics transactions, Corrosion and corrosive degradation of ceramics.* Westerville: Americ Ceram Soc.1990.

Luo XP, Zhang L. Effect of Veneering Techniques on Color and Translucency of Y-TZP. *J Prosthodont.* 2010 Aug;19(6):465-70. doi: 10.1111/j.1532-849X.2010.00610.x.

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007 Nov;35(11):819-26.

Meldrum A, Boatner LA, Ewing RC. Nanocrystalline zirconia can be amorphized by ion irradiation. *Physical Review Letters.* 2002 Jan;88(2):025503.

Meldrum A, Boatner LA, Ewing RC. Size effects in the irradiation-induced crystalline-to-amorphous transformation. *Nucl Instrum Meth.* 2003;207(1):28-35.

Moore S, Burke MC, Fenlon MR, Banerjee A. The role of the general dental practitioner in managing the oral care of head and neck oncology patients [review]. *Dent Update.* 2012;39(10):694-6, 698-700, 702.

Moran JM, Elshaikh MA, Lawrence TS. Radiotherapy: what can be achieved by technical improvements in dose delivery?[review] *Lancet Oncol.* 2005 Jan;6(1):51-8.

Myashita, E. *Odontologia estética- o estado da arte*. São Paulo: Artes médicas; 2004.

Nakamura K, Adolfsson E, Milleding P, Kanno T, Örtengren U. Influence of grain size and veneer firing process on the flexural strength of zirconia ceramics. *Eur J Oral Sci*. 2012 Jun;120(3):249-54. doi: 10.1111/j.1600-0722.2012.00958.x.

Naves LZ, Novais VR, Armstrong SR, Correr-Sobrinho L, Soares CJ. Effect of gamma radiation on bonding to human enamel and dentin. *Support Care Cancer*. 2012 Nov;20:2873–8. doi: 10.1007/s00520-012-1414-y.

Okuno E. Efeitos biológicos das radiações ionizantes: acidente radiológico de Goiânia. *Estud av*. 2013 Jan-abril;27(77): 187-199.

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):648-656. doi: 10.1016/j.dental.2015.03.002.

Paravina RD. Performance assessment of dental shade guides. *J Dent*. 2009;37 (Suppl1):e15-20. doi: 10.1016/j.jdent.2009.02.005.

Passos SP, Linke B, Major PW, Nychka JA. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. *Dent Mat*. 2015 Sep;31(9):1011-21. doi: 10.1016/j.dental.2015.05.008.

Piconi C, G. Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2004 Dec;92(6):557-62.

Razzoog M, Lang BR, Russel MM, May KB. A comparison of the color stability of conventional and titanium dental porcelain. *J Prosthet Dent*. 1994 Nov;72(4):453-6.

Rodríguez HA, Giraldo LF, Casanova H. Formation of functionalized nanoclusters by solvent evaporation and their effect on the physicochemical properties of dental composite resins. *Dent Mater* 2015 Jul;31(7):789-98. doi: 10.1016/j.dental.2015.04.001.

Saleski CG. Color, light, and shade matching. *J Prosthet Dent*. 1972 Mar;27(3):263-8.

Savoini B, Cáceres D, Vergara I, González R, Muñoz Santiuste J. Radiation damage in neutron-irradiated yttria-stabilized-zirconia single crystals. *J Nucl Mat*. 2000 Feb;277(2-3):199-203.

Scaff L. Física da radioterapia. São Paulo: SARVIER; 1997

Segreto HRC. Revisão e atualização em Radiobiologia: aspectos celulares, moleculares e clínicos. *A Folha Médica*. 2000;119:9-27.

Sheppard N. Handbook of vibrational spectroscopy; 2002

Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning*. 2014 Sep-Oct;36(5):479-86. doi: 10.1002/sca.21142.

Sickafus KE, Matzke H, Hartmann T, Yasuda K, Valdez JA, Chodak P, et al. Radiation damage effects in zirconia. *J Nucl Mat*. 1999;274(1-2):66-77.

Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia Ceramic after six months of aging in water. *J Prosth Dent*. 2014 Sep;112(3):568-75. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.12.003.

Simeone D, Bechade JL, Gosset D, Chevarier A, Daniel P, Pilliaire H. Investigation on the zirconia phase transition under irradiation. *J Nucl Mater*. 2000;281(2-3):171-81.

Soares CJ, Roscoe MG, Castro CG, Santana FR, Raposo LH, Quagliatto PS et al. Effect of gamma irradiation and restorative

material on the biomechanical behaviour of root filled premolars. *Int Endod J.* 2011 Nov;44(11):1047-54. doi: 10.1111/j.1365-2591.2011.01920.x.

Spear F, Holloway J. Which all-ceramic system is optimal for anterior esthetics? *J Am Dent Assoc.* 2008 Sep;139(Suppl):19S-24S.

Sproull RC. Color matching in dentistry. Part I. The three-dimensional nature of color. *J Prosthet Dent.* 1973 May;29(4):416-24.

Stefanescu M, Stoia M, Stefanescu O. Thermal and FT-IR study of the hybrid ethylene-glycol-silica matrix. *J Sol-Gel Science and Techn.* 2006;41(1):71-78

Tango RN, Sinhoreti MAC, Correr AB, Schneider LFJ, Kimpara ET, Correr-Sobrinho L. Knoop hardness of dental resin cements: Effect of veneering material and light curing methods. *Polym Test.* 2007 Apr;26(2):268-273.

Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dent Mater.* 2009 Jul;25(7):857-862. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.006.

Thomé L, Jagielski J, Garrido F, Genitis A, Jagielski J, Thome T. Radiation stability of ceramics: Test cases of zirconia and spinel. *Vacuum.* 2007;81:1264–70.

Thomé L, Sattonnay G, Vincent L, Garrido F, Jagielsk J. Radiation effects in cubic zirconia: a model system for ceramic oxides. *J Nucl Mater.* 2009;389:297–302.

Traini T, Gherlone E, Parabita SF, Caputi S, Piattelli A. Fracture toughness and hardness of a Y-TZP dental ceramic after mechanical surface treatments. *Clin Oral Investig.* 2014 Apr;18(3):707-14. doi: 10.1007/s00784-013-1018-z.

Travis EL. *Primer of medical radiobiology.* St Louis: Mosby; 1998; Year Book Medical Publishers Inc; 1998

Turci, Priscilla Cristoforides Pereira. Efeito de protocolos de jateamento na resistência à flexão e transformação de fase cristalina em cerâmicas de Y-TZP. 2014. 89 f. Tese (Doutorado) - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho. Instituto de Ciência e Tecnologia, 2014.

Turgut S, Bagis B, Korkmaz FM, Tamam E. Do surface treatments affect the optical properties of ceramic veneers? *J Prosthet Dent*. 2014 Sep;112(3):618-24. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.04.001.

Vaz RR, Hipolito VD, D'Alpino PH, Goes MF. Bond strength and interfacial micromorphology of etch-and-rinse and self-adhesive resin cements to dentin. *J Prost*. 2012 Feb;21(2):101-11. doi: 10.1111/j.1532-849X.2011.00794.x.

Veronese I, Galli A, Cantone MC, Martini M, Vernizzi F, Guzzi G. Study of TSL and OSL properties of dental ceramics for accidental dosimetry applications. *Rad Meas*. 2010 Jan;45:35-41.

Veronese I, Guzzi G, Giussani A, Cantone MC, Ripamonti D. Determination of dose rates from natural radionuclides in dental materials. *J Environ Radioact*. 2006;91(1-2):15-26.

Viotti RG, Kasaz A, Pena AE, Alexandre RS, Arrais CAG, Reis AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent*. 2009 Nov;102:306-12. doi: 10.1016/S0022-3913(09)60180-3.

von Fraunhofer JA, Curtis Jr P, Sharma S, Farman AG. The effects of gamma radiation on the properties of composite restorative resins. *J Dent*. 1989 Aug;17(4):177-83.

Wang L, Meng H, Shen PK, Bianchini C, Vizza F, Wei Z. In situ FTIR spectroelectrochemical study on the mechanism of ethylene glycol electrocatalytic oxidation at a Pd electrode. *Phys Chem Chem Phys*. 2011 Feb;13(7):2667-73. doi: 10.1039/c0cp01913e.

Yan YL, Kim YK, Kim K-H, Kwon TY. Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. *Operat Dent*. 2010 Mar-Apr; 35(2): 203-10. doi: 10.2341/09-174-L.

Yap AU, Teoh SH. Comparison of flexural properties of composite restoratives using the ISO and mini-flexural tests. *J Oral Rehabil*. 2003 Feb;30(2):171-7.

