UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

LIVIA AGUIAR SANTOS

**Avaliação da resistência ao cisalhamento da zircônia após
diferentes tratamentos de superfície**

BAURU
2011

LIVIA AGUIAR SANTOS

**Avaliação da resistência ao cisalhamento da zircônia após
diferentes tratamentos de superfície**

Dissertação apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira

BAURU
2011

Sa59a Santos, Livia Aguiar
Avaliação da resistência ao cisalhamento da
zircônia após diferentes tratamentos de superfície/
Livia Aguiar Santos – Bauru, 2011.
108 p. : il. ; 31cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Pedro César Garcia de
Oliveira

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

DEDICATÓRIA

Aos Meus Pais, **Jarbas e Ivana**, que tem vibrado pelas mais simples vitórias da minha vida. Pela confiança, por apoiarem e incentivarem todos os meus sonhos, sem medir esforços e sem pedir maiores explicações. Por tudo que sempre fizeram e fazem por mim. Amo muito vocês!

Ao Meu **Vô Aguiar** e Minha **Vó Mazé**, paixões da minha vida, que sempre estiveram ao meu lado, me enchendo de amor e carinho, me ensinando a ser uma pessoa melhor. Amo muito vocês!

Ao meu irmão, **Jarbas**, pela cumplicidade, amizade, companhia e pelas duas princesas, Camilly e Maria Laura. É muito bom ter vocês ao meu lado.

A Deus porque sempre me rege, me guia e me guarda. Por abençoar todos os caminhos por mim trilhados, proporcionando saúde, oportunidades e por sempre colocar pessoas queridas na minha vida.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Meu Orientador, **Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira**, não tenho palavras para agradecer. A oportunidade que tenho de ser orientada por você, desde que cheguei a Bauru, foi um dos maiores presentes que Deus me deu. Sempre compreensível, amigo, disposto a ajudar, orientando com paciência e sabedoria. Esses anos de convivência têm sido fundamentais para minha formação profissional e humana. Quando for professora, pretendo ter você como espelho. Minha eterna gratidão!

À **Lívia** e à **Kiki**, irmãs que escolhi. Obrigada por todos esses anos de convivência, cumplicidade, gargalhadas, por essa amizade tão bonita e verdadeira, e por estarem sempre ao meu lado em todos os momentos, fazendo com que eu nunca me sentisse sozinha. Amo muito, muito e muito!

As queridas amigas que encontrei em Bauru: **Aninha, Carol, Elo, Lívia Maria e Luaninha**, pelo carinho e por poder contar com vocês em momentos de alegria, tristeza, medo, dúvida e ansiedades. A vida em Bauru não seria a mesma sem vocês. Espero sempre poder ter vocês por perto. Amo muito!

A minha turma de Pós-Graduação, **Ana Sílvia, Carol, Eloisa, Fernanda, Hugo, Letícia, Lívia Lopes, Lívia Maria, Luiz, Luana, Mateus, Max Dória, Max Lorrant, Mirian, Mônica e Vitor**. A presença de vocês tornou tudo mais divertido e tranquilo. Obrigada por estarem sempre disponíveis.

Ao amigo **Fábio Lorenzoni**, que incansavelmente esteve disponível em todos os momentos que precisei, sempre procurando facilitar os meus problemas e me incentivando. Pela parceria em vários trabalhos. Esse trabalho também é seu.

Ao **Leandro Martins**, amigo querido que sempre me deu força, mostrando que eu era capaz de alcançar minhas metas. Obrigada por tudo!

Aos estagiários do Departamento de Prótese, **Aline, Dilton, Jozeli, Jorge, Juliana, Laís e Mércia.**

Aos amigos do doutorado, **Marcela, Marcelo, Priscila, Bruno, Lanza, Vinícius, Fábio e Paulo Maurício**, pela amizade, por sempre terem enriquecido os seminários e por nos ajudarem em nossas dificuldades.

Aos amigos da turma de mestrado 2007/2008, na pessoa do **Zezo**, que sempre me ajudou e pela amizade.

As minhas pacientes, **Hellen e Valdete**, pela colaboração e paciência, sendo incansáveis durante os atendimentos.

À **Claudinha**, pela amizade, convivência e carinho com que sempre me tratou.

Aos tios: **Laura, Roseana, Silvana, Rivaldo, Teles** e aos primos: **Larissa e Fernando**, por estarem constantemente confiando e torcendo por mim.

A minha Bisavó **Nenem**, *In memoriam*, a qual tenho certeza que, em qualquer lugar que esteja, está torcendo e orando por mim.

À **Luzia**, pelos cuidados, amor e carinho. Você faz muita falta aqui em Bauru.

As amigas **Laura, Raphaela, Rosana, Raquel, Nayana, Ianna e Camilla**, pela amizade verdadeira que, apesar da distância, mantiveram-se presentes em cada momento. Vocês fazem parte da minha história.

A Professora **Valéria Leopoldino**, fonte de inspiração, uma das maiores responsáveis por eu estar aqui hoje. Foi através do seu exemplo que almejei todas essas metas. Muito obrigada!

A todos os **meus professores da graduação**, por terem me incentivado e motivado.
Mais uma vez, a Deus, por me abençoar, colocando pessoas do bem e tão especiais na minha vida.

AGRADECIMENTOS

A Faculdade de Odontologia de Bauru, na pessoa do diretor **Prof. Dr. José Carlos Pereira**.

Ao **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)**, órgão de fomento deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Accácio Lins do Valle**, por me tratar com tanto carinho desde minha chegada a Bauru e por todas as oportunidades, pessoa pela qual tenho um enorme carinho e admiração.

Ao **Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro**, por todos os ensinamentos, por todas as vezes que se sentou em meu Box (não foram poucas), ministrando, a cada vez, uma aula. Você é um exemplo de dedicação e amor à odontologia. É um privilégio ter você como professor.

Ao **Prof. Dr. Gerson Bonfante**, por toda contribuição nos nossos seminários. Estar ao seu lado é estar aprendendo algo novo. Obrigada não somente pela oportunidade da prática profissionalizante, de fundamental importância na minha formação, mas também por todo carinho com que sempre me tratou. Obrigada por todos os ensinamentos.

Ao **Prof. Dr. Paulo Martins Ferreira**, que com sua boa vontade e habilidade me fez ser uma profissional mais criteriosa.

Ao **Prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho**, que com sua sabedoria esclareceu muitas dúvidas, durante a execução desse trabalho. Muito obrigada.

Ao **Prof. Dr. Wellington Cardoso Bonachela**, por todas as oportunidades.

A **Prof^a. Dr^a. Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida**, pela sua disponibilidade em ajudar na clínica e pelos conhecimentos compartilhados.

Ao **Prof. Dr. Waldir Janson**, pela sua presença durante esse curso. Foi muito valiosa.

A **Prof^a. Dr^a. Lucimar Falavinha Vieira**, sempre tão solícita e amiga.

Ao **Prof. Paulo César Rodrigues Conti**, por todo conhecimento transmitido, ajudando sempre que precisei. Serei sempre grata.

Ao **Prof. Dr. Carlos dos Reis Pereira de Araújo**

Ao **Prof. Dr. José Henrique Rubo**

A **Prof^a. Dr^a. Karin Hermana Neppelenbroek**

Ao **Prof. Dr. Milton Carlos Gonçalves Salvador**

A **Prof^a. Dr^a. Simone Soares**

Ao **Prof. Dr. Vinícius Carvalho Porto**

Ao **Prof. Dr. Renato de Freitas**

Ao todos os professores que fazem parte do Departamento de Prótese, exemplos de profissionais, por participarem na minha formação, pelos conhecimentos transmitidos, por serem tão acessíveis e por tornarem esse departamento um local de um convívio tão agradável.

Aos funcionários do Departamento de Prótese, **Débora, Marcelo, Reivanildo e Valquíria**, por sempre estarem solícitos em ajudar.

À **Cleusa** e à **Hebe**, pelo carinho e disponibilidade.

Ao **Renato**, que com toda paciência e boa vontade esteve sempre disponível para me ajudar, sem se preocupar com hora e dia. Muito obrigada!

Aos funcionários do CIP, **Neusa, Marcelo e Marcia**, pela agradável convivência.

Ao **Prof. Dr. Heitor Marques Honório**, pela boa vontade durante a realização da estatística.

Ao **Programa de Prática Profissionalizante (PAE)**, pela oportunidade de praticar atividades didáticas.

Ao **Laboratório de Prótese Romanini**, pela sua contribuição nesse estudo.

RESUMO

Cerâmicas de alto conteúdo cristalino, como a zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítrio (Y-TZP), apresentam ótimas propriedades mecânicas quando comparadas às cerâmicas convencionais, sendo cada vez mais empregadas como materiais restauradores indiretos. Entretanto, seu sucesso também depende da formação de uma união confiável com os agentes de cimentação. Porém, o aumento do conteúdo cristalino modificou as características de adesão entre cerâmica e cimento resinoso, não existindo um protocolo de cimentação bem estabelecido na literatura. Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar o efeito na resistência ao cisalhamento de diferentes tratamentos de superfície sobre a zircônia, utilizando dois cimentos resinosos, assim como avaliar as possíveis diferenças no modo das fraturas. Cento e vinte amostras retangulares de zircônia foram incluídas em resina acrílica e divididas em 12 grupos (n=10), de acordo com os tratamentos de superfície e os cimentos (Panavia F e Rely X U100). Para cada cimento, os grupos experimentais foram formados da seguinte maneira: RU e Pa - controle (sem nenhum tratamento de superfície); ApRU e ApPa (aplicação do Alloy Primer); MzRU e MzPa (aplicação do Metal/Zircônia Primer); JatRU e JatPa (jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50µm); JatApRU e JatApPa (jateamento e aplicação de Alloy Primer); JatMzRU e JatMzPa (jateamento e aplicação do Metal/Zircônia Primer). Os corpos de prova foram armazenados em água destilada à temperatura de 37°C por 24 horas, antes do teste de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal (EMIC). Os valores foram submetidos primeiro a ANOVA a um critério (resistência ao cisalhamento) e teste de Tukey (p 0,05), independente do tratamento e do sistema de cimentação. Em seguida, ANOVA a dois critérios (tratamento de superfície e sistema de cimentação) e o teste de Tukey foram aplicados para observar com maior precisão a interação entre cimento e tratamento de superfície. Os resultados apresentados foram: RU - 11,71^a, ApRU - 21,49^{b,e}, MzRU - 30,38^{c,d}, JatRU - 34,40^c, JatApRU - 30,66^{c,d}, JatMzRU - 38,06^c, Pa - 11,35^a, ApPa - 11,98^a, MzPa - 11,46^a, JatPa - 33,50^c, JatApPa - 23,14^{b,d,e}, JatMzPa - 18,66^{a,e}. Por meio dos resultados obtidos foi possível concluir que a resistência ao cisalhamento pode ser melhorada ao utilizar o jateamento com partículas de óxido de alumínio e, para o RelyX U100, somente a aplicação do Metal/Zircônia Primer resultou em valores de adesão comparáveis ao tratamento mecânico. O cimento

RelyX U100 apresentou maior resistência de união quando comparado ao Panavia F.

Palavras-chave: Cerâmica. Zircônio. Jateamento com óxido de alumínio. Tratamento químico. Cimentação. Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

Evaluation of shear bond strength of zirconia after different surface treatments

High crystalline content ceramics, such as yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP), show great mechanical properties when compared to conventional ceramics, being increasingly used as indirect restorative materials. However, its success also depends on the reliable bond formation with luting agents. Though, the high crystalline content modified the adhesiveness between ceramic and resin cement although there isn't any cementing protocol established in literature. Therefore, the purpose of this study was to evaluate the effect of the shear bond strength after different surface treatments on the zirconia, using two resin cements and to evaluate possible differences in fracture modes. One hundred and twenty rectangular samples of zirconia were embedded in acrylic resin and divided into 12 groups (n=10) according to the surface treatments and the cements (Panavia F and RelyX U100). For each cement, the experimental groups were formed as follow: RU and Pa - control (no surface treatment); ApRU and ApPa (application of Alloy Primer); MzRU e MzPa (application of Metal/Zirconia Primer); JatRU and JatPa (air abrasion with 50µm Al₂O₃ particles); JatApRU and JatApPa (air abrasion and application of Alloy Primer); JatMzRU and JatMzPa (air abrasion and application of Metal/Zirconia Primer). The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours prior to the shear bond strength test in a universal testing machine (EMIC). The data were first analyzed by one-way ANOVA (shear bond strength) and Tukey test (p<0.05), regardless of the treatment and the luting system. Then two-way ANOVA (surface treatment and luting system) and the Tukey test were applied in order to observe more accurately the interaction between cement and surface treatments. The results presented were: RU – 11.71^a, ApRU – 21.49^{b,e}, MzRU – 30.38^{c,d}, JatRU – 34.40^c, JatApRU – 30.66^{c,d}, JatMzRU – 38.06^c, Pa – 11.35^a, ApPa – 11.98^a, MzPa – 11.46^a, JatPa – 33.50^c, JatApPa – 23.14^{b,d,e}, JatMzPa – 18.66^{a,e}. Based on the results obtained, it was possible to conclude that the shear bond strength can be improved when air abrasion was used with aluminum-oxide particles and for the RelyX U100, only the application of Metal / Zirconia Primer resulted in adhesion values comparable to mechanical treatment. The RelyX U100 cement showed higher bond strength when compared to Panavia F.

Key words: Ceramics. Zirconium. Air Abrasion. Chemical Process. Cementation. Shear Strength.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 -	Bloco de zircônia IPS e.max ZirCAD.....	61
Figura 2 -	Amostras retangulares de zircônia após sinterização.....	62
Figura 3 -	Molde de silicona.....	62
Figura 4 -	Amostras da zircônia fixadas em resina acrílica.....	62
Figura 5 -	Amostras no banho de ultrassom.....	62
Figura 6 -	Alloy Primer – Kuraray Medical Inc.....	64
Figura 7 -	Metal/Zircônia Primer – Ivoclar Vivadent.....	64
Figura 8 -	Microjato – Bio-Art.....	65
Figura 9 -	Dispositivo adaptado ao Microjato.....	65
Figura 10 -	(a) Matriz de teflon. (b) Dispositivo metálico utilizado para acoplar a matriz e manter os corpos de prova em posição durante a cimentação. (c) Orifício da matriz centralizado sobre a zircônia para a cimentação.....	65
Figura 11 -	Cimento RelyX U100 3M ESPE.....	66
Figura 12 -	Inserção do cimento na matriz.....	66
Figura 13 -	Fotoativação com luz halógena.....	66
Figura 14 -	Cimento Panavia F – Ivoclar Vivadent.....	67
Figura 15 -	Aplicação Oxiguard II.....	67
Figura 16 -	Dispositivo usado no teste.....	68

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Valores médios e desvios-padrão dos grupos para avaliação da resistência ao cisalhamento. Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.....	74
Gráfico 2 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o RelyX U100 como agente de cimentação.....	75
Gráfico 3 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o Panavia F como agente de cimentação. Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.....	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Material empregado na avaliação da influência de tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento entre a zircônia e os sistemas de cimentação.....	60
Tabela 2 -	Grupos experimentais.....	63
Tabela 3 -	Valores médios e desvios-padrão dos grupos para avaliação da resistência ao cisalhamento.....	73
Tabela 4 -	Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o RelyX U100 como cimento.....	74
Tabela 5 -	Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o Panavia F como cimento.....	75
Tabela 6 -	Valores médios e desvios-padrão para avaliação dos tratamentos de superfície.....	76
Tabela 7 -	Valores médios e desvios-padrão para avaliação dos sistemas de cimentação.....	77
Tabela 8 -	Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio. Classificadas em adesiva (a) ou mista (M).....	77

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	25
2.1	TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E AGENTES DE UNIÃO	30
3	PROPOSIÇÃO	53
4	MATERIAL E MÉTODOS	57
4.1	MATERIAL E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS	59
4.2	MÉTODOS	61
4.2.1	Obtenção dos corpos de prova	61
4.2.2	Grupos experimentais	63
4.2.3	Descrição dos tratamentos de superfície	64
4.2.4	Aplicação dos agentes cimentantes	65
4.2.5	Teste de resistência ao cisalhamento	67
4.2.6	Conversão de valores	68
4.2.7	Modo de fratura	68
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	69
5	RESULTADOS	71
5.1	MODO DE FRATURA	77
6	DISCUSSÃO	79
7	CONCLUSÕES	89
	REFERÊNCIAS	93
	ANEXOS	101

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

Cerâmicas odontológicas são materiais com alto potencial estético devido à possibilidade de reproduzir as cores da estrutura dental (BORGES et al., 2003). Entretanto, características como a friabilidade, próprias do vidro cerâmico, resultaram em baixa resistência à tração quando esse material é colocado em função na boca (JONES et al., 1985).

Nos últimos 20 anos, novos materiais cerâmicos de alta resistência têm sido desenvolvidos para superar os problemas estéticos das coroas metalocerâmicas, como a presença da estrutura metálica, que torna difícil a reprodução da estética natural, principalmente, quando os tecidos moles circundantes apresentam uma espessura fina (WALL; CIPRA, 1992; PJETURSSON et al., 2007). Este desenvolvimento tem permitido eliminar a coloração acinzentada inerente da estrutura metálica, possibilitando excelentes resultados estéticos (PJETURSSON et al., 2007).

Em uma primeira tentativa, McLean e Hughes (1965), desenvolveram uma cerâmica reforçada, modificando a fase cristalina com adição de cristais de alumina de modo a atuar como material para infra-estrutura, o que resultou em um módulo de elasticidade 50% maior quando comparado às porcelanas convencionais.

Recentemente, o aumento da demanda por restaurações estéticas de cerâmica pura, tem levado ao desenvolvimento de materiais com propriedades mecânicas otimizadas, como as cerâmicas à base de alumina e zircônia densamente sinterizadas (PICONI; MACCAURO, 1999).

As cerâmicas à base de zircônia possuem elevada resistência, assim como rigidez moderadamente superior as cerâmicas à base de alumina (PICONI; MACCAURO, 1999; VAGKOPOULOU et al., 2009). Dentre aquelas, a zircônia policristalina tetragonal, estabilizada por ítrio (Y-TZP), apresenta melhores propriedades de resistência à fadiga sob ensaio de carregamento cíclico, devido ao menor tamanho de cristais (ZHANG et al., 2004a), sendo um dos materiais mais utilizados para confecção de infra-estruturas, fazendo com que as restaurações em cerâmica pura sejam empregadas com maior possibilidade de sucesso (TINSCHERT et al., 2000).

Apesar de as propriedades mecânicas melhoradas serem importantes para o desempenho a longo prazo de um material cerâmico, o sucesso clínico das

próteses fixas em cerâmica parece estar fortemente dependente do processo de cimentação (CAVALCANTI et al., 2009a). A cimentação para zircônia tem se tornado um tópico de grande interesse nos últimos anos (THOMPSON et al., 2011).

De acordo com Piwowarczyk et al. (2005), não é possível alcançar uma união durável para a zircônia usando cimento de fosfato de zinco, cimentos de ionômero de vidro convencionais ou modificados por resina.

A cimentação adesiva das próteses é recomendada por promover melhor retenção, adaptação marginal, resistência à fratura e maior longevidade, principalmente em situações clínicas desfavoráveis como dentes com paredes curtas ou cônicas (BLATZ et al., 2003; BORGES et al., 2003; DERANT et al., 2005; ATSU et al., 2006; THOMPSON et al., 2011). No entanto, para se obter uma adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso é necessário a realização de pré-tratamento na superfície da cerâmica (WEGNER; KERN, 2000; BORGES et al., 2003; OZCAN; VALLITTU, 2003). O protocolo de cimentação para as cerâmicas à base de sílica é bem descrito na literatura, sendo suscetíveis ao condicionamento com ácido fluorídrico e passíveis de serem silanizadas (BLATZ et al., 2003). Entretanto, a zircônia é um material policristalino, com a fase vítrea reduzida ou eliminada, sendo que o condicionamento com ácido não produz qualquer modificação em sua superfície, enquanto que a aplicação do agente silano sobre a superfície é ineficaz, devido a ausência de sílica na matriz da cerâmica. (KERN; WEGNER, 1998; BLATZ et al., 2003). Recentemente, em um estudo clínico, registrou-se 7% (11 coroas) de complicações relacionadas com a descimentação de coroas unitárias à base de zircônia, na região posterior durante o acompanhamento retrospectivo de 3 anos (ÖRTORP et al., 2009).

Blatz et al. (2003) sugeriram que materiais cerâmicos de alta resistência, como a zircônia, requerem técnicas adesivas alternativas para obtenção da união satisfatória aos materiais resinosos. Diversos estudos tem apresentado valores de resistência de união entre cerâmicas à base de óxido de zircônio e cimentos resinosos, submetido a diferentes tratamentos de superfície (BLATZ et al., 2004; ATSU et al., 2006; LÜTHY et al., 2006; YOSHIDA et al., 2006; LEE et al., 2007; WOLFART et al., 2007; LINDGREN et al., 2008; RE et al., 2008; LEHMANN; KERN, 2009; NOTHDURFT et al., 2009; OYAGÜE et al., 2009; MAGNE et al., 2009; DE SOUZA et al., 2010; YUN et al., 2010; SAHIN; KERN, 2011). Porém, até o momento,

não existe um consenso sobre o melhor método de tratamento de superfície para alcançar uma ótima união do cimento à zircônia (QEBLAWI et al., 2010).

O jateamento com partículas de óxido de alumínio tem sido relatado por aumentar, mecanicamente, a resistência de união entre cimento resinoso e a Y-TZP (OZCAN; VALLITTU et al., 2003; BLATZ et al., 2004; AMARAL et al., 2005; RE et al., 2008). Por outro lado, existem evidências que a utilização de materiais com afinidade química aos óxidos metálicos melhora a resistência de união à zircônia (KERN; WEGNER, 1998; ATSU et al., 2006; YOSHIDA et al., 2006; WOLFART et al., 2007). Monômero ácido funcional, tal como o monômero 10-metacriloiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), reage quimicamente com o dióxido de zircônia, promovendo uma união estável para zircônia (KERN; WEGNER, 1998). Estes monômeros podem estar presentes em cimentos (Panavia F) e sistemas adesivos.

Alguns estudos têm mostrado que o jateamento com partículas de óxido de alumínio associados a cimento composto de MDP permite uma resistência de união significativa para a zircônia (CAVALCANTI et al., 2009b).

O cimento auto-adesivo recentemente introduzido no mercado, RelyX U100, tem apresentado valores de resistência adesiva elevados quando utilizados na superfície da zircônia jateada (PIWOWARCZYK et al., 2005). Esse cimento resinoso apresenta uma matriz de ácido fosfórico metacrilato que pode reagir com a superfície da zircônia (KUMBULOGLU et al., 2006).

O Metal/Zircônia Primer tem sido comercializado para unir ligas metálicas ou cerâmicas à base de óxido de alumina e zircônia aos cimentos resinosos, mas a literatura tem poucos relatos da utilização desta substância.

Portanto, apesar de as cerâmicas à base de zircônia possuírem elevada resistência à fratura, o sucesso delas também depende da formação de uma união confiável com os agentes de cimentação. Tendo em vista a permanência da preocupação quanto à identificação de uma melhor metodologia de cimentação para as cerâmicas com elevado conteúdo cristalino, faz-se importante avaliar a influência de tratamentos de superfície na resistência de união entre a zircônia estabilizada por ítrio e os cimentos resinosos.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

As cerâmicas são materiais dentários frequentemente utilizados, pois têm demonstrado propriedades extremamente desejáveis como: biocompatibilidade, estabilidade de cor, baixa condução térmica, baixo acúmulo de placa, resistência à abrasão, além de promover excelente estética (HASELTON et al., 2000). O termo cerâmica é definido como qualquer produto feito essencialmente de material não-metálico pela queima em alta temperatura para alcançar propriedades desejáveis. Já o termo porcelana refere-se à família dos materiais cerâmicos compostos essencialmente por caulim, quartzo e feldspato. Quando sinterizados, os componentes das porcelanas resultam em, basicamente, duas fases: fase vítrea e cristalina (CRAIG; POWERS, 2004).

As restaurações cerâmicas foram introduzidas por Land, em 1903, e apresentavam como principal desvantagem a alta taxa de fratura, dada pela propagação de trincas inerentes a esse material. Esta foi a razão pela qual os metais passaram a ser utilizados como infra-estrutura para as porcelanas nos anos 60, por terem alto módulo de elasticidade (rigidez). A união conseguida entre metal-cerâmica impede a flexão e a deformação das cerâmicas, reduzindo a propagação de trincas e assegurando a longevidade das coroas (WALL; CIPRA, 1992).

Procurando uma técnica alternativa ao emprego de ouro como base para restaurações em cerâmica, devido à insatisfação com a estética demonstrada por alguns pacientes, McLean e Hughes (1965) desenvolveram a primeira cerâmica reforçada pela modificação da fase cristalina através da adição de cristais de alumina, a fim de ser empregada como material para infra-estrutura. Três materiais (porcelana, porcelana reforçada com 40% de cristais de alumina e vidro) com e sem glaze, e duas velocidades de resfriamento (rápido e lento) foram avaliados em relação à resistência à fratura, em barras e discos. Discos também foram avaliados em relação à máxima tensão suportada, em dispositivo específico para o teste. E, ainda, foi realizado teste de absorção de água. Os resultados evidenciaram que a resistência à fratura da porcelana reforçada foi quase o dobro em relação à porcelana convencional. A máxima tensão suportada pela porcelana reforçada foi de 5:1 em relação à porcelana convencional. Além disso, a porcelana reforçada não dependia da presença do glaze para redução da propagação de trincas. Desde então, o enfoque primário foi de melhorar, principalmente, a resistência à fratura das

infra-estruturas cerâmicas e, conseqüentemente sua longevidade clínica. Assim, introduziram-se as cerâmicas policristalinas à base de óxido de zircônio.

Em uma revisão de literatura, Piconi e Maccauro (1999) discutiram sobre o emprego de zircônia como biomaterial. O interesse por este material surgiu devido a propriedades como boa estabilidade química e dimensional, resistência mecânica e módulo de elasticidade similar ao das ligas de aço inoxidável. Biocompatibilidade e elevadas propriedades mecânicas levaram ao emprego de zircônia como próteses articulares de quadril. Os esforços têm se concentrado no desenvolvimento de cerâmicas à base de zircônia-ítrio, caracterizadas pelo menor tamanho dos cristais, materiais comumente conhecidos como Zircônia Policristalina Tetragonal (TZP).

Óxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um óxido metálico que foi identificado pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth em 1789. A zircônia é polimórfica na natureza, o que significa que ela exibe diferença de equilíbrio na estrutura cristalina em temperaturas diferentes, sem alterações na química. Ela se apresenta em três formas: monoclinica, estável até cerca de 1170 °C; tetragonal de 1170°C até 2370°C; e cúbica de 2379°C até a temperatura de fusão (2680°C), sendo cada uma estável em determinada faixa de temperatura. Os grãos tetragonais da zircônia, que são estáveis em temperaturas elevadas, podem ser mantidos assim a temperatura ambiente através da adição de óxidos metálicos (PICONI; MACCAURO, 1999; VAGKOPOULOU et al., 2009). O óxido de ítrio (Y_2O_3) é o mais utilizado em biocerâmicas, por permitir uma maior resistência flexural quando comparado aos demais (CaO, MgO), apesar de o seu processo de sinterização ser muito mais difícil (YOSHIMURA et al., 2007). A cerâmica formada dessa adição é chamada de zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítrio (3%Y-TZP) (PICONI; MACCAURO, 1999).

A Y-TZP é uma cerâmica que tem interesse especial por sua propriedade de tenacificação por transformação, fazendo com que quando tensões de tração são aplicadas nas bordas de trincas induzam a uma transformação da fase tetragonal para monoclinica. Essa transformação é associada a um aumento local de 3-5% em volume, o que resulta em tensões compressivas localizadas ao redor e nas bordas da trinca, atuando contra as tensões de tração que levam à fratura (PICONI; MACCAURO, 1999; VAGKOPOULOU et al., 2009). Por meio desse fenômeno, os policristais demonstraram resistência flexural de 900-1.200 MPa e tenacidade de 9-

10MPa/m^{1/2}, valor duas vezes maior do que o da alumina e três vezes maior do que o do dissilicato de lítio (RAIGRODSKI, 2004; MANICONE et al., 2007).

A tenacidade por transformação é uma característica única da cerâmica Y-TZP, que proporciona propriedade mecânica superior quando comparada a outras cerâmicas e, por esse motivo, alguns autores se referem a este material como cerâmica-aço (CAVALCANTI et al., 2009b).

A evolução da cerâmica Y-TZP introduziu uma nova classe de cerâmica odontológica no mercado. Embora Y-TZP tenha sido usada como um biomaterial cerâmico em aplicações médicas desde final dos anos 60, a sua utilização na odontologia é relativamente recente e ocorreu seguindo os avanços da tecnologia CAD-CAM (projeto assistido por computador/ fabricação assistida por computador) (BLATZ et al., 2004; VAGKOPOULOU et al., 2009). Estes materiais de alta resistência oferecem uma variedade de aplicações clínicas, tais como braquetes ortodônticos, pinos endodônticos, pilares de implantes e infra-estrutura de coroas unitárias e próteses fixas (WOLFART et al., 2007).

A literatura é vasta em informações sobre a aplicação da zircônia na odontologia e, apesar de apresentar um desempenho mecânico (resistência, dureza e resistência à fadiga) superior, existem alguns problemas associados à zircônia, como a adesão (THOMPSON et al., 2011).

Técnicas de cimentação convencional utilizadas com a zircônia não promovem valores de resistência adesiva suficientes (BLATZ et al, 2003; BLATZ et al., 2004). Isto é importante para uma retenção alta, prevenção de microinfiltração e aumento da resistência à fadiga e à fratura (THOMPSON et al., 2011).

O aumento do conteúdo cristalino resultou na redução ou eliminação da fase vítrea, o que modificou as características de adesão entre cerâmica de alta resistência e cimento resinoso. O condicionamento com ácido fosfórico ou ácido fluorídrico são métodos frequentemente recomendados para modificar as superfícies das cerâmicas à base de sílica em superfícies rugosas, o que melhora a molhabilidade e aumenta a área de superfície para união mecânica. Infelizmente, aplicações de ácido fosfórico ou ácido fluorídrico não podem ser usadas efetivamente nas cerâmicas à base de óxido, como zircônia, pois a obtenção de rugosidade para retenção mecânica é difícil. A ausência de sílica também impede a ligação química entre sílica-silano, necessária para silanização (KERN, WEGNER 1998; BLATZ et al, 2003).

Até o momento, não existe um consenso sobre o melhor método de tratamento de superfície a fim de alcançar uma ótima união de cimentos resinosos à zircônia (QEBLAWI et al, 2010). Vários estudos têm apresentado valores de resistência para a zircônia submetida a diferentes tratamentos de superfície. Uma grande quantidade de publicações recentes demonstra estratégias inovadoras de adesão combinando novos procedimentos de rugosidade de superfície, tratamentos com laser e união química.

Por esta razão, muitos pesquisadores e fabricantes têm dispendido esforços para modificar as propriedades da superfície da zircônia, mecânica ou quimicamente, por diversos tratamentos de superfície (YUN et al., 2010).

2.1 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E AGENTES DE UNIÃO

Kern e Thompson (1995) avaliaram diferentes métodos adesivos na resistência de uma cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro, bem como sua estabilidade em longo prazo e, determinaram os modos de fratura através de microscopia eletrônica de varredura. Todas as amostras de cerâmica foram jateadas com óxido de alumínio 110 μ m e divididas em seis grupos, de acordo com os métodos propostos de adesão: 1. Cimentação com cimento à base de Bis-GMA (Twinlook); 2. Aplicação de silano para cerâmica (ESPE Sil) e o cimento à base de Bis-GMA; 3. Silicatização (Sistema Rocatec), silanização e cimento à base de Bis-GMA; 4. Silicatização térmica (Sistema Silicoater MD), silanização e cimento à base de Bis-GMA; 5. e 6. Ambos foram cimentados com cimento resinoso contendo MDP, um grupo cimentado como Panavia EX e o outro com o Panavia TPN-S. Após os procedimentos de cimentação, cada grupo foi subdividido em 3 grupos de acordo com o tempo de armazenagem e os ciclos de termociclagem: 24 horas imersos em saliva artificial a 37°C, 30 dias em saliva artificial e termociclagem totalizando 7500 ciclos e, 150 dias de termociclagem com os corpos imersos em saliva artificial, totalizando 37500 ciclos. O grupo jateado e cimentado com o cimento à base de Bis-GMA foi o que apresentou os menores valores, independente do tempo analisado (26,75 MPa/1 dia; 2,34MPa/30 dias; 0,0 MPa/150 dias). A adição do agente silano a esse grupo aumentou a resistência inicial, sendo reduzido drasticamente após a termociclagem. O sistema de silicatização, juntamente com a silanização, aumentou a resistência de união (48,35 MPa/1 dia; 49,49 MPa/30 dias)

e esta permaneceu estatisticamente semelhante após 150 dias (49,85 MPa/150 dias). A silicatização térmica também promoveu aumento nos valores de resistência iniciais, mas houve uma grande redução após 150 dias (49,85 MPa/1 dia; 46,86 MPa/30 dias; 1,97 MPa/150 dias). Os cimentos que apresentam MDP em sua composição obtiveram os maiores valores de resistência (Panavia Ex 54,09 MPa/1 dia; 48,19 MPa/30 dias; 41,67 MPa/150 dias e Panavia TPN-S 59,67 MPa/1 dia; 38,54 MPa/30 dias; 35,75 MPa/150 dias), não havendo diferença estatisticamente significativa entre eles. Na microscopia eletrônica de varredura foi possível observar que os grupos que obtiveram valores mais baixos de resistência sofreram falha do tipo adesiva, enquanto que os grupos que resultaram em valores mais altos sofreram falha do tipo coesiva ou mista.

Em 1998, Kern e Wegner, avaliaram o efeito de diferentes métodos de união sobre a superfície da zircônia. Presumiram que os métodos de união apropriados para a cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro também poderiam ser utilizados para a Y-TZP. Para avaliar esta hipótese, aplicaram jateamento de óxido de alumínio e limpeza em ultra-som com álcool 96% por 3 minutos em todas as amostras e utilizaram sete diferentes sistemas adesivos: 1. Sistema resinoso convencional à base de Bis-GMA; 2. Silano anterior a aplicação do mesmo cimento; 3. Tratamento triboquímico (Sistema Rocatec), que emprega jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica e silano, seguido da utilização do Bis-GMA.; 4. Acrilização e cimento à base de Bis-GMA; os grupos 5 e 6 aplicaram dois cimentos resinosos modificados à base de MDP (Panavia EX e Panavia 21 EX); 7. Cimento resinoso modificado por ácidos. Foram testados por meio do ensaio de micro-tração em dois tempos: 3 dias e 150 dias em água destilada a 37°C mais termociclagem. As amostras também foram avaliadas em microscópio de luz e por microscopia eletrônica de varredura para determinar se as fraturas foram do tipo adesiva ou coesiva. Os resultados mostraram que o jateamento abrasivo produz rugosidade, porém limitada e com ranhuras rasas se comparado ao jateamento de metais (14,0 MPa/3 dias; 0,0 MPa/150 dias). A adição de silano não aumentou a resistência adesiva (15,1 MPa/3 dias; 0,0 MPa/150 dias), indicando que o silano não se liga a Y-TZP, uma vez que esta não contém sílica. A silicatização térmica aumentou a resistência inicial, mas não gerou uma ligação durável (29,2 MPa/3 dias e 12,8 MPa/150 dias) e, através da microscopia eletrônica de varredura, foi verificada fratura do tipo mista, o que significa que a silicatização não criou uma

camada uniforme de sílica. A acrilização (39,2 MPa/3 dias e 0,0 MPa/150 dias) e o cimento ácido (31,6 MPa/3 dias e 4,3 MPa/150 dias) também não foram estáveis, sendo dissolvidos durante a termociclagem. Os únicos grupos que não sofreram diminuição estatisticamente significativa da resistência após os 150 dias foram os cimentos modificados com MDP (Panavia EX 48,8 MPa/3 dias e 39,8 MPa/150 dias e Panavia 21 EX 47,1 MPa/3 dias; 37,4 MPa/150 dias). Como conclusão, os autores sugeriram a existência de uma ligação química entre esse cimento e a zircônia. A microscopia eletrônica de varredura desses grupos revelou apenas fratura do tipo coesiva, o que significa que há certa degradação da resina composta, mas não da resistência adesiva.

Com o objetivo de determinar se a resistência de união é dependente do tratamento de superfície para cerâmicas de elevado conteúdo cristalino, Derand e Derand (2000) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre agentes cimentantes e cerâmica à base de zircônia, submetida a cinco diferentes tratamentos: jateamento com óxido de alumínio com partículas de 250µm, jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50µm, jateamento com óxido de alumínio (50µm) associado condicionamento com ácido fluorídrico (38%), asperização com ponta diamantada, e sem tratamento. As superfícies foram tratadas com silano e cimentadas com 3 sistemas de fixação: Panavia 21 (Kuraray), Twinlook (Kulzer) e Superbond C&B (Sun Medical). As amostras foram avaliadas após diferentes condições de armazenagem: 5 horas em ambiente seco, 1 dia, 1 semana e 2 meses em água destilada (35°C). O ensaio de cisalhamento foi conduzido à velocidade de 5mm/min e a análise das amostras mostrou que todas falharam na interface cerâmica/cimento. A rugosidade causada pela ponta diamantada resultou em maior valor de resistência de união para o cimento Superbond. O condicionamento com ácido fluorídrico não aumentou os valores de maneira significativa. A armazenagem por uma semana em água aumentou os valores de adesão em cerca de 20% em relação aos demais grupos. Os maiores valores de resistência de união foram apresentados pelo cimento Superbond. Os autores observaram que ainda não foi possível estabelecer um tratamento padrão para cerâmicas de elevado conteúdo cristalino e, por apresentarem redução da fase vítrea, são ácido-resistentes.

A resistência à tração entre agentes cimentantes e zircônia foi avaliada por Wegner e Kern (2000). Todas as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio. Foram empregados dois cimentos contendo MDP e um à base de

Bis-GMA. Um grupo recebeu tratamento com sistema Rocatec. Silano também foi associado ao grupo do cimento contendo Bis-GMA. As amostras foram testadas em dois períodos: após 3 dias e após termociclagem (37500 ciclos). Os melhores valores foram apresentados quando cimento contendo MDP foi empregado, em ambos os tempos avaliados. Os autores concluíram que o silano não pode se unir à zircônia devido à ausência de fase vítrea e que o emprego do monômero MDP produz uma união química à superfície da zircônia jateada.

Blatz et al. (2003) realizaram uma revisão de literatura sobre procedimentos de adesão entre cerâmicas e agentes de cimentação. Embora a união dos cimentos à cerâmicas à base de sílica esteja bem estabelecida, a disponibilidade de trabalhos avaliando adesão à cerâmicas de alto conteúdo cristalino é reduzida. Os dados sugeriram que a adesão a esses materiais é menos previsível e requer métodos de união alternativos para obtenção de uma união forte e duradoura. Além disso, mais estudos devem ser conduzidos para se conhecer com maior segurança o desempenho clínico de tais restaurações.

Considerando que a composição e a microestrutura da superfície de restaurações em cerâmica pura podem ser importantes fatores na resistência de união efetiva entre cerâmicas e agentes cimentantes, Borges et al. (2003) avaliaram a influência do condicionamento com ácido fluorídrico (10%) e o jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 µm) na topografia da superfície de 6 diferentes cerâmicas. O condicionamento foi aplicado em diferentes tempos de acordo com o tipo de cerâmica: IPS Empress (Ivoclar – Vivadent) e Cergogold (Degussa) – 60 segundos; IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent) – 20 segundos; In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia (Vita) e Procera AllCeram (Nobel Biocare) – 2 minutos. As amostras foram analisadas em MEV, sob aumento 2000x. O jateamento com óxido de alumínio e o condicionamento com ácido fluorídrico produzem irregularidades nas cerâmicas IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold. Para In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia, o jateamento com óxido de alumínio e o condicionamento com ácido não alteraram a superfície em relação ao grupo controle (sem tratamento).

Ozcän e Vallittu (2003) estudaram a influência de três diferentes tratamentos de superfície (condicionamento com ácido fluorídrico, jateamento abrasivo com óxido de alumínio 110µm e tratamento triboquímico - Sistema Rocatec), em diferentes tipos de cerâmica: reforçada por leucita (Finesse – Ceram), zircônia infiltrada por vidro (Zirkonia Blank – Vita), dissilicato de lítio (IPS-Empress –

Ivoclar), alumina infiltrada por vidro (In-Ceram – Vita), alumina a 99,9% (Proceram AllCeram – Nobel Biocare) e alumina experimental (99,7%), sobre a resistência de união de um cimento resinoso à base de Bis-GMA (Variolink II). Após a cimentação, metade das amostras foi mantida seca à temperatura ambiente por 24 horas e a outra metade foi submetida a 6000 ciclos de termociclagem. As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento. Observaram que o ácido fluorídrico foi capaz de criar rugosidades e micro-retenções nas cerâmicas reforçadas por leucita e de dissilicato de lítio, mas foi sem efetividade nas cerâmicas à base de alumina e zircônia. O condicionamento age dissolvendo a fase vítrea das cerâmicas, facilitando a penetração da resina fluída através das microretenções. Os autores concluíram ainda que, o tratamento triboquímico aumenta o conteúdo de sílica em cerâmicas com elevado conteúdo cristalino, favorecendo o emprego de um agente silano e, podendo, portanto, ser uma alternativa para adesão a novos materiais à base de alumina. A resistência de união dos tratamentos empregados variou de acordo com o tipo de cerâmica.

Com o objetivo de avaliar e comparar a resistência de união de diferentes silanos e cimentos para a zircônia, Blatz et al. (2004) jatearam todas as amostras de zircônia (Procera AllZirkon) com partículas de óxido de alumínio 50µm e dividiram em 4 grupos: 1. Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Ativador com cimento Panavia F, 2. Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Ativador com cimento RelyX ARC, 3. Ceramic primer/ Single Bond com cimento RelyX ARC e 4. Cimento Panavia F sem aplicação de agente silano. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 3 ou 180 dias antes do teste de cisalhamento. As amostras de 180 dias foram termocicladadas por 12.000 ciclos. Os autores observaram que o envelhecimento artificial reduz significativamente a resistência de união e que, o agente silano que contém o monômero fosfato em sua composição proporciona uma adesão superior para qualquer um dos dois cimentos.

Derand et al. (2005) investigaram se a resistência ao cisalhamento entre a superfície de uma zircônia (Procera AllZirconia) e um agente cimentante (Variolink II) poderia ser aumentada por meio de tratamentos empregados na superfície da cerâmica como a silanização, o spray de plasma e fusão de pérolas vítreas. Além desses três métodos, houve um grupo controle sem tratamento. A zircônia foi cimentada sobre um substrato de resina composta e, após 1 hora da cimentação, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. O grupo controle e o grupo

tratado somente com silano apresentaram média de 0,8 e 0,4 MPa, respectivamente. Embora o uso de silano não seja capaz de promover reação química entre a zircônia e o componente resinoso, ele é capaz de melhorar o molhamento da superfície. Todavia, a silanização não melhorou a adesão, ao contrário, diminuiu a resistência. A aplicação de spray de plasma, um gás ionizado por um gerador de alta frequência, aumentou aproximadamente em três vezes a resistência adesiva quando comparado às superfícies não tratadas (3,5 MPa). Entretanto, o método que resultou nos maiores valores, estatisticamente diferente dos demais, foi a fusão de pérolas vítreas com média de 11,3 MPa. O teste de cisalhamento foi empregado nesse estudo por ser comumente utilizado, além de ser fácil e rápido e também refletir situações clínicas, embora muitos pesquisadores questionem se o ensaio de tração não seria o mais apropriado para avaliar a capacidade adesiva dos cimentos resinosos. No entanto, o estudo objetivou comparar diferentes tratamentos de superfície e suas relações com a resistência adesiva, e não determinar exatamente os valores para cada sistema utilizado.

Considerando a ocorrência de fratura da cerâmica de revestimento nas restaurações em cerâmica pura, Kim et al. (2005) objetivaram avaliar a resistência à tração de três sistemas cerâmicos, após a aplicação de vários tratamentos de superfície. Para estudo utilizaram espécimes de 3 sistemas cerâmicos: dissilicato de lítio (IPS Empress 2 – Ivoclar Vivadent), alumina (In-Ceram Alumina – Vita) e zircônia (Zi-Ceram – Dental Graphics Co.). Como grupo controle foi utilizado uma cerâmica feldspática (Duceram – Dentsply Ceramco). Cada material foi dividido em grupos (n=10), de acordo com o tratamento: jateamento com óxido de alumínio 50µm, jateamento com óxido de alumínio 50µm + condicionamento com ácido fluorídrico 4% e jateamento com partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica. Todos os grupos receberam aplicação de um agente silano (ESPE Sil – 3M ESPE). Após o tratamento de superfície, cilindros de resina composta (Z100 – 3M ESPE) foram polimerizados sobre os espécimes de cerâmica. Os espécimes foram armazenados a 37°C por 72h antes do teste de tração. Concluíram que espécimes de zircônia e alumina tratadas com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica e cerâmica à base de dissilicato de lítio tratadas com jateamento e condicionamento ácido apresentaram os maiores valores de resistência à tração para a resina composta.

Piwowarczyk et al. (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento de 11 diferentes tipos de cimentos a uma zircônia (Y-TZP), após a utilização de dois tratamentos de superfície. As amostras de zircônia (Sistema Lava -3M ESPE) foram divididas em 2 grupos de acordo com tratamentos de superfície: jateamento com partículas de óxido de alumínio 110µm e tratamento triboquímico (Sistema Rocatec – 3M ESPE). Para cada tratamento foram utilizados 11 cimentos, variando conforme a classe: cimento de fosfato de zinco (Fleck's zinc cement – Mizzy Inc.), 2 cimentos de ionômero de vidro convencionais (Fuji I – GC Corp, Ketac-Cem – 3M ESPE), 3 cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (Fuji Plus – GC Corp, Fuji Cem – GC Corp, RelyX Luting – 3M ESPE), 4 cimentos resinosos convencionais (RelyX ARC – 3M ESPE, Panavia F - Kurary, Variolink II – Ivoclar Vivadent, Compolute - 3M ESPE) e 1 cimento resinoso auto-adesivo (RelyX Unicem – 3M ESPE). Os cimentos resinosos utilizados são de dupla polimerização e foram utilizados com e sem ativação com luz. Realizados os procedimentos de cimentação, metade de cada grupo foi testada, a primeira 30 minutos depois e a outra metade foi armazenada por 14 dias e termociclada (1000 ciclos). Os autores concluíram que não é possível alcançar uma resistência de união entre a zircônia utilizando cimento de fosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro convencional e modificado por resina, ressaltando ser instável essa união após armazenagem; dentro dos grupos de cimentos resinosos os valores variaram bastante; o RelyX Unicem apresentou os maiores valores, demonstrando que a presença de monômeros ácido fosfórico metacrilato em sua composição contribui para uma maior resistência com a zircônia; o tratamento triboquímico associado ao cimento adesivo apresentou os maiores valores, após o envelhecimento.

Bottino et al. (2005) avaliaram o efeito da silicatização na resistência à micro-tração na zircônia. As amostras de zircônia (In-Ceram Zirconia – Vita) foram submetidas a 3 tratamentos de superfície: 1. Jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110µm (grupo controle); 2. Tratamento triboquímico que consiste em jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110µm, jateamento com partículas de óxido de alumínio modificada por sílica de 110µm e aplicação de silano (Sistema Rocatec – 3M ESPE); 3. Tratamento triboquímico, utilização dos mesmos procedimentos do grupo dois com o segundo passo modificado, as partículas modificadas por sílica possuem uma granulação de 30µm (Sistema CoJet – 3M ESPE). Todas as amostras foram cimentadas no substrato de resina composta com

o cimento Panavia F (Kuraray) e armazenadas em água destilada por 7 dias. Os tratamentos triboquímicos 2 e 3, apresentaram valores estatisticamente maiores que o grupo 1, confirmando a hipótese segundo a qual a silicatização aumentaria a resistência de união.

Amaral et al. (2006) avaliaram três jateamentos como tratamento superficial de zircônia (In-Ceram Zirconia), sendo um à base de óxido de alumínio com partículas de 110µm (Korox, Bebo, Bremen) e os outros dois com partículas revestidas por sílica com dimensões diferentes: 110µm (Sistema Rocatec - 3M ESPE) e 30µm (CoJet-Sand - 3M ESPE). As amostras de cerâmica foram polidas e limpas por 10 minutos em ultrassom com solução de acetato. Após o tratamento de superfície, todas foram silanizadas e cimentadas em blocos de resina utilizando um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias. O conjunto resina composta + cerâmica foi cortado e as fatias obtidas submetidas a teste de micro-tração. Concluiu-se que ambos os sistemas de silicatização (Rocatec 24,6 MPa e CoJet 26,7 MPa) foram superiores ao de óxido de alumínio (20,5 MPa), não havendo diferença estatisticamente significativa entre as dimensões das partículas utilizadas. No entanto, discutiu-se a possível perda de material em detrimento do tratamento de superfície, o que pode resultar em falhas na margem da prótese, principalmente quando partículas maiores são utilizadas. Como a zircônia utilizada nesse estudo é infiltrada por vidro e houve a incorporação de partículas de sílica devido ao jateamento na superfície da cerâmica, propuseram que o agente silano seria capaz de promover interações químicas entre o componente resinoso e a cerâmica. O teste de micro-tração foi utilizado por haver uma distribuição de força mais homogênea sobre a interface adesiva. Ainda assim, os resultados encontrados estão de acordo com experimentos que utilizaram o teste de cisalhamento.

Considerando que cimentos resinosos requerem tratamentos de superfície prévios à cimentação, Atsu et al. (2006) tiveram por finalidade testar a hipótese de que o jateamento com partículas revestidas por sílica (CoJet – 3M ESPE), juntamente com a aplicação de silano (Clearfil Porcelain Bond Activator) e adesivo (Clearfil Liner Bond 2V) que contém MDP aumenta a força adesiva entre a cerâmica de óxido de zircônio e um cimento à base de MDP (Panavia F), através de teste de cisalhamento. Amostras de cerâmica de zircônia (Cercon) sofreram jateamento com partículas de 125 µm de Al_2O_3 e, posteriormente, foram limpas em

ultra-som com álcool isopropílico a 96% por 3 minutos. Passaram, então, por diferentes tratamentos de superfície, formando 6 grupos: o grupo 1 não apresentou qualquer outro tratamento de superfície; o grupo 2 aplicação de silano; no grupo 3 foi aplicado o agente adesivo e silano; o grupo 4 sofreu apenas a silicatização; o grupo 5 foi silicatizado, seguido da aplicação de silano; e o grupo 6 foi silicatizado seguido pela aplicação de agente adesivo e silano. Cilindros de resina composta (3 mm de diâmetro) foram cimentados nas amostras de zircônia com o Panavia F e submetidos a teste de cisalhamento, após serem armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. As médias (MPa) obtidas para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6 foram, respectivamente, 15,7; 16,5; 18,8; 21,6; 21,9; 22,9. Observou-se que quando da aplicação do CoJet houve um aumento significativo nos valores de resistência e isto foi explicado devido a ligação química entre as partículas de sílica na superfície da cerâmica e o agente silano. Dessa forma, obteve-se o maior valor quando se associou o sistema de silicatização aos agentes adesivos e ao silano, confirmando a hipótese testada. Os grupos que obtiveram os menores valores apresentaram falha do tipo adesiva (na interface), enquanto os grupos com maior resistência apresentaram falhas mistas ou coesivas no cimento.

Yoshida et al. (2006) realizaram ensaio de cisalhamento para avaliar a resistência de união de um cimento resinoso ao óxido de zircônio puro (99.9%) e à zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítrio (Y-TZP), bem como o efeito do MDP Primer e do Zirconate Primer como tratamento. Metade das amostras não recebeu tratamento e na outra metade foram aplicados vários primers com diferentes concentrações (monômero MDP foi adicionado ao MDP Primer em diferentes concentrações e o agente de união zirconato foi, ainda, adicionado ao Zirconate Primer em concentrações variadas). Na Y-TZP também foi utilizado um primer cerâmico. O ensaio de cisalhamento ocorreu em dois tempos: 24h e 24 + 10000 termociclos. Os autores observaram que a mistura do monômero MDP e o agente de união zirconato foi efetiva para união forte entre cimento resinoso e zircônia.

A resistência ao cisalhamento entre zircônia e dois sistemas de cimentação foi estudada por Kumbuloglu et al. (2006), após a utilização de duas formas de tratamento de superfície. As superfícies da zircônia (DCS Zirconia - Dental AG) foram submetidas ao jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm ou ao tratamento triboquímico (Sistema Rocatec – 3M ESPE). Combinado ao

tratamento, foram utilizados dois cimentos resinosos (RelyX Unicem – 3M ESPE e Panavia F – Kuraray), ambos com uma composição ácida. A resistência de união foi testada após armazenamento em água por 7 dias e após armazenamento em água por 24h mais termociclagem (2000 ciclos). Os autores encontraram uma maior resistência de união quando da utilização do tratamento triboquímico associado ao cimento RelyX Unicem e menores valores quando da utilização do Panavia F com jateamento como tratamento. Concluíram que as condições de armazenamento e os tratamentos utilizados não afetaram significativamente as propriedades de união do Panavia F e do RelyX Unicem.

Para avaliar a resistência adesiva de diferentes cimentos a uma zircônia estabilizada por ítrio (Cercon Smart Ceramics), Lüthy et al. (2006) utilizaram um cimento de ionômero de vidro (Ketac-Cem - 3M ESPE), um cimento resinoso à base de Bis-GMA (Nexus - Kerr), um resinoso à base de 4-META (Superbond C&B, Sun Medical) e três cimentos resinosos à base de monômero ácido fosfórico (Panavia 21- Kuraray, Panavia F- Kuraray, Rely X Unicem - 3M ESPE). Todas as superfícies cerâmicas foram jateadas com partículas de 110µm de óxido de alumínio e, para o cimento Nexus, foi formado outro grupo, utilizando como tratamento a silicatização (Sistema Rocatec - 3M ESPE). Antes da realização do ensaio de cisalhamento, os espécimes foram mantidos em água destilada a 37°C por 48 horas e metade foi submetida à termociclagem de 10000. Relataram que o cimento de ionômero de vidro (6,5 MPa/33 horas e 1,4 MPa/333 horas) e o resinoso à base de Bis-GMA (7,3 MPa/33 horas e 2,5 MPa/333 horas) apresentaram os menores valores de resistência. Não houve diferença estatisticamente significativa entre o adesivo Superbond (44,5 MPa/33 horas e 29,4 MPa/333 horas) e o cimento Rely X Unicem (39,2 MPa/33 horas e 36,7 MPa/333 horas), e a termociclagem diminuiu a resistência de ambos. Em relação aos cimentos Panavia, ambos sofreram aumento na resistência após termociclagem (Panavia F 52,4 MPa/3h e 55,7 MPa/333h e Panavia 21 63,4 MPa/3h e 73,8 MPa/333h), provavelmente devido ao pouco tempo de envelhecimento por meio de termociclagem (aproximadamente 14 dias). Ainda assim, foram os que obtiveram os maiores valores de resistência, sendo o Panavia 21 o cimento com maior valor de resistência adesiva.

Considerando ser difícil o estabelecimento de uma união estável e duradoura entre a zircônia e agentes resinosos, por meio de métodos de tratamento de superfície convencionais, Aboushelib et al., 2007, avaliaram a resistência de

união por meio da micro-tração de uma cerâmica Y-TZP (Cercon Base – DeguDent) submetida à maturação térmica e à asperização (infiltração) seletiva da superfície. Em um dos grupos os espécimes foram submetidos a estresse térmico (aquecidos até 750°C, resfriados a 650°C por um minuto, reaquecidos a 750°C por um minuto e deixados para resfriar à temperatura ambiente) e cimentados com cimento contendo MDP (Panavia F 2.0 – Kuraray). Nos outros três grupos as amostras de zircônia foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 110µm e cimentadas com três cimentos resinosos: Panavia F 2.0, RelyX ARC (3M ESPE) e Bistite II DC (J Morita). O grupo que foi tratado com infiltração seletiva obteve o maior valor de resistência adesiva. Existiu uma interação significativa entre o tempo de armazenagem e a técnica de cimentação, apresentando redução de valores de união com o passar do tempo, exceto para os grupos cimentados com o Panavia F 2.0 (jateados e infiltração seletiva). As fraturas foram coesivas para todos os grupos no período inicial do teste, permanecendo, assim, apenas para o grupo da maturação térmica após armazenamento em água. Os autores concluíram que a infiltração seletiva da superfície é um método confiável por ter estabelecido uma união resistente.

Com o objetivo de determinar a resistência à tração e ao cisalhamento de uma cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro reforçada por zircônia, Della Bona et al. (2007) testaram a hipótese de que o sistema de silicatização resulta em maiores valores de resistência de união do que outros tratamentos de superfície. Três tratamentos de superfície foram avaliados: condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% (Ultradent Dental Products), jateamento com partícula de óxido de alumínio de 25µm (Hanbiblaster – Chameleon Dental Products) e silicatização com sistema CoJet (3M ESPE). Aplicou-se um agente silano e um adesivo em todos os corpos de prova. Cilindros de resina composta com 3,5mm de diâmetro foram construídos sobre a superfície tratada da cerâmica. Houve diferença estatística entre os três tratamentos de superfície, sendo que o jateamento com óxido de alumínio revelou valores significativamente maiores (7,6 MPa para tração e 13,9 MPa para cisalhamento) que o condicionamento ácido (3,5 MPa para tração e 10,4 MPa para cisalhamento), já os valores do sistema de silicatização atingiram os maiores valores (10,4 MPa para tração e 21,6 MPa para cisalhamento), em ambos os testes. A análise em microscopia de luz demonstrou que todos os espécimes fraturaram na interface adesiva, independentemente do teste utilizado. Os autores chegaram à

conclusão de que a silicatização aumenta a resistência adesiva em ambos os testes e que, apesar dos valores obtidos serem diferentes para cada um, a média entre os valores é similar para os dois testes.

Lee et al. (2007) compararam o efeito de métodos de condicionamento de superfície na resistência de união entre cimento resinoso e zircônia. Sessenta amostras de zircônia foram divididas em dois grupos, de acordo com o tratamento de superfície: jateamento com partículas com óxido de alumínio de 110µm e tratamento triboquímico (Sistema Rocatec). Para cada tratamento, os espécimes foram cimentados com 3 cimentos: RelyX ARC (3M ESPE), Panavia F (Kuraray) e Superbond C&B (Sun Medical). Todas as amostras foram levadas para o ensaio de cisalhamento, após terem sido armazenadas por 24h em água destilada 37°C. Os autores concluíram que houve um aumento na resistência para todos os cimentos quando o tratamento triboquímico foi utilizado; o cimento que possui o monômero fosfatado (Panavia F) e o que contém o 4-META (Superbond C&B) tendem a unirem-se quimicamente à zircônia, demonstrando maiores valores quando comparados ao cimento de Bis-GMA (RelyX ARC) e o Superbond C&B associado ao tratamento triboquímico, apresentou os maiores valores de união.

Tendo em vista compreender se a resistência de união da zircônia é influenciada por diferentes métodos de condicionamento de superfície e por condições de armazenamento, Wolfart et al. (2007) avaliaram 6 grupos (n=120), dependendo do cimento e do tratamento de superfície. Para unir o substrato resinoso à zircônia metade das amostras foi cimentadas com cimento resinoso convencional (Variolink II) e a outra, com cimento resinoso (Panavia F) contendo um monômero fosfatado (MDP). Para cada cimento (n=60) foram utilizados três diferentes tratamentos na superfície cerâmica: 1. Sem tratamento superficial, aplicação direta do cimento; 2. Limpa por 15 segundos com jato de hidrocarboneto de sódio; 3. Jateamento com Al₂O₃ de 50µm. Antes do ensaio de micro-tração, cada grupo foi dividido em 2 subgrupos de 10 amostras que foram armazenados em água destilada (37 °C), por 3 ou 150 dias. Além disso, as amostras de 150 dias foram termocicladas por 37.500 ciclos. Os autores concluíram que a resistência de união é influenciada tanto pelo tratamento de superfície como pelas condições de armazenagem. Ressaltaram que não só a limpeza, mas rugosidade e ativação da superfície por jateamento com partículas de Al₂O₃ antes da união adesiva e o uso de

um cimento resinoso contendo MDP é necessário para alcançar uma adesão duradoura à zircônia.

A cimentação confiável de materiais à base de zircônia é complexa, dificultando a utilização da zircônia como material restaurador. Essa união poderia ser alcançada através de infiltração seletiva da superfície em combinação com um primer (ABOUSHLIB et al., 2008). O objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união de um cimento contendo MDP à zircônia, utilizando como tratamentos de superfície a asperização (infiltração) seletiva da superfície e diferentes primers preparados pelos autores. Os discos de zircônia (Procera Zircônia) foram divididos em dois grupos, um foi utilizado como controle e, no outro, as amostras foram infiltradas seletivamente e divididos em cinco diferentes grupos, de acordo com o primer utilizado. As amostras foram cimentadas em discos de resina composta (Tetric Ivo Ceram) com o cimento Panavia F 2.0 e armazenadas em local seco a temperatura ambiente por 24 horas, posteriormente foram submetidas ao teste de micro-tração. Os grupos que foram tratados com infiltração seletiva associados aos primers obtiveram valores maiores de resistência ($41 \pm 5,8$ MPa), quando comparados ao grupo controle ($2,6 \pm 3,1$ MPa). Os autores observaram ainda que, mesmo tendo utilizado um cimento com MDP, o grupo controle apresentou valor baixo, indicando que sem o jateamento como pré-tratamento nenhum efeito benéfico pode ser associado ao MDP sozinho. Ao atentarem-se ao modo de falha, encontraram falha do tipo adesiva com exposição da superfície da zircônia e, para o grupo controle, a falha foi predominante coesiva. A análise em microscopia eletrônica de varredura revelou que a infiltração seletiva resultou em uma superfície com nano-retenção, na qual o primer foi capaz de penetrar e se ligar, explicando o aumento na resistência observado para os grupos tratados.

A fim de observar o desempenho de tratamentos de superfície e do armazenamento em água sobre a resistência ao cisalhamento de uma zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (Denzir), Lindgren et al. (2008) avaliaram três grupos: 1. Aplicação do cimento RelyX Unicem, sem nenhum tratamento na superfície da cerâmica; 2. Aplicação de um primer para metal (Metal Primer II) e o mesmo cimento; 3. Aplicação de um primer cerâmico (Ceramic Primer) e o cimento RelyX Unicem. Após a cimentação, as amostras foram mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas, previamente ao teste de cisalhamento. Seguidos ao teste, os corpos de prova foram submetidos ao jateamento com partículas de óxido de

alumínio de 110µm, repetindo-se a cimentação e o teste. Para assegurar que todo o cimento havia sido removido com o jateamento, os corpos de prova foram observados em microscopia de luz. Estes corpos de prova foram mantidos em água destilada a 37°C por 180 dias antes do teste. Para os corpos de prova mantidos apenas 24h em água, não houve diferença estatisticamente significativa dentre os grupos antes ou depois do jateamento. No entanto, os grupos que sofreram jateamento e utilizaram primer, tanto metálico quanto cerâmico, obtiveram valores de resistência maiores do que dos grupos não tratados. Após 180 dias, o grupo em que foi aplicado o primer metálico teve uma resistência maior do que o grupo do primer cerâmico e do grupo sem primer. Adicionalmente, não houve diferença estatística entre a resistência de 24 horas e 180 dias para o grupo jateado e com primer metálico. Os autores compreenderam que o jateamento e o tratamento superficial com um primer metálico é um método eficiente para aumentar a resistência de união em superfícies cerâmicas à base de zircônia.

A zircônia, por ser um material completamente bioinerte, possui uma superfície apolar com alta resistência à corrosão, mas também sem potencial de adesão química. Com objetivo de avaliar a hidroxilação da superfície da zircônia como um pré-tratamento para cimentos resinosos, Lohbauer et al. (2008) compararam a hidroxilação da zircônia (YZ Cubes - VITA) por meio de seis métodos químicos com superfícies não tratadas e tratadas mecanicamente. Foram utilizados cinco tratamentos ácidos (H_3PO_4 5mol; $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2 = 3:1$; $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4:\text{HCl} = 4:1$; e $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4:\text{HCl} + \text{Silano}$) e um alcalino (NaOH a 15mol) nas superfícies da zircônia que já estavam pré-tratadas a partir de jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110µm. As amostras foram cimentadas com cimento resinoso dual Panavia F 2.0 (Kurakay) ou Multilink (Ivoclar Vivadent). A hidroxilação com solução de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ associado ao cimento Multilink atingiu uma resistência média de 12,47MPa. O tratamento triboquímico (Sistema Rocatec - 3M ESPE) e cimentação com Multilink obteve a maior resistência (19,33 MPa). O cimento Panavia F não obteve valores estatisticamente diferentes para as superfícies sem tratamento (11,60 MPa) e hidroxiladas (12,43 MPa). Além disso, a cimentação com Multilink pode ter sua resistência aumentada através do uso de silano e solução de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$, sendo que a utilização desta deve ser discutida pelo seu potencial corrosivo. A substância alcalina não apresentou hidroxilação efetiva. Também puderam concluir que a cimentação com Panavia F não é afetada pela hidroxilação, o potencial de

união química deste cimento está relacionado com monômero fosfato presente em sua composição.

Re et al. (2008) avaliaram a resistência ao cisalhamento de dois cimentos resinosos contendo monômero fosfatado (RelyX Unicem – 3M ESPE e Panavia F 2.0 - Kuraray) para superfícies de zircônia de dois fabricantes submetidas a três tratamentos de superfície. Quarenta amostras de zircônia para um fabricante (Lava – 3M ESPE) e quarenta para outro (Cercon – Dentsply) foram submetidas a 4 grupos de tratamento: sem nenhum tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50µm, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110 µm e silicatização (Sistema Rocatec – 3M ESPE) associado a silanização (ESPE Sil – 3M ESPE). Os dois cimentos foram depositados na superfície cerâmica com auxílio de uma matriz metálica. Até o teste, as amostras foram armazenadas em água destilada por 7 dias. Contudo, pode-se concluir que a rugosidade da superfície dada por jateamento aumentou a resistência de união dos cimentos para a zircônia, sendo que, o Panavia F 2.0 foi menos influenciado pelos tratamentos que o RelyX Unicem.

Um novo procedimento para aumentar a resistência da cimentação adesiva da zircônia tem sido testado por Aboushelib et al. (2009), que é a infiltração seletiva da superfície, capaz de criar uma superfície retentiva na qual o cimento resinoso pode infiltrar-se. O objetivo desse estudo foi avaliar a resistência em longo prazo da cimentação adesiva da zircônia, utilizando a infiltração seletiva como tratamento de superfície e quatro novos primers. Quarenta discos de zircônia sofreram infiltração seletiva e foram separados em quatro grupos, sendo que em cada grupo foi aplicado um primer fabricado pelos autores. As amostras foram submetidas ao teste de micro-tração, imediatamente após a cimentação e após 90 dias de armazenamento em água. A ativação dos primers e o tipo de fratura foram analisados em espectroscopia de infravermelho. O armazenamento em água resultou em diminuição da resistência adesiva para todos os primers testados além de aumentar as fraturas adesivas (na interface). A espectroscopia mostrou que todos os primers haviam sido devidamente ativados previamente à sua utilização. Os autores puderam concluir que a resistência em longo prazo da cimentação adesiva da zircônia está diretamente relacionada aos aspectos químicos dos materiais utilizados, e, que materiais mais hidrofóbicos deveriam ser pesquisados e produzidos para resistir aos efeitos prejudiciais da hidrólise.

Cavalcanti et al. (2009a) avaliaram a influência de tratamentos de superfície e primers metálicos na resistência de união da zircônia (Y-TZP). As amostras de zircônia (Cercon - Degudent) foram divididas em 3 grupos (n=80), de acordo com tratamento de superfície: sem tratamento de superfície, jateamento com partículas de óxido de alumínio e irradiação com laser YAG. Após esse processo, cada grupo foi subdividido em quatro grupos (n=20): sem tratamento, aplicação de um primer à base de MDP/VBATDT (Alloy Primer –Kuraray), aplicação de um primer à base de MEPs (Metal Primer II – GC Corporation) e aplicação de primer à base 6-MTU (Metalite – Tokuyama Dental Corporation). Após os tratamentos de superfície e aplicação dos primers, cada grupo (n=20) foi dividido de acordo com o cimento utilizado: cimento à base de MDP (Panavia F 2.0 – Kuraray) e cimento à base de Bis-GMA (Calibra – Dentsplay). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de micro-cisalhamento, 24h após a cimentação. Concluíram que: o jateamento aumentou a resistência de união para ambos os cimentos; os corpos de prova jateados e irradiados com laser apresentaram maiores valores para o cimento à base de Bis-GMA, quando comparados ao cimento que contém MDP; nas superfícies sem tratamento os cimentos se comportaram de maneira semelhante; os primers metálicos aumentaram a resistência de união, independente do cimento e do tratamento; o jateamento e primers metálicos aumentaram a resistência de união para a zircônia.

No mesmo ano, Cavalcanti et al. realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de apresentar conceitos fundamentais para a aplicação clínica da zircônia (Y-TZP). Os autores compreenderam que: jateamento com partículas de óxido de alumínio (silanizados ou não) apresenta-se como o tratamento de superfície mais frequentemente indicado para melhorar a união entre os cimentos resinosos à Y-TZP. Embora estudos tenham indicado que alguns tratamentos de superfície podem reduzir as propriedades mecânicas da Y-TZP, este efeito pode estar relacionado com a técnica de jateamento. O uso de monômeros funcionais especiais pode unir quimicamente ao dióxido de zircônio, parecendo melhorar a qualidade da união entre cimento resinoso e cerâmica. Esses monômeros são encontrados tanto em cimento resinoso e primer. Apesar de vários estudos científicos disponíveis, estudos clínicos são necessários para avaliar o comportamento em longo prazo das restaurações Y-TZP e estabelecer quais

materiais e técnicas devam ser recomendados para cimentação dessas restaurações.

Lehmann e Kern (2009) realizaram ensaio de tração para avaliar resistência de união na zircônia, utilizando diferentes primers. As amostras de zircônia (Cercon- Degudent) foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50µm e divididas em quatro grupos: 1. Cimento Multilink Automix (Ivoclar Vivadent), sem aplicação de primer; 2. Cimento Multilink Automix, usado depois da aplicação do Metal/Zircônia Primer (Ivoclar Vivadent); 3. Cimento Multilink Automix, usado depois da aplicação do Alloy Primer (Kuraray); 4. Cimento Panavia F, sem utilizar primer. Cada grupo foi dividido em dois subgrupos, de acordo com o envelhecimento: 3 dias em água destilada ou 150 dias mais termociclagem (37.500 ciclos). Os autores puderam observar que a aplicação de primers para o cimento Multilink Automix melhorou significativamente a resistência de união, quando comparados ao grupo sem aplicação de primer; após o envelhecimento, no grupo do Multilink Automix sem primer, os corpos de prova desuniram espontaneamente; o grupo que foi aplicado o Alloy Primer não mostrou diferença estatisticamente significante em relação ao grupo do Panavia F. Concluíram que o uso de primers na superfície jateada da zircônia melhora a resistência de união.

Oyagüe et al. (2009) avaliaram a influência do condicionamento de superfície e da seleção do cimento resinoso na resistência à micro-tração da zircônia. Para isso, 18 blocos de zircônia (Cercon) foram divididos em três grupos (n=6) de acordo com o tratamento: 1. Jateamento com partículas de óxido de alumínio de 125µm; 2. Tratamento triboquímico usando partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica; 3. Não receberam nenhum tratamento. Os cilindros de compósito foram unidos à cerâmica usando: 1. Calibra; 2. Clearfil Esthetic Cement; 3. RelyX Unicem. Após a cimentação, os corpos de prova foram armazenados por 24 horas, em seguida, foram seccionados em palitos para posterior ensaio de micro-tração. Observaram por meio de microscopia de força atômica a topografia da superfície e a rugosidade média das superfícies cerâmicas. Os autores perceberam que o cimento Clearfil Esthetic Cement apresentou valores de união estatisticamente superior aos outros cimentos. Relacionaram o fato à presença do monômero fosfatado (MDP) no sistema silano/cimento, mostrando a capacidade do monômero ácido funcional de reagir com o substrato. Desse modo, a seleção do

cimento pareceu ser um fator relevante para adesão das cerâmicas de óxido de zircônio.

Nothdurft et al. (2009) estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento da zircônia, utilizando cimentos contendo monômero fosfatado (Panavia EX, Panavia F2.0 e RelyX Unicem) e outros que não apresentavam monômero fosfatado em sua composição (Bifix QM, Dual Cement, Duo Cement Plus, Multilink Automix, ParaCem Universal DC, PermaCem Smartmix, RelyX ARC, Variolink Ultra e Variolink II). Antes dos procedimentos de cimentação sobre a superfície cerâmica (Digizon-A), as amostras foram divididas em doze grupos (n=30). Todas as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 100µm e, em seguida, três protocolos de cimentação diferentes foram utilizados para cada cimento: 1. Sem tratamento adicional; 2. Silicatização com sistema Rocatec, que emprega partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica; 3. Silicatização mais silanização com ESPE Sil. Os corpos de prova foram armazenados até o teste de cisalhamento por 48h. Os cimentos que contêm monômeros fosfatados apresentaram uma resistência média estatisticamente maior do que os cimentos sem esse monômero, com exceção dos cimentos Bifix QM e Multilink Automix, que utilizaram silano e primer específico do sistema. O sistema de silicatização promoveu um aumento significativo na resistência dos cimentos sem fosfato. Os autores concluíram que, apesar dos diferentes tratamentos de superfície aumentarem a resistência adesiva à zircônia, o principal fator para atingir uma resistência satisfatória é a escolha correta do cimento.

Phark et al. (2009) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície e sistemas de cimentação na resistência ao cisalhamento da zircônia. As amostras de zircônia (Procera Zircônia – Nobel Biocare) apresentaram-se de duas formas: superfície modificada (denominada de NobelBond) e superfície usinada. A zircônia com superfície usinada foi dividida em três grupos, de acordo com o tratamento de superfície: sem tratamento e jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110µm e 50µm. Todas cimentadas com o cimento à base de MDP (Panavia F 2.0 - Kuraray). Para a superfície modificada, os grupos apresentaram-se sem tratamento e com jateamento com partículas de 50µm, sendo usados mais dois sistemas de cimentação resinosos: à base de Bis-GMA (RelyX ARC – 3M ESPE) e um auto-adesivo à base de éster fosfórico metacrilato - RelyX U100 - 3M ESPE. Com a zircônia modificada, também foi utilizado o jateamento com partículas de

110µm, somente para o cimento Panavia F 2.0. Nos cimentos Panavia F 2.0 e RelyX ARC foram utilizados os primers correspondentes do sistema. Metade dos espécimes de cada grupo foram testados 3 dias após a cimentação e a outra metade foi armazenada por 90 dias e termociclada (20.000 ciclos). Compreenderam que a resistência ao cisalhamento para a superfície modificada sem jateamento foi estatisticamente maior que para zircônia usinada com e sem jateamento; o jateamento aumenta a resistência de união para a zircônia usinada, independente do tamanho da partícula; armazenamento reduz a resistência de união.

Considerando que o jateamento causa danos na superfície cerâmica, uma técnica de união para zircônia seria através de interação química entre a zircônia e os sistemas de cimentação. De Souza et al. (2010) analisaram o efeito de primers, sistemas de cimentação e envelhecimento na resistência adesiva da zircônia. As amostras de zircônia (Lava Frame) foram tratadas quimicamente, ou com Alloy Primer (Kuraray), ou com Epiguard Primer (Kuraray), ambos contendo o monômero ácido funcional (MDP), sendo que o primeiro possui outro monômero (VBATDT) em sua composição, o qual apresenta uma ligação direta com metais nobres. O grupo controle não recebeu nenhum tratamento. As amostras foram cimentadas com RelyX Unicem (3M ESPE) ou com o Panavia 21 (Kuraray). Os ensaios de micro-tração foram realizados em dois tempos, 24h ou 60 dias mais termociclagem (5000 ciclos), após a cimentação. Os autores observaram que os grupos tratados com o Alloy Primer apresentaram valor de união mais alto que os grupos tratados com o Epiguard Primer e que os grupos controles tiveram os valores de união menor. Quanto ao agente de cimentação, o RelyX Unicem promoveu resistência de união maior quando comparado com o Panavia 21. A média de resistência de união diminuiu após o processo de envelhecimento. Relataram, ainda, que a aplicação de primer contendo MDP pode aumentar a resistência de união entre a zircônia e o sistema de cimentação, sem nenhum tratamento mecânico, dependendo do sistema de cimentação utilizado. O tratamento químico pode resultar em uma alternativa confiável para alcançar resistência de união.

Yun et al. (2010) estudaram a influência do jateamento e de primers metálicos na resistência ao cisalhamento de três diferentes cimentos resinosos para uma zircônia de alto conteúdo cristalino (Y-TZP). As amostras de zircônia (Rainbow – Dentium) foram divididas em 12 grupos, de acordo com o tratamento (controle, jateamento, aplicação de primer metálico, jateamento mais aplicação de primer

metálico) e com o cimento resinoso (dupla polimerização: Panavia F 2.0 – Kuraray; polimerização química: Superbond C&B - Sun Medical; auto-adesivo: M Bond – Tokuyama Dental Corp.). Os primers utilizados foram produzidos e recomendados pelos mesmos fabricantes para cada cimento resinoso. Após os procedimentos de cimentação, as amostras foram armazenadas por 24h a 37°C e termocicladas por 5000 ciclos e, em seguida, submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os autores concluíram que o tratamento da superfície somente com primers metálicos pode não garantir união durável da zircônia à cimentos resinosos e que o jateamento associado a primers foi eficaz para os três cimentos testados, especialmente para Panavia F 2.0. Assim, consideram necessário o desenvolvimento de um primer específico para zircônia, ao invés da utilização de primers metálicos e cerâmicos existentes.

Com o objetivo de avaliar e comparar a influência de diferentes primers e cimentos resinosos na resistência à tração para cerâmica à base de sílica (GN-1 Ceramic Block - GC) e zircônia (Cercon – Degudent), Kitayama et al. (2010) jatearam todos os espécimes de ambas as cerâmicas com partículas de óxido de alumínio de 70µm e, para cada agente cimentante, existia um grupo sem utilização de primer e o outro com a aplicação de primer do mesmo fabricante do cimento, da seguinte forma: Bistite II/ Tokuso Ceramic Primer (Tokuyama Dental), Linkmax/ CG Ceramic Primer (GC), RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer (3M ESPE), Panavia F 2.0/ Clearfil Ceramic Primer (Kuraray) e Resicem/ Shofu Porcelain Primer ou AZ Primer (Shofu). Realizada a cimentação, os corpos de prova foram armazenados 24h a 37°C até o ensaio de tração. Os autores observaram que os primers contendo agente silano são efetivos para cerâmica à base de sílica e que os primers contendo monômero de ácido fosfato (MDP) e monômero éster fosfato aumentam a resistência de união dos cimentos resinosos a zircônia, fato que pode ser explicado devido ao jateamento prévio na superfície da zircônia.

Levando em conta a existência de várias interações químicas, possíveis de serem usadas, visando desenvolver a união cerâmica/cimento resinoso, bem como as abordagens específicas avaliadas para cerâmicas à base de zircônia, Magne et al. (2010) testaram o efeito de um novo primer experimental, uma mistura de monômeros de ácido carboxílico e organofosfatos (Z-Primer Plus) na resistência adesiva da zircônia. As amostras de zircônia foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50µm e divididos em oito grupos (n=5), de acordo com primer e o

sistema de cimentação. Os sistemas de cimentação (BisCem - Bisco Inc., Duo-Link - Bico Inc., Panavia F 2.0 – Kuraray) foram aplicados em superfícies sem tratamento e tratadas com o zircônia primer (Z-Plus – Bisco Inc.). O zircônia primer foi testado com o cilindros de resina composta (Z-100 - 3M ESPE) e em um outro grupo, utilizando o Panavia F 2.0 como cimento, foi aplicado outro primer (Clearfil Ceramic Primer). As amostras foram armazenadas por 24h e submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os autores observaram que os grupos que utilizaram o Z-Primer Plus apresentaram os maiores valores de união. Quando utilizaram o Panavia F 2.0 com o Clearfil Ceramic Primer os valores foram baixos, similares aos grupos sem aplicação de primer, indicando que, quando o agente de cimentação apresenta MDP em sua composição, pode não ser necessário utilizar um primer que o contenha.

Qeblawi et al. (2010) observaram a influência do tratamento mecânico na resistência à flexão da zircônia (Y-TZP) e o efeito de tratamentos mecânicos e químicos na resistência de união entre a zircônia e um cimento resinoso. Para avaliar a resistência à flexão, os espécimes de zircônia (IPS e.max ZirCAD – Ivoclar Vivadent) foram divididos em 4 grupos (n=16): sem tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, silicatização (partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica) e abrasão manual com instrumento rotário sob irrigação. O teste de resistência à flexão foi realizado 24h após armazenamento das amostras em água a 37°C. Para avaliar a resistência ao cisalhamento, amostras de zircônia foram divididas em 16 grupos (n=12). Cada grupo foi submetido à combinação de tratamentos químicos (controle - sem tratamento, condicionamento com ácido fluorídrico e silanização, apenas silanização, aplicação de primer para zircônia) e mecânicos (sem tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, silicatização e abrasão manual com instrumento rotário sob irrigação), de modo que todos foram cimentados com o cimento resinoso Multilink Automix (Ivoclar-Vivadent). Concluída a armazenagem, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Para analisar o envelhecimento artificial, os grupos que obtiveram os maiores valores foram duplicados, armazenados por 90 dias e termociclados (6000 ciclos). Os autores identificaram que o jateamento com óxido de alumínio e abrasão manual aumenta significativamente a resistência à flexão. Quanto ao teste de cisalhamento, os valores de resistência que foram encontrados: silicatização + silanização > abrasão manual + zircônia primer > jateamento + silanização > zircônia primer > jateamento + zircônia primer. O

envelhecimento artificial resultou em diminuição significativa na resistência de união. Concluíram que a modificação mecânica na superfície da zircônia aumenta a resistência à flexão, tratamentos de superfície melhoraram a união do cimento resinoso à zircônia, e, que a combinação de condicionamentos químicos e mecânicos são essenciais para uma união duradoura entre a cerâmica e cimento resinoso.

Shahin e Kern (2010) avaliaram a retenção de coroas de zircônia cimentadas com dois cimentos convencionais (cimento de ionômero de vidro e cimento de fosfato de zinco) e um cimento resinoso, antes e após o envelhecimento. As coroas de zircônia foram divididas em três grupos (n=32) de acordo com o cimento (cimento de ionômero de vidro – Ketac Cem Maxicap/ 3M ESPE; cimento de fosfato de zinco - Hoffmann Quick Setting/Hoffmann; cimento resinoso - Panavia 21/ Kuraray) e cada grupo foi subdividido em dois grupos: jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50µm e sem jateamento. Antes do ensaio de tração, as amostras foram armazenadas em água destilada 37°C e em dois tempos: 3 dias ou 150 dias + termociclagem (37.500 ciclos) + ciclagem dinâmica (300.000 ciclos). Os autores observaram que o jateamento aumentou a retenção da coroa, enquanto que o envelhecimento diminuiu, bem como perceberam, também, que o cimento resinoso apresentou valores de retenção estatisticamente maior quando comparados aos cimentos convencionais. Relataram, ainda, que a utilização de cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados (MDP) em superfícies cerâmicas jateadas podem ser recomendados como o método de cimentação mais retentivo.

Considerando as cerâmicas à base de zircônia um tema de grande interesse na odontologia e que um problema clínico do uso desse material é a dificuldade em se conseguir uma adesão adequada com os substratos, pois métodos de adesivos tradicionais para cerâmicas à base de sílica não são eficientes, Thompson et al. (2011) realizaram uma revisão de literatura sobre adesão e cimentação para zircônia. Encontraram que várias tecnologias estão sendo utilizadas para resolver esse problema e outras abordagens estão sob investigação. A maioria das técnicas incide sobre a modificação da superfície inerte das cerâmicas de alta resistência. Os autores concluíram que embora a ciência e a tecnologia aplicadas à adesão da ZrO_2 tenham melhorado, ainda há muito a ser estudado para tornar este um comportamento previsível para o uso clínico.

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo visou avaliar, por meio do ensaio de cisalhamento, o efeito na resistência de união de diferentes tratamentos de superfície sobre uma cerâmica à base de zircônia, utilizando dois sistemas de cimentos resinosos. Adicionalmente, foram avaliadas as possíveis diferenças no modo das fraturas.

Hipóteses Nulas:

Não haverá diferenças na resistência ao cisalhamento:

1. Entre os diferentes tratamentos de superfície;
2. Entre os diferentes agentes cimentantes.

4 Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

- Ácido fosfórico 37% - 3M ESPE - St. Paul/MN, E.U.A.
- Alloy Primer- Kuraray Medical Inc. - Tokyo, Japão.
- Dispositivo metálico para cimentação.
- Disco diamantado - Extec Corp. - Enfield/CT, E.U.A.
- Estereomicroscópio - Leica Zeiss MZE - Mannheim, Alemanha.
- Estufa de Secagem 410/1ND - Nova Ética - São Paulo/SP, Brasil.
- Fotopolimerizador V.I.P. Junior - Bisco, Inc – Schaumburg/IL, E.U.A
- Lixas de carbureto de silício de granulação 320, 400 e 600 - 3M do Brasil - Sumaré/SP, Brasil.
- Máquina de corte - Micrótomo Isomet™ 1000, Buehler - Lake Bluff/IL, E.U.A.
- Máquina de ensaios mecânicos - Emic-2000 - São José dos Pinhais/PR, Brasil.
- Metal/ Zircônia Primer - Ivoclar Vivadent - Schaan, Liechtenstein.
- Microbrush - KG Sorensen - Coita/SP, Brasil.
- Microjato - BIO-ART - São Carlos/SP, Brasil.
- Moldes de silicone.
- Óxido de alumínio 50 microns - Bio-Art - São Carlos/SP, Brasil.
- Panavia F - Kuraray Medical Inc. - Tokyo, Japão.
- Politriz metalográfica Struers DP-10 - Panambra - Cambuci/SP, Brasil.
- Radiômetro Model 100 OpttiluxRadiometer - SDS Kerr.
- RelyX U100 - 3M ESPE - Seefeld, Alemanha.
- Resina acrílica autopolimerizável JET - Clássico - Campo Limpo Paulista/SP, Brasil.
- Ultra-som USC700 – Unique - Indaiatuba/SP, Brasil.
- Zircônia estabilizada por ítrio IPS e.max ZirCAD - Ivoclar Vivadent - Schaan, Liechtenstein.

Para a realização deste estudo, foram utilizados uma cerâmica à base de dióxido de zircônia estabilizada por ítrio, dois sistemas resinosos de cimentação, dois agentes de união e o jateamento com partículas de óxido de alumínio. As marcas comerciais desses materiais e suas características são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Material empregado na avaliação da influência de tratamentos de superfície na resistência de união entre a zircônia e os sistemas de cimentação.

Material (Lote)	Composição*	Fabricante
Zircônia L18748	Dióxido de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio na fase tetragonal.	Ivoclar Vivadent- Liechtenstein
RelyX U100 405745	Pasta Base: Fibra de vidro, ésteres ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de trietilenoglicol, sílica tratada com silano e persulfato de sódio. Pasta Catalisadora: Fibra de vidro, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio e hidróxido de cálcio.	3M Espe – Alemanha
Panavia F Pasta A: 00251B Pasta B: 00029A Oxyguard II: 00617B	Pasta A: BPEDMA/ MDP/ DMA/ Sílica/sulfonato de de bário/ peróxido de dibenzoila. Pasta B: N,N-dietanol-p-toluidina/ sílica/ fluoreto de sódio. Oxyguard II: Polietilenoglicol/ glicerina/ sulfonato de benzeno.	Kuraray Medical Inc. – Japão
Alloy Primer 343AD	Acetona, 10-Metacriloloxidecil dihidrogênio fosfato (MDP), 6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-trizaino-2,4ditiol (VBATDT).	Kuraray Medical Inc. – Japão
Metal/ Zircônia Primer M02977	Mistura de dimetacrilatos, solventes, ácido fosfônico, iniciador e estabilizador.	Ivoclar Vivadent- Liechtenstein
Óxido de alumínio 0425	Partículas de óxido de alumínio de 50 µm.	Bio-Art – Brasil

*Segundo informações dos fabricantes

4.2 MÉTODOS

4.2.1. Obtenção dos corpos de prova

Para a realização do trabalho, foram utilizados blocos de zircônia estabilizada por Ítrio (3%Y-TZP) comercializada com o nome IPS e.max ZirCAD (Figura 1).

Figura 1 – Bloco de zircônia IPS e.max ZirCAD.

Dois blocos (InLab Blocks C15) deste sistema, na forma pré-sinterizada, foram seccionados em 15 fatias de 1,0 mm de espessura por 10 mm comprimento e 10 mm de largura, em uma máquina de corte, à velocidade de 500rpm, sob irrigação constante de água. As fatias foram posteriormente divididas a fim de se obter 120 amostras retangulares de zircônia (Figura 2).

As amostras foram enviadas a um laboratório (Laboratório de Prótese Odontológica Romanini – Londrina/PR, Brasil) credenciado pela empresa (Ivoclar Vivadent) para o processo de sinterização, em um forno específico para esta finalidade, o Sintramat (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Este processo foi de aproximadamente 8 horas (incluindo o resfriamento) sendo que a temperatura final foi de 1500 °C. Ao final, houve uma contração aproximada de 20% das dimensões iniciais da zircônia.

Estas foram posicionadas no centro de um molde de silicona com 8 cm de diâmetro e 1cm de altura sobre o qual foi vertida resina acrílica autopolimerizável JET obtendo como forma final 120 discos de resina acrílica com a zircônia embutida ao centro deste disco (Figuras 3 e 4).

Figura 2 - Amostras retangulares de zircônia após sinterização.

Figura 3 - Molde de silicone.

Figura 4 - Amostras da zircônia fixadas em resina acrílica.

As amostras de zircônia foram planificadas primeiramente com lixa de carbureto de silício de granulação 320 e submetidas ao processo de polimento com as lixas de granulações 400 e 600 (LÜTHY et al., 2005; NOTHDURFT et al., 2009), acopladas em uma politriz sob irrigação constante e pressão manual, durante 60 segundos, a fim de promover um polimento padrão na superfície.

Na sequência, as amostras foram levadas ao aparelho de ultrassom, onde foram submetidos ao banho com água deionizada, durante 3 minutos (Figura 5).

Previamente aos tratamentos, a superfície da zircônia foi limpa com ácido fosfórico a 37% por 20 segundos, lavada durante o mesmo tempo em água corrente e seca com jatos de ar por 10 segundos, como meio de limpeza da superfície.

Figura 5 - Amostras no banho de ultrassom.

4.2.2 Grupos experimentais

As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 12 grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície e o sistema de cimentação. A tabela 2 apresenta os grupos experimentais.

Tabela 2- Grupos experimentais.

Grupos Experimentais	Sistema de Cimentação	Tratamento de Superfície
RU	Rely X U100	Sem tratamento de superfície
ApRU	Rely X U100	Aplicação do Alloy Primer
MzRU	Rely X U100	Aplicação do Metal/ Zircônia Primer
JatRU	Rely X U100	Jateamento com Al ₂ O ₃
JatApRU	Rely X U100	Jateamento com Al ₂ O ₃ associado à aplicação do Alloy Primer
JatMzRU	Rely X U 100	Jateamento com Al ₂ O ₃ associado à aplicação do Metal/ Zircônia Primer
Pa	Panavia F	Sem tratamento de superfície
ApPa	Panavia F	Aplicação do Alloy Primer
MzPa	Panavia F	Aplicação do Metal/ Zircônia Primer
JatPa	Panavia F	Jateamento com Al ₂ O ₃
JatApPa	Panavia F	Jateamento com Al ₂ O ₃ associado à aplicação do Alloy Primer
JatMzPa	Panavia F	Jateamento com Al ₂ O ₃ associado à aplicação do Metal/ Zircônia Primer

4.2.3 Descrição dos tratamentos de superfície

- Grupos RU e Pa (controle): nenhum tratamento de superfície foi realizado após a limpeza, tendo sido aplicado os cimentos após a limpeza da amostra.
- Grupos ApRU e ApPa: foi aplicado o Alloy Primer com microbrush e, depois de 60 segundos, foi direcionado um jato de ar por 15 segundos, para secar a superfície (Figura 6).
- Grupos MzRU e MzPa: foi aplicado o Metal/Zircônia Primer com microbrush e, deixou reagir durante 180 segundos, e em seguida um jato de ar por 15 segundos (Figura 7).
- Grupos JatRU e JatPa: após a limpeza, foi submetido ao jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, sendo o tratamento realizado com movimentos circulares, durante 10s a uma distância de 10mm da superfície por meio de um dispositivo adaptado ao Microjato, para padronização da distância (Figura 8 e 9). Em seguida, as amostras foram levados ao aparelho de ultrassom por 3 minutos em álcool 96% (BLATZ et al., 2004; LEHMANN; KERN, 2008; RE et al., 2008).
- Grupos JatApRU e JatApPa: foi realizado o procedimento descrito para os grupos JatRU e JatPa e em seguida o descrito para os grupos ApRU e ApPa .
- Grupos JatMzRU e JatMzPa: foi realizado o procedimento descrito para os grupos JatRU e JatPa e em seguida o descrito para os grupos MzRU e MzPa.

Figura 6 - Alloy Primer – Kuraray Medical Inc.

Figura 7 - Metal/ Zircônia Primer - Ivoclar Vivadent.

Figura 8 - Microjato - Bio-Art.

Figura 9 - Dispositivo adaptado ao Microjato.

4.2.4 Aplicação dos agentes cimentantes

Após os tratamentos de superfície, para a realização da cimentação foi utilizada uma matriz (NOTHDURFT et al., 2009) de teflon bipartida (politetrafluoreto), com diâmetro interno e altura de 3 mm, acoplada e fixada, por meio de um parafuso lateral em um dispositivo metálico, o qual é composto por uma base, um braço e um platô. O centro da superfície da cerâmica foi posicionado no orifício da matriz e preenchido com o agente cimentante (Figura 10).

Figura 10 – (a) Matriz de teflon. (b) Dispositivo metálico utilizado para acoplar a matriz e manter os corpos de prova em posição durante a cimentação. (c) Orifício da matriz centralizado sobre a zircônia para a cimentação.

O preparo dos cimentos e o tempo de polimerização seguiram as recomendações do fabricante. Durante os procedimentos de cimentação foi utilizado o fotopolimerizador com densidade de potência acima de 500 mW/cm². A densidade de potência da fonte fotoativadora foi determinada através de um radiômetro. A cimentação foi realizada de acordo com as recomendações do fabricante.

Para o RelyX U100, as pastas foram espatuladas durante 20 segundos e o cimento foi inserido e acomodado na matriz com o auxílio de uma espátula para resina (Figuras 11 e 12). Decorridos 2 minutos do início da espatulação, foi realizada a fotoativação com luz halógena por 40 segundos (Figura 13). Após o tempo de presa (5 minutos), a matriz foi cuidadosamente removida.

O cimento Panavia F foi manipulado na proporção 1:1 por 20 segundos, sendo imediatamente inserido dentro da matriz (Figuras 12 e 14). Foi fotoativado com luz halógena por 40 segundos, seguido pela aplicação de Oxyguard II em toda a superfície (Figuras 13 e 15). Após 3 minutos, o Oxyguard II foi removido.

Figura 11 - Cimento RelyX U100 – 3M ESPE.

Figura 12 – Inserção do cimento na matriz.

Figura 13 – Fotoativação com luz halógena.

Figura 14 – Cimento Panavia F - Ivoclar Vivadent. Figura 15 – Aplicação de Oxiguard II.

Previamente ao ensaio, os corpos de prova foram deixados a temperatura ambiente por 30 minutos e armazenados em água deionizada em uma estufa secagem a 37°C por 24 horas (YOSHIDA et al., 2006).

Antes do teste de cisalhamento, as interfaces entre zircônia/cimento de todos os corpos de prova foram checadas por meio de estereomicroscópio com aumento de 40X. Se houvesse alguma falha aparente nesta interface, inclusão de bolhas ou qualquer outro defeito fosse detectado, o corpo de prova seria descartado e substituído.

4.2.5 Teste de resistência ao cisalhamento

O teste de resistência ao cisalhamento foi realizado de forma padronizada em uma máquina de ensaios mecânicos à velocidade constante de 0,5mm/minuto. Os corpos de prova foram posicionados em um dispositivo metálico, o qual foi acoplado à máquina de ensaio. Por meio de um fio de aço, que contornou o cilindro de cimento o mais próximo possível à interface zircônia/cimento, foi aplicada a carga até a fratura desta interface (Figura 16). O valor necessário para a fratura foi registrado em (KgF) por um programa acoplado à máquina de ensaio.

Todas as amostras foram preparadas e testadas por um único operador, a fim de eliminar a variável interoperador.

Figura 4.16 – dispositivo usado no teste.

4.2.6 Conversão de valores

A carga necessária para a fratura foi registrada em quilograma/força (KgF) e convertida em Newtons (N). Por meio da fórmula descrita abaixo se obteve a resistência da união ao cisalhamento em MegaPascal (MPa). Dessa forma, a resistência de união ao cisalhamento em MPa foi calculada através da fórmula:

$$R_c = F/A$$

$$A = \pi r^2$$

Onde: R_c é a resistência ao cisalhamento; F (KgF), a força aplicada; e A (mm²), a área de união.

4.2.7 Modo de fratura

Adicionalmente aos valores de resistência, a superfície fraturada foi inspecionada em estereomicroscópio, com magnificação de 40 X, auxiliado por uma fonte de luz externa por um único operador. O modo de fratura foi classificado em 3 tipos diferentes, como se pode observar abaixo:

- a) Coesiva no cimento (C);
- b) Adesiva entre cerâmica e cimento (interface) (A);
- c) Mista onde houve a combinação entre a falha adesiva e a coesiva (M).

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados obtidos no teste de cisalhamento foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA), a um critério (resistência ao cisalhamento) para avaliar se há diferença ou não entre os grupos, e o teste de Tukey com nível de significância de 5%, independente do tratamento e do sistema de cimentação. Em seguida, foram aplicados à Análise de Variância a dois critérios (tratamento de superfície e sistema de cimentação) e o teste de Tukey, ambos com nível de significância de 5%. Para isso foi utilizado o programa Sigmaplot 11.0.

5 Resultados

5 RESULTADOS

Para facilitar a compreensão dos resultados, em um primeiro momento foi aplicado o teste ANOVA a um critério e teste Tukey ($p = 0,05$) para comparar todos os grupos, independente do cimento e tratamento de superfície. Posteriormente, ANOVA a dois critérios (cimento e tratamento de superfície) e teste Tukey ($p = 0,05$) foram aplicados. Os dados do ensaio são apresentados no Anexo 1.

Esta primeira análise ANOVA a um critério (independente do tratamento superfície e sistema de cimentação) apontou diferenças significativas entre os grupos ($p < 0,05$) (TABELA 3/ GRÁFICO 1). Após o teste Tukey, o grupo JatMzRU resultou no maior valor de resistência de união, porém sem diferença estatisticamente significativa em relação aos grupos MzRU, JatRU, JatApRU e JatPa, mas estatisticamente maior em relação aos demais grupos experimentais. Embora ambos grupos controles (RU e Pa) apresentassem os menores valores, estes não foram diferentes dos grupos ApPa, MzPa e JatMzPa. A tabela 3 e o gráfico 1 apresentadas a seguir sumarizam estes resultados.

Tabela 3 - Valores médios e desvios-padrão dos grupos para avaliação da resistência ao cisalhamento.

Grupos Experimentais	Média (MPa)	Desvio Padrão
RU	11,71 a	2,95
ApRU	21,49 b,e	6,55
MzRU	30,38 c,d	6,79
JatRU	34,40 c	7,90
JatApRU	30,66 c,d	6,60
JatMzRU	38,06 c	5,05
Pa	11,35 a	3,25
ApPa	11,98 a	3,72
MzPa	11,46 a	4,49
JatPa	33,50 c	7,51
JatApPa	23,14 b,d,e	6,38
JatMzPa	18,66 a,e	4,00

*Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

Gráfico 1 - Valores médios e desvios-padrão dos grupos para avaliação da resistência ao cisalhamento. Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

O teste ANOVA a dois critérios (tratamento de superfície e sistema de cimentação) mostrou que houve diferença estatisticamente significativa entre cimentos e tratamentos de superfície ($p < 0,05$). Subsequentemente, as diferenças entre os grupos foram identificadas pelo teste Tukey. Para melhor entendimento dos resultados, os dados foram divididos em duas tabelas de acordo com o cimento utilizado e esses resultados são mostrados nas Tabelas 4 e 5 e nos Gráficos 2 e 3.

Tabela 4 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o RelyX U100 como cimento.

Grupos Experimentais	Média (MPa)	Desvio Padrão
RU	11,71 a	2,95
ApRU	21,49 b	6,55
MzRU	30,38 c	6,79
JatRU	34,40 c,d	7,90
JatApRU	30,66 c	6,60
JatMzRU	38,06 d	5,05

*Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

Observando a Tabela 4 verifica-se que para o cimento RelyX U100 todos os tratamentos de superfície foram estatisticamente superiores ao grupo controle. Embora o jateamento associado ao Metal/Zircônia Primer (JatMzRU) resultasse na maior resistência, este não foi diferente do grupo tratado somente com jateamento

(JatRU). Por outro lado, os grupos MzRU, JatRU e JatApRU não foram diferentes entre si e estatisticamente superiores ao grupo ApRU.

Gráfico 2 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o RelyX U100 como agente de cimentação. Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

Quando as amostras foram cimentadas com Panavia F, as maiores resistências foram obtida após o jateamento. Contudo, resultados estatisticamente inferiores foram encontrados quando o jateamento foi associado à aplicação de um primer (JatApPa e JatMzPa). Para o cimento Panavia F, a aplicação exclusiva de um primer não resultou em aumento na resistência da união entre cimento e zircônia. Os dados destes grupos estão representados na tabela 5 e gráfico 3.

Tabela 5 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o Panavia F como cimento.

Grupos Experimentais	Média (MPa)	Desvio Padrão
Pa	11,35 a	3,25
ApPa	11,98 a	3,72
MzPa	11,46 a	4,49
JatPa	33,50 b	7,51
JatApPa	23,14 c	6,38
JatMzPa	18,66 a,c	4,00

*Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

Gráfico 3 - Valores médios e desvios-padrão da resistência ao cisalhamento, empregando o Panavia F como agente de cimentação. Letras idênticas indicam que os valores não foram estatisticamente diferentes.

Ao comparar os valores sem considerar o cimento, é notório que a aplicação do jateamento apresentou a maior influência na resistência da interface entre cimento e zircônia. A Tabela 6 apresenta os valores considerando somente o tipo de tratamento de superfície.

Tabela 6 - Valores médios e desvios-padrão para avaliação dos tratamentos de superfície.

Grupos Experimentais	Média (MPa)	Desvio Padrão
Sem tratamento de superfície	11,53	3,02
Alloy Primer	16,73	7,12
Metal/Zircônia Primer	20,92	11,20
Jateamento com Al ₂ O ₃	33,95	7,51
Jateamento com Al ₂ O ₃ + Alloy primer	26,90	7,40
Jateamento com Al ₂ O ₃ + Metal/Zircônia Primer	28,36	10,89

Quando se comparou a resistência adesiva, considerando somente os cimentos, o RelyX U100 (27,78 MPa) resultou em valor estatisticamente superior em relação ao Panavia F (18,35 MPa) (TABELA 7).

Tabela 7 - Valores médios e desvios-padrão para avaliação dos sistemas de cimentação.

Grupos Experimentais	Média (MPa)	Desvio Padrão
RelyX U100	27,78	8,82
Panavia F	18,35	9,61

5.1 MODO DE FRATURA

O modo de fratura foi classificado segundo o item 4.2.7 e a predominância dos modos em cada grupo experimental pode ser observado na Tabela 8.

Os modos de fratura encontrados com maior frequência foram adesiva (A) e mista (M), sendo que o segundo ocorreu com maior frequência em todos os grupos. Nos grupos JatPa e JatApPa o tipo de fratura foi mista (100%). Nenhum dos grupos teve falha do tipo coesiva.

Tabela 8 - Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio. Classificadas em adesiva (A) ou mista (M).

Grupos	Classificação em Relação à Fratura
RU	A (60%) e M (40%)
ApRU	A (20%) e M (80%)
MzRU	A (10%) e M (90%)
JatRU	A (10%) e M (90%)
JatApRU	A (40%) e M (60%)
JatMzRU	A (10%) e M (90%)
Pa	A (20%) e M (80%)
ApPa	A (20%) e M (80%)
MzPa	A (30%) e M (70%)
JatPa	M (100%)
JatApPa	M (100%)
JatMzPa	A (20%) e M (80%)

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

As cerâmicas de alto conteúdo cristalino, como a zircônia, apresentam ótimas propriedades mecânicas quando comparadas às cerâmicas convencionais. Devido a sua alta resistência têm sido indicadas como infraestrutura de coroas e próteses parciais fixas (ZHANG et al., 2004a). Entretanto, o seu sucesso clínico também depende da formação de uma união confiável com os agentes de cimentação (DE SOUZA et al., 2010).

A utilização de cimentos resinosos possui algumas vantagens em relação as outras classes de materiais, uma vez que apresentam baixa solubilidade e característica estética melhorada (PIWOWARCZYK et al., 2005; LÜTHY et al., 2006). Porém, a obtenção de união satisfatória entre um cimento resinoso e a superfície da cerâmica requer um pré-tratamento. Além disso, as técnicas convencionais de adesão usadas para cerâmica à base de sílica não são eficientes para zircônia, devido as diferenças que existem nas propriedades físicas, composição e micro-estrutura (WEGNER, KERN, 2000; OZCAN; VALLITTU, 2003; THOMPSON et al., 2011). Portanto, Blatz et al. (2003) sugeriram que materiais cerâmicos de alto conteúdo cristalino, como a zircônia, necessitam de técnicas adesivas alternativas para união satisfatória aos cimentos resinosos.

A adesão entre cerâmicas odontológicas e cimentos resinosos é resultado de interação físico-química entre a interface da cerâmica/cimento. O tratamento de superfície é utilizado para promover esta interação. A contribuição física para o processo de adesão depende da topografia superficial do substrato e pode ser caracterizada pela sua energia de superfície. Alterações da topografia da superfície por meio de condicionamento ou jateamento resultará em mudanças na superfície e na molhabilidade do substrato. Isso também pode alterar a energia de superfície e o potencial adesivo. O aumento na energia de superfície cerâmica, obtido através de tratamentos químicos e mecânicos, pode melhorar a resistência de união entre cerâmica e cimento. A molhabilidade das cerâmicas pode ser aumentada pela utilização de resinas de baixa viscosidade (DELLA BONA, 2005).

Diversas técnicas, especialmente o jateamento com partículas de óxido de alumínio, têm sido reportadas por aumentar a resistência de união mecânica entre cimento resinoso e zircônia (OZCAN; VALLITTU et al., 2003; BLATZ et al.,

2004; AMARAL et al., 2005; RE et al., 2008). Na tentativa de melhorar quimicamente esta união, vários monômeros adesivos, presentes em primers e sistemas de cimentação, também têm sido utilizados (CAVALCANTI et al., 2009b; YUN et al., 2010). Esses monômeros ácidos podem reagir com os óxidos presentes na superfície da zircônia. A combinação dos dois métodos de pré-tratamento é recomendada para tentar alcançar uma maior resistência (MAGNE et al., 2010).

Os primers escolhidos para esse estudo foram: o Alloy Primer que possui em sua composição o 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), o qual se une a óxidos metálicos presentes na superfície da zircônia (WEGNER; KERN, 1998; YOSHIDA et al., 2006); e o Metal/Zircônia Primer, apresentando em sua composição o monômero ácido fosfônico. Este tem sido comercializado para unir ligas metálicas ou cerâmicas à base de óxido de alumina e zircônia aos cimentos resinosos. Primers contendo monômero ácido fosfônico ou monômero éster fosfato são efetivos para unir cimentos resinosos à zircônia (KITAYAMA et al., 2010). No entanto, o mecanismo de ação de cada monômero adesivo na superfície da zircônia requer uma análise mais aprofundada (YAN et al., 2010).

A seleção do agente cimentante parece ser um fator relevante quando a união estabelece-se com cerâmica à base de óxido de zircônio (OYAGUE et al., 2009). Não é possível alcançar uma união durável à zircônia usando cimento de fosfato de zinco, cimentos de ionômero de vidro convencionais ou modificados por resina (PIWOWARCZYK et al., 2005; SHAHIN; KERN, 2010). Os cimentos resinosos, apresentando monômeros ácido fosfórico em sua composição, aumentam a resistência de união, revelando a capacidade do monômero ácido funcional de reagir com a zircônia (KUMBULOGLU et al., 2006; OYAGUE et al., 2009), sendo essa uma união duradoura (LEHMANN; KERN et al., 2009). Assim, justifica-se a escolha dos cimentos RelyX U100 e Panavia F para realização deste estudo.

Contudo, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de primers, associados ou não, ao jateamento com partículas de óxido de alumínio, na resistência ao cisalhamento, entre cimentos resinosos e uma zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítrio (Y-TZP).

A influência da utilização de jateamento e primers na resistência adesiva tem sido descrita em estudos prévios. Todavia, poucos estudos têm comparado e avaliado o comportamento da união química com e sem o jateamento.

A utilização do jateamento como tratamento de superfície foi relevante, pois todos grupos jateados apresentaram maiores valores de resistência de união, corroborando com o estudo de Yan et al. (2010), os quais observaram o aumento da resistência de união para três cimentos diferentes após o jateamento. Resultado semelhante foi encontrado por Cavalcanti et al. (2009a) ao utilizarem como tratamentos primers, jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação de laser com dois cimentos.

O método do jateamento remove camadas superficiais contaminadas e asperiza a superfície, tornando-a rugosa, promovendo uma retenção micromecânica, sendo esta uma técnica efetiva para aumentar a resistência de união (AMARAL et al., 2006; CAVALCANTI et al., 2009b). Entretanto, o efeito deste tratamento de superfície nas propriedades mecânicas da cerâmica Y-TZP é controverso.

Por um lado, acredita-se que o jateamento pode produzir micro-trincas, as quais reduzem a longevidade das restaurações de zircônia em cerca de 20% a 30%, quando submetidas ao carregamento cíclico (ZHANG et al., 2004b). Entretanto, os agentes cimentantes capazes de promover união durável podem bloquear essas pequenas falhas criadas na superfície (BLATZ et al., 2003). O jateamento causa uma transformação de fase monoclinica da zircônia, criando uma camada de tensões compressivas na superfície que neutraliza as falhas induzidas (GUAZZATO et al., 2005). Já, Qeblawi et al. (2010) observaram o aumento da resistência à flexão após o jateamento da superfície da zircônia.

Apesar dos possíveis resultados negativos do jateamento com partículas de óxido de alumínio sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas Y-TZP, a aplicação dos cimentos resinosos para superfície não tratada resultam em baixos valores de resistência de união, tornando-as incapazes de resistir ao armazenamento em água (WOLFART et al., 2007). Em uma revisão de literatura realizada por Cavalcanti et al. (2009b), o jateamento com partículas de óxido de alumínio é o tratamento de superfície indicado com maior frequência para melhorar a resistência de união entre cimentos resinosos e a superfície da zircônia.

O jateamento com óxido de alumínio pode empregar partículas de diferentes tamanhos. Neste estudo, foram utilizadas partículas de 50µm pois, segundo Re et al. (2008), ao empregarem o jateamento com partículas de 50 e 110µm na superfície da cerâmica Y-TZP, não encontraram diferença estatisticamente significativa.

Para o cimento RelyX U100, a aplicação de primers, sem jateamento prévio, aumentou significativamente a resistência de união, quando comparados ao grupo sem tratamento de superfície (RU – 11,71 MPa). Já o Metal/Zircônia Primer (MzRu – 30,38 MPa) teve um maior influência na resistência de união quando comparado ao Alloy Primer (ApRU – 21,49 MPa). Assim como a aplicação de agente silano, a aplicação de primer à superfície cerâmica aumenta sua energia de superfície através do aumento da molhabilidade, favorecendo o escoamento do cimento e a interação química entre cimento e cerâmica (BLATZ et al., 2003; DELLA BONA, 2005).

Nos grupos jateados, o efeito dos primers não foi tão relevante, apenas a utilização do Metal/ Zircônia Primer aumentou a resistência (MzRU – 38,06 MPa), porém não foi estatisticamente significativa.

No caso do Panavia F, não houve diferença estatisticamente significativa, entre o grupo sem tratamento (Pa) e os grupos onde foram aplicados primers, sem a utilização do jateamento (ApPA e MzPA). Para o grupo ApPA, este comportamento está relacionado à presença do MDP no sistema de cimentação, ou seja, possivelmente existe um nível de saturação para o monômero, a partir do qual a união química com a camada de óxidos não é mais viável (DE SOUZA et al., 2010). Segundo Yoshida et al. (2004) e Magne et al. (2010) ao se utilizar um sistema de cimentação que apresenta MDP, pode não ser necessário aplicar um primer que contém o mesmo.

Ao usar o jateamento, ocorreu um aumento nos valores de união para os três grupos (JatPa – 33,5MPa, JatApPA – 23,14 MPa e JatMzPa – 18,66), comparando aos grupos sem jateamento. No entanto, a utilização dos primers levou a uma redução significativa na resistência de união e uma interação desordenada foi encontrada ao utilizar o Panavia F sobre a superfície jateada e tratada com primers), não ocorrendo sinergismo.

Nos grupos em que foi utilizado o jateamento associado a aplicação de primers (ApRU, MzRU, ApPa e MzPa) não houve aumento nos valores de resistência de união, comparado aos grupos em que somente o jateamento foi utilizado (JatRU e JatPa). Entretanto, a molhabilidade promovida pela aplicação dos primers deveria resultar em valores de resistência de união elevados, mas nenhum efeito positivo foi percebido. Sendo que para o cimento Panavia F, a aplicação de primers na superfície jateada levou a uma redução estatisticamente significativa,

comprometendo a resistência de união. Contudo, o efeito da utilização de primer foi realmente significativa quando as superfícies da zircônia não foram submetidas ao jateamento e o sistema de cimentação utilizado foi RU.

Entre os grupos que não utilizaram jateamento, a associação do Metal/Zircônia Primer ao cimento RelyX U100 resultou no maior valor de resistência adesiva (30,38 Mpa), sem diferença estatisticamente significativa para os grupos jateados. Este primer possui di-metacrilatos em sua composição, que pode copolimerizar com os monômeros presentes nos cimentos resinosos (Magne et al. 2010) e apresenta o monômero funcional ácido fosfônico, que pode ter estabelecido uma união química aos óxidos metálicos, presentes na superfície da zircônia (KYTAYAMA et al., 2010).

A técnica de utilização de primer é simples e não requer equipamentos especiais. No entanto, apresenta uma sensibilidade na aplicação, pois o ideal seria uma camada fina e uniforme. Uma camada espessa serviria como um obstáculo, afetando a adesão. Essa união química pode ser sensível à hidrólise, podendo ter sua resistência diminuída em condições intra-orais devido a sua instabilidade hidrolítica (YUN et al., 2010). Este fato foi observado por De Souza et al. (2010) em seu experimento, ao avaliar dois primers sem aplicação prévia de jateamento, após temociclagem os valores de resistência de união reduziram significativamente para os cimentos Panavia F 2.0 e RelyX U100. Apenas a utilização do Alloy Primer associado ao RelyX U100 apresentou valores de resistência adequados.

Estudos têm mostrado que a durabilidade de união à Y-TZP é encontrada somente depois do jateamento e utilização de um cimento contendo o monômero MDP (CAVALCANTI et al, 2009b). Isto ocorre porque o monômero MDP une-se diretamente à óxidos metálicos como cromo, alumínio, titânio e zircônio (YOSHIDA et al., 2004). Neste estudo, quando os sistemas de cimentação foram comparados, o RU promoveu maior resistência de união que o Pa (27,78 e 18,35 MPa), cimento que possui o MDP, com diferença estatisticamente significativa. RelyX U100 é um cimento resinoso auto-adesivo que tem sido proposto para cimentação de restaurações de zircônia. Sua matriz é composta por monômero fosfatado éster fosfórico metacrilato, que pode reagir com o substrato de alto conteúdo cristalino e contribuir para o melhor mecanismo de adesão (KUMBULOGLU et al., 2006). Esses resultados são semelhantes aos de Kumbuloglu et al. (2006), De Souza et al. (2010)

e Re et al. (2008). Porém, para os dois cimentos, a união foi crítica quando nenhum tratamento de superfície foi utilizado.

A zircônia sem nenhum tratamento de superfície é um substrato inerte, com baixa energia de superfície e molhabilidade (OZACAN; VALLITTU, 2003). Os grupos sem tratamento de superfície, RU e Pa, apresentaram os menores valores de resistência de união (RU – 11,71 e Pa – 11,98). Tanto o RelyX U100 como o Panavia F apresentam monômeros fosfato em sua composição que possuem afinidade a superfície da zircônia após o jateamento. Contudo, ao ser utilizado o jateamento na superfície, os valores aumentaram em quase três vezes a resistência de união para os dois cimentos (JatRu – 34,4 MPa e JatPa – 33,50 MPa). A rugosidade promovida pelo jateamento pode aumentar a união do cimento resinoso à zircônia (RE et al., 2008).

A análise do modo de fratura mostrou predominância de falhas mistas. O grupo sem tratamento de superfície e utilizando o cimento RelyX U100 foi o único grupo em que as falhas adesivas foram mais frequentes (60%). Nos grupos JatPa e JatApPa, o modo de fratura mista foi predominante (100%).

Ensaio mecânicos *in vitro* permitem avaliar a união de cimentos às cerâmicas, de forma a identificar quais os materiais e métodos são superiores, antes que sejam utilizados em pesquisas clínicas (BLATZ et al., 2003; ATSU et al., 2006). Os testes padrões para avaliar a resistência adesiva de materiais odontológicos são cisalhamento e micro-tração. Em um estudo realizado para avaliar o efeito dos dois testes de resistência frente à união entre cimento resinoso e uma cerâmica de alto conteúdo cristalino, Valandro et al. (2008) observaram que o teste de cisalhamento e de micro-tração apresentam resultados similares. O teste de cisalhamento é um dos testes de resistência de união mais utilizados (LEE et al., 2007; LINDGREN et al., 2008; RE et al., 2008; CAVALCANTI et al., 2009; NOTHDURFT et al., 2009; PHARK et al., 2009; YUN et al., 2010; MAGNE et al., 2010; QEBLAWI et al., 2010) e foi o utilizado nesse trabalho, considerando também que a zircônia é um material resistente e extremamente difícil de ser seccionado.

Para fazer estimativas de um prognóstico a longo prazo para restaurações de zircônia cimentadas com materiais adesivos é necessário a realização de envelhecimento artificial (Ozacan; Vallittu, 2002; Blatz et al., 2004). O objetivo desse estudo foi avaliar a influência de diferentes tratamentos de superfície na zircônia, quando da utilização de dois cimentos resinosos. A termociclagem e o

armazenamento em água são fatores que podem ter efeitos na durabilidade da resistência de união do cimento na zircônia e são importantes parâmetros para simular as condições orais (KERN; WEGNER, 1998; LEHMANN; KERN et al., 2009). No presente trabalho, esses parâmetros não foram avaliados, podendo ser considerados uma das limitações deste estudo.

Levando em conta os resultados obtidos neste estudo, pode-se afirmar que a resistência de união entre uma cerâmica de alto conteúdo cristalino à base de zircônia e sistema de cimentação pode ser melhorada ao utilizar o jateamento com partículas de óxido de alumínio, enquanto que, para o cimento à base de monômero éster fosfórico metacrilato (RelyX U100), somente a aplicação do Metal/Zircônia Primer resultou em valores de adesão comparáveis ao tratamento mecânico.

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia empregada nesse estudo e nos resultados encontrados, pode-se concluir que:

- Os valores da resistência ao cisalhamento foram influenciados pelos tratamentos de superfície, químicos e mecânicos. Sendo que o jateamento com partículas de óxido de alumínio foi o tratamento que apresentou os maiores valores de resistência, para ambos os cimentos. Assim, a hipótese 1 foi parcialmente aceita.
- O cimento à base de monômero éster fosfórico metacrilato (RelyX U100), apresentou maior valor de resistência ao cisalhamento quando comparado ao cimento à base de MDP (Panavia F). Assim, a hipótese 2 foi totalmente rejeitada.

Referências

REFERÊNCIAS

- Aboushelib M N, Kleverlaan C J, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent*. 2007;98(5):379-88.
- Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater*. 2008;24(9):1268-72.
- Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater*. 2009;25(8):989-93.
- Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater*. 2006;22(3):283-90.
- Atsu SS, Kilicarslan M A, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent*. 2006;95(6):430-6.
- Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89(3):268-74.
- Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent*. 2004;91(4):356-62.
- Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chen DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2003;89(5):497-88.
- Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005;18(1):60-5.
- Cavalcanti NA, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond Strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Operative Dentistry*. 2009a;34(3):280-87.
- Cavalcanti NA, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Operative Dentistry*. 2009b; 34(3):344-51.
- Craig RG, Powers JM. *Materiais Dentários Restauradores*. 11ª Edição. São Paulo: Livraria Santos; 2004.552-574 p.
- Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II - the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci*. 2005;13(2):101-9.

-
- Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res.* 2007;21(1):10-5.
- Derand P, Derand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000;13(2):131-5.
- Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater.* 2005;2(12):158-62.
- De Souza GMD, Silva NRFA, Paulillo LAMS, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93(2):318-23.
- Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramics. *J Dent.* 2005;33(1):9-18.
- Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000;83(4):396-401.
- Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. *Dent Clin North Am.* 1985;29(4):621-44.
- Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent.* 1995;73(3):240-9.
- Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998;14(1):64-71.
- Kim BK, Bae HEK, Shim JG, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent.* 2005;94(4):357-362.
- Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2010;26(5):426-32.
- Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallittu PK. Bonding of Resin Composite Luting cements to Zirconium Oxide by Two Air-particle Abrasion Methods. *Operative Dentistry.* 2006;31(2):248-55.
- Lee HJ, Ryu JJ, Shin SW, Suh KW. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *J Korean Acad Prosthodont.* 2007;45(6):743-52.
- Lehmann F, Kern M. Durability of resin bonding to zirconia ceramic using different primers. *J Adhes Dent.* 2009;11(6):479-83.

- Lindgren, J, Smeds J, et al. Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. *Oper Dent*. 2008;33(6):675-81.
- Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Müller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: characterization and bonding potencial. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. 2008;87(2):461-67
- Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CHF. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006;22(2):195-200.
- Magne P, Paranhos MPG, Burnett Jr LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010;26(4):345–52.
- Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-26.
- McLean J W, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*. 1965;119(6):251-67.
- Nothdurft FP, Motter P J, Pospiech P. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig*. 2009;13(2):229-35.
- Örtorp A, Kihl ML, Carlsson GE. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *J Dent*. 2009;37(9):731-36.
- Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*. 2003;19(8):725-31.
- Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater*. 2009;25(2):172-79.
- Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2006;96(3):154-64.
- Pjetursson EB, Sailer I, Zwahlen M, Hämmerle CHF. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal–ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: single crowns. *Clin Oral Implants Res*. 2007;18(3):73-85.
- Phark JH, Duarte S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin Bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent*. 2009;101(1):29-38.
- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999;20(1): 382-8.

- Piowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Operative Dentistry*. 2005; 30(3):382-88.
- Qeblawi DM, Munõz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010;103(4):210-20.
- Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2004;92(6):557-62.
- Re D, Augusti D, Sailer I, Spreafico D, Cerutti A. The effect of surface treatment on the adhesion of resin cements to Y-TZP. *Eur J Esthet Dent*. 2008;3(2):186-96.
- Shahin R, Kern M. Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. *Dent Mater*. 2010; 26(9):922–28.
- Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont*. 2001;14(3):231-38.
- Thompson JY, Brian R, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/ cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now?. *Dent Mater*. 2011; 27(1):71–82.
- Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. *Dent Mater J*. 2008; 27(6):849-55.
- Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(2):130-51.
- Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004a; 71(1):166-71.
- Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004; 71(2):381-6.
- Wall JG, Cipra DL. Alternative crown systems. Is the metal-ceramic crown always the restoration of choice. *Dent Clin North Am*. 1992.36(3):765-82.
- Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent*. 2000;2(2):139-47.

-
- Wolfart M, Lehmann L, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater.* 2007;23(1):45-50.
- Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007;98(2):120-28.
- Yoshida K, Yamashita M, Atsuta M. Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium. *Am J Dent.* 2004;17(4):249-52.
- Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2006;77(1):28-33.
- Yoshimura HN, Molisani AL, Narita NE, Gonçalves MP, De Campos MF. Zircônia parcialmente estabilizada de baixo custo produzida por meio de mistura de pós com aditivos do sistema MgO-Y₂O₃-CaO. *Cerâmica.* 2007;53 (326):116-132.
- Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater.* 2010; 26(7):650-58.

ANEXOS

Anexo 1 – Tabelas dos valores de resistência ao cisalhamento entre sistemas de cimentação e cerâmica submetida a diferentes tratamentos.

GRUPO RELYX U100 (RU)		
Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	9,2	12,76
2	9,3	12,9
3	9,7	13,45
4	5,2	7,21
5	12	16,64
6	5,2	7,21
7	8,9	12,34
8	9,2	12,76
9	6,7	9,29
10	9,1	12,62

GRUPO ALLOY PRIMER + RELYX U100 (ApRU)		
Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	10,1	14
2	10,1	14
3	20,1	27,88
4	11	15,25
5	13,9	19,28
6	19,1	26,49
7	20,9	28,99
8	10,7	14,84
9	20,1	27,88
10	19	26,35

GRUPO METAL ZIRCÔNIA PRIMER + RELYX U100 (MzRU)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	22,4	31,07
2	29,8	41,33
3	24,5	33,98
4	14,3	19,83
5	24,2	33,56
6	22,6	31,34
7	25,3	35,09
8	15,2	21,08
9	23,7	32,87
10	17,1	23,71

GRUPO JATEAMENTO + RELYX U100 (JatRU)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	32,7	45,35
2	29,9	41,47
3	29,6	41,05
4	20,4	28,29
5	14,8	20,52
6	26,1	36,2
7	23,4	32,45
8	25,4	35,23
9	17,9	24,82
10	27,9	38,7

GRUPO JATEAMENTO + ALLOY PRIMER + RELYX U100 (JatApRU)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	28,5	39,53
2	25,2	34,95
3	25,8	35,78
4	17,5	24,27
5	20,7	28,71
6	29,1	40,36
7	16,8	23,3
8	17,7	24,55
9	17,6	24,41
10	22,2	30,79

GRUPO JATEAMENTO + METAL/ZIRCÔNIA PRIMER + RELYX U100 (JatApRU)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	27,69	38,4
2	25,72	35,67
3	20,07	27,83
4	24,86	34,48
5	29,23	40,54
6	33,09	45,89
7	31,32	43,44
8	25,87	35,88
9	29,18	40,47
10	27,41	38,02

GRUPO PANAIA (Pa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	7,9	10,95
2	6,8	9,43
3	6,9	9,57
4	6,5	9,01
5	13,7	19
6	6,1	8,46
7	10,3	14,28
8	9,1	12,62
9	8,1	11,23
10	6,5	9,01

GRUPO ALLOY PRIMER + PANAIA (ApPa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	6,3	8,73
2	11,3	15,67
3	8,4	11,65
4	12,5	17,33
5	5,4	7,49
6	5,2	7,21
7	7,9	10,95
8	7,2	9,98
9	10,7	14,84
10	11,5	15,95

GRUPO METAL/ZIRCÔNIA + PANA VIA (MzPa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	6,5	9,01
2	11,1	15,39
3	5,2	7,21
4	13	18,03
5	9,8	13,59
6	13,3	18,44
7	7,2	9,98
8	5,9	7,21
9	6,1	8,46
10	5,3	7,35

GRUPO JATEAMENTO + PANA VIA (JatPa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	32,58	45,19
2	20,87	28,94
3	25,88	35,89
4	25,76	35,73
5	25,25	35,02
6	15,06	30,01
7	20,14	27,93
8	15,52	21,52
9	32,56	45,16
10	21,37	29,64

GRUPO JATEAMENTO + ALLOY PRIMER + PANAIA (JatApPa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	10,3	14,28
2	12	16,64
3	14,8	20,52
4	18,5	25,66
5	20,7	28,71
6	23,6	32,73
7	18,5	25,66
8	22	30,51
9	14,2	19,69
10	12,3	17,06

GRUPO JATEAMENTO + METAL/ZIRCÔNIA PRIMER + PANAIA (JatMzPa)

Amostra	Resistência de união (KgF)	Resistência de união (MPa)
1	16,6	23,02
2	14,9	20,66
3	10,5	14,56
4	15,9	22,05
5	16,2	22,47
6	9,4	13,03
7	9,9	13,73
8	16,4	22,74
9	13,1	18,17
10	11,7	16,22