**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU**

LIVIA AGUIAR SANTOS

**Efeito do envelhecimento na resistência adesiva da zircônia após
diferentes tratamentos de superfície**

**BAURU
2015**

LIVIA AGUIAR SANTOS

**Efeito do envelhecimento na resistência adesiva da zircônia após
diferentes tratamentos de superfície**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru (FOB) da Universidade de São Paulo (USP), para obtenção do título de Doutor em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira

Versão Corrigida

**BAURU
2015**

Santos, Livia Aguiar

Sa59e Efeito do envelhecimento na resistência adesiva da zircônia após diferentes tratamentos de superfície / Livia Aguiar Santos - Bauru, 2015.

158 p. : il. ; 31 cm.

Tese (Doutorado) - Faculdade de Odontologia de Bauru.
Universidade de São Paulo.

Orientador: Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira

Nota: A versão original desta tese encontra-se disponível no Serviço de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Bauru – FOB/USP.

Autorizo, exclusivamente pra fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta tese, por processos fotocopiadores e/ou meios eletrônicos.

Assinatura do autor:

Data:

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Jarbas e Ivana**, pela formação que me possibilitaram alcançar, por me apoiarem sem medir esforços e sem pedir maiores explicações, por me possibilitarem vir até aqui e ter passado todos esses anos. Por tudo o que sempre fizeram por mim, por todo amor e carinho. Amo muito vocês!

Ao meu marido, **Gustavo**, meu grande amor, meu grande incentivador e companheiro, quem escolhi para passar todos os dias de minha vida. Mesmo distante nos primeiros anos, você sempre deu um jeito de estarmos juntos. Você é um grande exemplo de determinação, honestidade e humildade. Sua inteligência e gentileza contagia. Sou eternamente grata pelo seu apoio, pela paciência, amor e carinho em todos os momentos. Sua serenidade e calma contribuíram para me confortar em todos os momentos. Obrigada por fazer parte de minha vida, e tenha certeza de que esta vitória também é sua. Te amo e te admiro demais!

Ao meu avô, **Aguar**, e à minha avó, **Mazé**, meus amores, pessoas que passaram toda a vida me enchendo de carinho, cuidados e amor, ensinando o caminho do amor e da fé. Toda a convivência ao lado de vocês fez com que eu me transformasse em um ser humano 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, por estar presente em todos os momentos de minha vida. Além de ser meu porto seguro e me fortalecer todos os dias, está sempre guiando todos os caminhos por mim trilhados. Obrigada, Senhor, pela saúde, disposição, oportunidades e felicidade que tenho de viver. Agradeço, principalmente, por ter colocado pessoas tão maravilhosas ao meu lado.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira**, pela atenção e carinho em todos esses anos. Obrigada pela oportunidade de realizar este trabalho e pelos ensinamentos transmitidos, por ter me acolhido e confiado em mim. Muito obrigada pelos ensinamentos e pela orientação em todos os momentos em que precisei de sua ajuda, sou muito grata por tudo. Seu apoio durante esses oito anos de convivência, exemplo, dedicação, simplicidade e amizade foram essenciais para a realização deste sonho. Obrigada por contribuir em minha formação pessoal e profissional. Você é o espelho que eu sigo na vida de docente. Minha eterna gratidão!

À **Livia** e à **Kiki**. Ter vocês em Bauru foi muito importante. Obrigada pela amizade verdadeira que construímos, pelos dias maravilhosos que passamos juntas, por estarem sempre presentes, pela leveza de uma convivência harmônica e tranquila. Obrigada pela cumplicidade e pelas gargalhadas. São irmãs que eu escolhi. Amo demais!

À minha turma de Pós-Graduação: **Carlos Eduardo Rezende, Carolina Ortigosa, Fernanda Stancari, Hugo Vidotti, Livia Maria, Luana Menezes, Luiz Alves de Oliveira, Luiz Augusto Esper, Max Dória, Max Laurent, Michyele Sbrana e Jorge Fiamengui**, pela amizade e pelo conhecimento adquirido.

À amiga **Luana Mendonça**, sempre com sua opinião sincera, direta e marcante sobre a maioria dos assuntos, mas não menos divertida. Mesmo diferentes, conseguimos construir uma amizade linda e forte. Obrigada pela companhia, pelas conversas, pelos conselhos, pelas suas vindas ao Piauí. Sua presença durante esses anos em Bauru foi e continua sendo, mesmo distante, essencial em minha vida. Você é muito especial para mim, minha madrinha. Você não sabe como é um ser humano espetacular. Amo você!

À amiga **Carolina Ortigosa**, por sua disponibilidade incondicional, pela amizade maravilhosa, por toda atenção, carinho e amor. Você é um exemplo de competência e determinação. É muito bom ter você como amiga. Amo você!

À amiga **Livia Maria**, pela amizade, por todas as trocas de experiências, dúvidas e conhecimentos compartilhados, por todo amor e carinho. Amo você!

À amiga **Ilana Ramalha**, que despretensiosamente se tornou alguém de fundamental importância em minha vida. Seu jeito doce, gentil e disponível de ser fizeram com que os nossos laços de amizade se estreitassem a cada dia mais. Obrigada pela amizade, hospitalidade e carinho. Muito obrigada! Amo você!

Ao amigo **Vitor Guarçoni**. Não tenho palavras para agradecer por tudo o que você fez e faz por mim durante todos esses anos. Ao te conhecer, em 2009, nunca imaginei que pudéssemos ter essa amizade e amor de irmão, essa cumplicidade que em todos os momentos foram e são indispensáveis em minha vida. E eu sempre com alguma dúvida e você sempre tão prontamente disponível para me ajudar, mesmo tendo tantas coisas suas para fazer. Discussões de casos clínicos, conselhos, dicas, dúvidas, revisões de trabalhos, bobagens do dia a dia... É muito bom ter você para dividir tudo isso. Obrigada, meu irmão. Amo você.

Aos amigos **Max Dória, Max Laurent, Hugo Vidotti e Luiz Alves**. Ter vocês nessa longa jornada foi essencial. Obrigada pelo companheirismo e por sempre estarem dispostos a me ajudar. A presença de vocês tornou tudo mais divertido e tranquilo. Muito obrigada. Amo vocês.

Ao amigo **Leonardo Bonjardim**, por toda ajuda na estatística e pela forma doce e gentil com que trata todos ao seu redor. Admiro muito você.

Ao amigo **Fábio Lorenzoni**, sempre auxiliando e orientando em todos os momentos. Muito obrigada pela amizade.

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

À **Ana Silvia, Laís Pires e Ana Luiza**, amigas queridas que Bauru me presenteou. Obrigada pela amizade e carinho. Espero sempre poder ter vocês por perto. Amo muito!

Aos amigos de Pós-Graduação, **Marcela, Marcelo, Priscila, Bruno, Lanza, Vinícius, Fábio, Paulo Maurício, Andreia Falcão, Ana Luiza Vilar, Andréa, Fernanda Piras, Ilana Ramalho, Laís Pires e Leandro Martins**, pela amizade, por sempre terem enriquecido os seminários, e pelos deliciosos momentos de descontração.

Aos amigos da turma de mestrado 2007/2008, na pessoa do **Zezo**, turma que me transmitiu valiosos conhecimentos.

À **Claudinha**, obrigada pelas longas conversas, por todos os ensinamentos de vida, por poder compartilhar um pouco da vida com você.

Aos tios **Laura, Roseana, Silvana, Rivaldo, Teles**, e aos primos: **Larissa e Fernando, Laura Theresa**, por toda confiança e amor depositados.

À minha sogra, **Eliane**, por todo amor com que me recebeu em sua casa e em sua família, cuidando sempre de mim e tornando os dias fáceis para que eu pudesse finalizar esse trabalho. Obrigada!

À **Luzia**, pelos cuidados, amor e carinho de sempre.

Aos amigos **Laura, Raphaela, Raquel, Nayana, Leonardo, Ianna, Stella, Raimundo, Darcia, Alex, Aliny, Gustavo e Everaldo**, pela amizade verdadeira e por todo carinho.

À professora **Valéria Leopoldino**, exemplo pelo qual almejei seguir e chegar até aqui. Agradeço pelo apoio e orientação em minha vida acadêmica e profissional.

Mais uma vez, a Deus, pela oportunidade desses anos em Bauru, e por ter colocado pessoas especiais em minha vida. Ninguém faz nada sozinho. Com vocês, tudo foi mais fácil.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Bauru, na pessoa da diretora, **Prof^a. Dr^a. Maria Aparecida de Andrade Moreira Machado**.

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

Ao **Prof. Dr. Accácio Lins do Valle**, pelo carinho e atenção que sempre depositou em mim, desde o meu primeiro ano em Bauru, por ter me levado para a clínica de pós-graduação, lugar onde aprendi tudo o que sei, lugar que me fez ser uma protesista melhor. Pessoa pela qual tenho um enorme carinho.

Ao **Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro**, por todos os ensinamentos. Por ter me dado algumas lições que não estão escritas em livros, mas são adquiridas com experiência. Por ter me estimulado a adquirir um espírito crítico, tão importante à minha formação. Cumpru um grande desafio, que é ensinar a ensinar. Você é um exemplo de dedicação e amor à odontologia. É um privilégio ter você como professor. Estar ao seu lado foi um divisor de águas em minha formação.

Ao **Prof. Dr. Gerson Bonfante**. Seus ensinamentos foram essenciais para a minha formação. Qualquer dúvida minha sempre foi esclarecida por você com muito conhecimento. Agradeço por toda gentileza, carinho, atenção com que sempre me tratou. Agradeço por ter feito eu me dedicar à Prótese Parcial Removível. Admiro demais a sua sabedoria e a sua brilhante carreira.

Ao **Prof. Dr. Paulo Martins Ferreira**. Sua habilidade me fez ser uma profissional mais criteriosa.

Ao **Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante**, pela boa vontade durante a realização da estatística. Sua sabedoria esclareceu muitas dúvidas. Muito obrigada.

À **Profª. Drª. Lucimar Falavinha Vieira**, pela amizade e carinho, estando sempre tão disponível.

À **Profª. Drª. Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida**.

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

Ao **Prof. Dr. José Henrique Rubo**.

À **Profª. Drª. Karin Hermana Neppelenbroek**.

Ao **Prof. Dr. Paulo César Rodrigues Conti**.

À **Profª. Drª. Simone Soares**.

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

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

Ao **Prof. Dr. Wellington Cardoso Bonachela**.

A todos os professores do Departamento de Prótese, profissionais competentes e admiráveis que se tornaram exemplos para mim. Obrigada, principalmente pelo carinho e por participarem da minha formação. Cada um, com seu jeito e suas experiências, transmitindo seus conhecimentos com toda paciência e de forma tão acessível. Obrigada por tornarem esse departamento um local de um convívio agradável.

Aos funcionários do Departamento de Prótese, **Débora, Marcelo, Reivanildo, Valquíria e Cleide**, sempre tão disponíveis a ajudar em todos os momentos.

À **Cleusa** e à **Hebe**, por me receberem na clínica de Pós-Graduação com tanto carinho.

Ao **Renato Murbach**, pela ajuda constante no CIP, sendo de fundamental importância para a realização deste estudo. Muito obrigada!

Ao **Edmauro**, por ajuda e disponibilidade durante a utilização do MEV.

Aos funcionários do CIP, **Neusa, Marcelo, Marcia e Rafa**, por tornarem o CIP um ambiente agradável de se trabalhar.

Ao **Programa de Prática Profissionalizante (PAE)**. Essa experiência foi essencial para o meu crescimento como professora.

RESUMO

Este estudo teve o objetivo de avaliar, por meio do ensaio de microtração, o efeito na resistência adesiva e no modo de fratura da Y-TZP quando cimentada a blocos padronizados de resina composta com um cimento resinoso autoadesivo (RelyX Unicem – 3M ESPE, Saint Paul/ Minnesota, EUA), sob diferentes tratamentos de superfície, antes e após o envelhecimento. Doze amostras de Y-TZP foram divididas em seis grupos, de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: Ru (sem tratamento de superfície); Ap (Alloy Primer); Zp (Z-Prime Plus); Na (solução de hidróxido de sódio - NaOH); NaAp (solução de NaOH, seguida pela aplicação de Alloy Primer); NaZp (NaOH, seguida pela aplicação de Z-Prime Plus). Após os tratamentos de superfície e a cimentação, de acordo com as recomendações do fabricante, os blocos foram armazenados por 24h em água destilada e cortados em seguida. O teste de microtração aconteceu em dois momentos: 72h após os procedimentos de corte e após seis meses de envelhecimento (E). Ao final do teste de microtração, os espécimes foram analisados em estereomicroscópio e no microscópio eletrônico de varredura (MEV), para caracterização do modo de fratura. A distribuição Weibull a dois parâmetros (Synthesis 9, Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, USA) foi utilizada para cálculo da probabilidade de sobrevida em função da resistência adesiva em 10 MPa, 15 MPa e 20 MPa. A comparação entre os grupos também foi realizada com o módulo de Weibull e a resistência característica (resistência adesiva). As resistências adesivas imediatas e após o envelhecimento foram: (Ru – 15,26 MPa e RuE – 12,15 MPa; Ap – 13,82 MPa e ApE – 10,72 MPa; Zp – 14,19 MPa e ZpE – 9,72 MPa; Na – 17,92 MPa e NaE – 13,15 MPa; NaAp – 21,25 MPa e NaApE – 18,13 MPa; NaZp – 16,25 MPa e NaZpE – 8,66 MPa). Nos grupos imediatos, a utilização da solução básica, sozinha ou associada aos primers, apresentaram maior quantidade de falhas mistas, porém, após o envelhecimento, as falhas adesivas foram mais frequentes para esses tratamentos. Através dos resultados obtidos, pôde-se concluir que a solução de NaOH associada ao Alloy Primer, foi o único tratamento de superfície que apresentou os maiores valores de resistência adesiva, antes e após o envelhecimento, apresentando modo de fratura predominantemente mista. O tempo de armazenamento levou a uma redução da probabilidade de sobrevida em função da carga de 10 MPa e 15 MPa para todos os tratamentos, exceto para o NaAp.

Palavras-chave: Cerâmica. Tratamento químico. Cimentação.

ABSTRACT

Effect of water aging on bond strength of zirconia after different surface treatments

This study aimed to evaluate, through microtensile test, the effect of bond strength and fracture modes of the Y-TZP when it is cemented to a standard composite resin blocks with a self-adhesive resin cement (RelyX Unicem - 3M ESPE, Saint Paul / Minnesota, USA) under different surface treatments before and after aging. Twelve samples of Y-TZP were divided into six groups, according to the following surface treatments: Ru (no surface treatment); Ap (Alloy Primer); Zp (Z-Prime Plus); Na (sodium hydroxide solution - NaOH); NaAp (NaOH solution, followed by Alloy Primer); NaZp (NaOH solution, followed by Z-Prime Plus). After the surface treatment and cementation, according to the manufacturer's recommendations, the blocks were stored for 24 hours in distilled water and then cut. The microtensile testing was performed in two times: 72 hours after the cutting procedures and after six months of aging (E). At the end of microtensile test, the specimens were analyzed in stereomicroscope and scanning electron microscope (SEM) to characterize the fracture mode. The 2-parameter Weibull distribution (Synthesis 9, Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, USA) was used to calculate the survival probability function of the adhesive strength at 10 MPa, 15 MPa and 20 MPa. Comparisons between groups were also analysed with Weibull modulus and characteristic strength (bond strength). Results showed that the immediate and after aging bond strength were: (Ru – 15.26 MPa and RuE – 12.15 MPa; Ap - 13.82 MPa and ApE - 10.72 MPa; Zp - 14.19 MPa and ZpE - 9.72 MPa; Na - 17.92 MPa and NaE - 13.15 MPa; NaAp – 21.25 MPa and NaApE - 18.13 MPa; NaZp – 16.25 MPa and NaZpE - 8.66 MPa). In the immediate groups, using the basic solution, alone or in association with primers the results showed an increased amount of mixed failures, but after aging, the adhesive failures was more frequent for such treatments. It was possible to conclude that the NaOH solution associated with the Alloy Primer was the only surface treatment that showed the highest bond strength values before and after aging, with predominantly mixed fracture mode. The storage time promoted a reduction in survival probability function load of 10 MPa and 15 MPa for all treatments except for the NaAp.

Keywords: Ceramics. Chemical treatment. Cementation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1	- Bloco de zircônia IPS e.max ZirCAD.....	73
Figura 2	- Zircônia após o corte.....	75
Figura 3	- Recipiente de plástico com silicone.....	75
Figura 4	- Moldagem da fatia de zircônia	75
Figura 5	- Molde da fatia de zircônia.	77
Figura 6	- Matriz preenchida com resina composta.....	77
Figura 7	- Substrato de resina composta.....	77
Figura 8	- Alloy Primer – Kuraray Medical Inc.	81
Figura 9	- Z-Prime Plus - Bisco Inc.....	81
Figura 10	- Solução de hidróxido de sódio (NaOH) - Bauru Fórmulas	81
Figura 11	- Cápsula do sistema RelyX Unicem (3M ESPE)	83
Figura 12	- Ativador com cápsula do cimento	83
Figura 13	- Cápsula no Ultramat 2.....	83
Figura 14	- Cápsula inserida no Aplicap.....	83
Figura 15	- Cimentação. a. Aplicação do cimento sobre a zircônia. b. Substrato em compósito colocado sobre a zircônia e aplicação de carga. c. Corpo de prova sendo fotoativado.....	85
Figura 16	- Amostra em posição para corte e obtenção dos palitos.....	87
Figura 17	- Amostra cortada.....	87
Figura 18	- Palitos	87
Figura 19	- Palito imediato e envelhecido.....	89
Figura 20	- Palitos armazenados.....	89
Figura 21	- Máquina de ensaios universal - EMIC.....	89

Figura 22 -	Corpo de prova fixado ao dispositivo, pronto para ser testado	89
Figura 23 -	Imagens representativas do MEV (75X) da superfície da Y-TZP, testadas 72 horas após a sua obtenção, demonstrando uma combinação de diferentes falhas adesivas e mistas em proporções distintas para os diferentes grupos testados: a. Grupo Ru - falha adesiva; b. Grupo Ap - falha mista; c. Grupo Zp - falha adesiva; d. Grupo Na - falha mista; e. Grupo NaAp - falha mista; f. Grupo NaZp - falha mista. Zr representa a zircônia e CR o cimento.	113
Figura 24 -	Imagens representativas do MEV (75X) da superfície da Y-TZP, testadas após 180 dias de armazenamento: a. Grupo RuE - falha adesiva; b. Grupo ApE - falha adesiva; c. Grupo ZpE - falha adesiva; d. Grupo NaE - falha mista; e. Grupo NaApE - falha mista; f. Grupo NaZp - falha adesiva. Zr representa a zircônia e CR o cimento.	115

- GRÁFICOS

Gráfico 5.1	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva (MPa) imediata. A presença de interposição entre os contornos indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos.	96
Gráfico 5.2	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva após o envelhecimento. A presença de interposição entre os contornos indica ausência de diferença estatística significativa entre os grupos. Note o posicionamento mais para a direita do grupo NaAp, que evidencia maior resistência adesiva que os outros grupos, com diferença estatística.	97
Gráfico 5.3	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos em que não houve tratamento de superfície. A presença de interposição entre os contornos indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos.	98
Gráfico 5.4	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o Alloy Primer como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significativa entre os grupos.	99
Gráfico 5.5	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o Z-Prime como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica presença de diferença estatística significativa entre os grupos.	100
Gráfico 5.6	- “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significativa entre os grupos.	101

Gráfico 5.7 - “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH associado ao Alloy Primer como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significativa entre os grupos.	102
Gráfico 5.8 - “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH associado ao Z-Prime como tratamento de superfície. A ausência de contato entre as linhas do contorno indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos, sendo o posicionamento à direita diretamente proporcional à resistência adesiva.....	103
Gráfico 5.9 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. Os pontos indicam o nível exato em que cada espécime apresentou a falha. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 10 MPa.....	105
Gráfico 5.10 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. Os pontos indicam o nível exato em que cada espécime apresentou a falha. A linha reta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 10MPa.....	106
Gráfico 5.11 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 15 MPa.	108
Gráfico 5.12 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 15 MPa.	108

Gráfico 5.13 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 20 MPa.	110
Gráfico 5.14 - Probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 20 MPa.	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Materiais comerciais empregados na avaliação da influência de tratamentos de superfície na resistência de união à zircônia.....	72
Tabela 2	- Grupos experimentais.....	79
Tabela 5.1	- Valores do módulo de Weibull (m) e a resistência adesiva na condição onde 62,3% dos espécimes testados logo após a cimentação apresentaram falhas.	96
Tabela 5.2	- Valores do módulo de Weibull (m) e a resistência adesiva na condição onde 62,3% dos espécimes envelhecidos apresentaram falhas.....	97
Tabela 5.3	- Probabilidade de sobrevivência (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 10 MPa. Letras iguais indicam a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 10 Mpa.....	104
Tabela 5.4	- Probabilidade de sobrevivência (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 15MPa. Letras iguais indicam a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 15 MPa.	107
Tabela 5.5	- Probabilidade de sobrevivência (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 20MPa. Letras iguais indicam ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 20 MPa.	109
Tabela 5.6	- Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio, após o tempo de 72 horas. Classificadas em adesiva (A) ou mista (M).....	111
Tabela 5.7	- Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio, após o tempo de 180 dias. Classificadas em adesiva (A) ou mista (M).....	115

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	25
2.1	Tratamentos de superfície	32
3	PROPOSIÇÃO	65
4	MATERIAL E MÉTODOS	69
4.1	Materiais	71
4.2	Métodos.....	73
4.2.1	Obtenção dos corpos de prova.....	73
4.2.1.1	Confecção dos corpos de prova de zircônia.....	73
4.2.1.2	Confecção dos substratos em resina composta	75
4.2.3	Grupos experimentais	79
4.2.4	Descrição dos tratamentos de superfície	79
4.2.5	Aplicação do agente cimentante.....	83
4.2.6	Procedimentos de corte.....	85
4.2.7	Envelhecimento	87
4.2.8	Ensaio de microtração.....	89
4.2.9	Modo de fratura	91
4.2.10	Análise estatística.....	91
5	RESULTADOS.....	93
5.1	Resistência adesiva.....	95
5.2	Modo de fratura	111
6	DISCUSSÃO	117
7	CONCLUSÕES	127
	REFERÊNCIAS.....	131
	ANEXOS	141

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas de alto conteúdo cristalino, como a zircônia, apresentam excelentes propriedades mecânicas, quando comparadas às cerâmicas convencionais. 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 a confecção de infraestruturas de coroas e próteses parciais fixas, tendo como vantagens as suas ótimas propriedades mecânicas e ópticas, fazendo com que as restaurações em cerâmica pura sejam empregadas com maior possibilidade de sucesso (TINSCHERT et al., 2000). Entretanto, o seu sucesso clínico também depende da formação de uma união confiável com os agentes de cimentação (DE SOUZA et al., 2010).

Restaurações totais de zircônia podem ser cimentadas com cimentos convencionais (TINSCHERT et al., 2001), como o fosfato de zinco e o ionômero de vidro. No entanto, uma cimentação adesiva possui vantagens e pode ser necessária em algumas situações clínicas desfavoráveis, em que o preparo do dente se encontra curto ou cônico (MAGNE et al., 2010; THOMPSON et al., 2011). Estas situações acontecem quando os preparos se apresentam com dimensões cervical-oclusal/cérvico-incisal menores que 4 mm para molares, e 3 mm para os demais dentes, e ângulo de convergência oclusal acima de 20° (GOODACRE et al., 2001). Sendo assim, compostos de base resinosa são os materiais de escolha para a cimentação de restaurações de cerâmica (PIWOWARCZYK et al., 2005).

A cimentação adesiva das próteses é recomendada por promover melhor retenção, adaptação marginal, resistência à fratura e maior longevidade (BLATZ et al., 2003; BORGES et al., 2003; DERANT et al., 2005; ATSU et al., 2006; THOMPSON et al., 2011; INOKOSHI et al., 2014). No entanto, para se obter uma adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso, é necessária 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 estas suscetíveis ao

condicionamento com ácido fluorídrico e passíveis de serem silanizadas (BLATZ et al., 2003). Entretanto, devido à fase vítrea ser reduzida ou eliminada na zircônia, este material não é suscetível ao condicionamento com ácido fluorídrico, além disso, a ausência de sílica na matriz da cerâmica torna ineficaz a aplicação do agente silano (KERN; WEGNER, 1998; BLATZ et al., 2003; THOMPSON et al., 2011).

Como há diferenças entre as cerâmicas à base de sílica e de dióxido de zircônia, em relação às suas propriedades físicas, composição e microestrutura, Blatz et al. (2003) sugeriram que técnicas adesivas alternativas para a obtenção da união satisfatória aos materiais resinosos deveriam ser avaliadas para a zircônia. Na literatura, existe um número cada vez maior de trabalhos avaliando diferentes métodos de tratamento de superfície com o objetivo de melhorar a resistência de união da zircônia e sua durabilidade (INOKOSHI et al., 2014). Uma união forte e estável entre um cimento resinoso e uma restauração cerâmica é fundamental para a longevidade da mesma (DE SOUZA et al., 2014; SILVA et al., 2014), e a manutenção de um vínculo duradouro com a zircônia continua a ser um desafio (ATTIA; KERN, 2011).

Diferentes pré-tratamentos de superfícies, mecânicos e químicos, têm sido recomendados para melhorar a resistência adesiva da interface cimento resinoso e Y-TZP (INOKOSHI et al., 2014).

O jateamento com partículas de óxido de alumínio tem melhorado a resistência de união da zircônia, sendo que o conceito empregado para esse método de tratamento de superfície se baseia em aumentar mecanicamente a retenção entre o cimento resinoso e a cerâmica (OZCAN; VALLITTU et al., 2003; BLATZ et al., 2004; AMARAL et al., 2006; RE et al., 2008). Por outro lado, o jateamento com óxido de alumínio introduz microtrincas que reduzem a longevidade das restaurações confeccionadas em zircônia em cerca de 20 a 30% (ZHANG et al., 2004b).

Existem evidências de que métodos de condicionamento químico que não modificam a topografia da superfície da zircônia podem aumentar a sua resistência adesiva (LORENZONI et al., 2012; DE SOUZA et al., 2014). Uma abordagem para melhorar a força de união com a zircônia é desenvolver uma interação química entre

os monômeros resinosos e a superfície de óxido de zircônio (DE SOUZA et al., 2014). Monômeros ácido funcional, tal como o monômero 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), reage quimicamente com o dióxido de zircônia, promovendo uma união estável para a zircônia (KERN; WEGNER, 1998). Este monômero encontra-se disponível em primers, que têm sido comercializados para unir ligas metálicas ou cerâmicas à base de óxido de alumina e zircônia aos cimentos resinosos. Esses primers podem melhorar a resistência adesiva da Y-TZP aos cimentos resinosos (DE SOUZA et al., 2014).

Como a zircônia é reconhecidamente inerte (OZCAN; VALLITTU et al., 2003; YOSHIDA et al., 2006), a aplicação de soluções básicas fortes poderia favorecer a reação ácido-base com o agente cimentante, pois aumentaria a basicidade e a deposição de grupamentos hidroxila na superfície da zircônia (FISCHER et al., 2005). A solução de hidróxido de sódio (NaOH 0,5 M) poderia modificar a reatividade da superfície da zircônia, além de reforçar a ligação de agentes de união que contenham MDP entre a superfície da zircônia e o cimento resinoso (LORENZONI et al., 2012).

Portanto, como não existe uma padronização quanto ao tratamento de superfície que deve ser utilizado para melhorar a união do cimento resinoso à zircônia, e tendo em vista as preocupações acima mencionadas associadas ao jateamento, pondera-se que a aplicação de tratamentos químicos na superfície da zircônia deve ser avaliada. Assim, faz-se importante verificar a influência e a durabilidade de tratamentos de superfície na resistência à microtração entre a zircônia estabilizada por ítrio e um cimento resinoso.

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 se refere à família dos materiais cerâmicos compostos essencialmente por caulim, quartzo e feldspato. Quando sintetizados, 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. Características como a friabilidade, próprias do vidro cerâmico, resultam em baixa resistência à tração quando esse material é colocado em função na boca (JONES et al., 1985). Esta foi a razão pela qual os metais passaram a ser utilizados como infraestrutura 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).

Esforços têm sido despendidos para que materiais cerâmicos de alta resistência sejam desenvolvidos para superar os problemas estéticos das coroas metalocerâmicas, como a presença de 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).

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, mediante a adição de cristais de alumina, a fim de ser empregada como material para infraestrutura. 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 convencional. Além disso, a porcelana reforçada não dependia da presença do glaze para a redução da propagação de trincas. Desde então, o enfoque primário foi melhorar, principalmente a resistência à fratura das infraestruturas cerâmicas e, conseqüentemente, a sua longevidade clínica. Assim, introduziram-se as cerâmicas policristalinas à base de óxido de zircônio.

Em uma revisão de literatura, Piconi e Maccauro (1999) discorreram 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 apresenta-se 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, à temperatura ambiente, por meio 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 resistência flexural maior, quando comparado aos demais (CaO, MgO), apesar de o seu processo de sintetização ser muito mais difícil (YOSHIMURA et al., 2007). A cerâmica formada desta 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 forem aplicadas nas bordas de trincas, induzam a uma transformação da fase tetragonal para monoclinica. Esta 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 deste fenômeno, os policristais demonstraram resistência flexural de 900 -1.200 MPa, e tenacidade de 9-10 MPa/m^{1/2}, valor duas vezes maior do que o da alumina, e três vezes maior do que a 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 referem-se 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 o 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 infraestrutura de coroas unitárias e próteses fixas (WOLFART et al., 2007).

A sua utilização clínica como material para infraestrutura de próteses dentárias tem como vantagens suas características ópticas e propriedades mecânicas (TINSCHERT et al., 2000).

O sucesso destas restaurações de zircônia depende, entre outros fatores, da obtenção de uma retenção e adaptação marginal após a cimentação (BLATZ et al., 2003; INOKOSHI et al., 2014).

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 utilização de cimentos resinosos possui algumas vantagens em relação às outras classes de materiais, uma vez que eles apresentam baixa solubilidade e característica estética melhorada (PIWOWARCZYK et al., 2005; LÜTHY et al., 2006). Cimentos que contém monômeros fosfatados apresentam resistência maior do que os que não possuem estes monômeros (PIWOWARCZYK et al., 2005; NOTHDURFT et al., 2009).

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).

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 três anos (ÖRTORP et al., 2009).

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 a cerâmica à base de sílica, não são eficientes para a zircônia, devido às diferenças que existem nas propriedades físicas, composição e microestrutura (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 a união satisfatória aos cimentos resinosos.

Técnicas de cimentação convencional utilizadas com a zircônia não promovem valores de resistência adesivas 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, principalmente em situações clínicas

desfavoráveis: dentes com paredes curtas ou cônicas. Nestas situações clínicas, o processo de cimentação requer uma atenção especial (THOMPSON et al., 2011).

A forma de dentes preparados e a quantidade de estrutura dentária removida são fatores importantes para o sucesso mecânico, biológico e estético da coroa ou prótese parcial fixa. Considerando isso, Goodacre et al. (2001) realizaram uma revisão de literatura com orientações sobre o preparo de dentes, objetivando otimizar o sucesso nas próteses fixas. Concluíram que os dentes devem ser preparados de modo que apresentem as seguintes características: 10 a 20 graus de ângulo de convergência oclusal, uma dimensão mínima de 4 mm ocluso-cervical para molares, e 3 mm para os demais dentes.

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 a 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 a retenção mecânica é difícil. A ausência de sílica também impede a ligação química entre sílica-silano, necessária para a 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 despendido esforços para modificar as propriedades da superfície da zircônia, mecânica ou quimicamente, por diversos tratamentos de superfície (YUN et al., 2010).

O efeito do jateamento com óxido de alumínio por cinco segundos sobre a longevidade de cerâmicas de elevado conteúdo cristalino, zircônia (Y-TZP) e alumina, foi avaliado por Zhang et al. (2004b). Para isso, amostras foram jateadas e polidas, em seguida foram cimentadas sobre blocos de policarbonato, empregando resina epóxica. O carregamento cíclico foi aplicado até a observação de falha catastrófica. Os resultados revelaram uma redução da longevidade em cerca de 20 a 30%, devido as microtrincas na superfície da cerâmica após o jateamento. Os autores concluíram que a Y- TZP, quando submetida ao tratamento de superfície adequado, pode ser o material ideal para a confecção de restaurações.

Talvez esta seja a razão para o interesse do condicionamento químico da superfície da Y-TZP, que inclui, principalmente, a prevenção de métodos invasivos, como jateamento com partículas, além da simplicidade da aplicação (LORENZONI, 2012).

O estabelecimento de uma interface de união estável entre tecidos dentais e cerâmicas odontológicas é um dos desafios mais importantes envolvidos na longevidade clínica das restaurações cerâmicas indiretos (SILVA et al., 2014). A análise da interface cimento/cerâmica deve considerar qualquer procedimento de envelhecimento para simular as condições orais KERN; WEGNER, 1998; OYAGÜE et al., 2009b).

2.1 Tratamentos de superfície

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 por meio de microscopia eletrônica de varredura. Todas as amostras de cerâmica foram jateadas com óxido de alumínio 110µm, 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 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 três grupos, de acordo com o tempo de armazenagem e ciclos de termociclagem: 24 horas imergidos em saliva artificial, a 37°C; 30 dias em saliva artificial e termociclagem, totalizando 7500 ciclos; e 150 dias de termociclagem com os corpos imergidos 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 este grupo aumentou a resistência inicial, sendo reduzida drasticamente após a termociclagem. O sistema de silicatização, juntamente com a silanização, aumentou a resistência adesiva (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) (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 falhas do tipo adesiva, enquanto os 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 ultrassom, com álcool 96%, por três minutos, em todas as amostras, e utilizaram sete diferentes sistemas adesivos: 1. sistema resinoso convencional à base de Bis- GMA; 2. silano anterior à 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 microtração em dois tempos: três 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 adesivas ou coesivas. Os resultados mostraram que o jateamento abrasivo produz rugosidade, porém limitada e com ranhuras rasas, se comparados 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 ele não se liga à 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 este 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 250 µm; jateamento com óxido de alumínio, com partículas de 50 µm; jateamento com óxido de alumínio (50 µm), associado a condicionamento com ácido fluorídrico (38%); asperização com ponta diamantada; e sem tratamento. As superfícies foram tratadas com silano e cimentadas com três sistemas de fixação: Panavia 21 (Kuraray), Twinlook (Kulzer) e Superbond C&B (Sun Medical). As amostras foram avaliadas após diferentes condições de armazenagem: cinco horas em ambiente seco, um dia, uma semana e

dois meses em água destilada (35°C). O ensaio de cisalhamento foi conduzido à velocidade de 5mm/min, e a análise das amostras evidenciou 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. Empregaram-se 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 três dias e após termociclagem (37500 ciclos). Os melhores valores foram apresentados quando o 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 de cimentos a cerâmicas à base de sílica esteja bem estabelecida, a disponibilidade de trabalhos avaliando a adesão a 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 a 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 seis 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 de 2000x. O jateamento com óxido de alumínio e o condicionamento com ácido fluorídrico produziram 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).

Ozcan e Vallittu (2003) estudaram a influência de três diferentes tratamentos de superfície (condicionamento com ácido fluorídrico, jateamento abrasivo com óxido de alumínio 110 µm, 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% (Procera AllCeram – Nobel Biocare); e alumina experimental (99,7%) sob a resistência de união de um cimento resinoso à base de Bis-GMA (Variolink II). Após a cimentação, metade dos espécimes foi mantida seca, à temperatura ambiente, por 24 horas, e a outra parte foi submetida a 6000 ciclos de termociclagem. As amostras foram submetidas a teste de cisalhamento. Observaram que o ácido fluorídrico foi capaz de criar rugosidades e microrretenções 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 fluida através das microrretenções. 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 a 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 as dividiram em quatro 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 termocicladas 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 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 a fusão de pérolas vítreas. Além dos três métodos de tratamento citados anteriormente, houve um grupo controle sem tratamento. A zircônia foi cimentada sobre um substrato de resina composta, e após uma hora da cimentação, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. O grupo controle e aquele 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 comparada 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. 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 o estudo, utilizaram espécimes de três sistemas cerâmicos: dissilicato de lítio (IPS Empress 2 – Ivoclar Vivadent), alumina (In-Ceram Alumina – Vita) e zircônia (Zi-Ceram – Dental Graphics Co.). Com o grupo controle, foi utilizada 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 50 µm + condicionamento com ácido fluorídrico 4%, e jateamento com partículas de óxido de alumínio de 30µm modificadas por sílica. Todos os grupos receberam a 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 quais foram armazenados a 37°C, por 72h antes do teste de tração. Concluíram que os espécimes de zircônia e alumina tratados 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.

Piowarczyk et al. (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento de onze 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 dois grupos, de acordo com os tratamentos de superfície: jateamento com partículas de óxido de alumínio 110 µm, e tratamento triboquímico (Sistema Rocatec – 3M ESPE). Para cada tratamento, foram utilizados onze cimentos, variando conforme a classe: cimento de fosfato de zinco (Fleck's zinc cement – Mizzy Inc.); dois cimentos de ionômero de vidro convencionais (Fuji I – GC Corp, Ketac-Cem – 3M ESPE); três cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (Fuji Plus – GC Corp, Fuji Cem – GC Corp, RelyX Luting – 3M ESPE); quatro cimentos resinosos convencionais (RelyX ARC – 3M ESPE, Panavia F - Kurary, Variolink II – Ivoclar Vivadent, Compolute - 3M ESPE); e um cimento resinoso autoadesivo (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 esta união após a 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 resistência maior 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 microtração na zircônia. As amostras de zircônia (In-Ceram Zirconia – Vita) foram submetidas a três tratamentos de superfície: 1. jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110 µm (grupo controle); 2. tratamento triboquímico, que consiste em jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110 µm, jateamento com partículas de óxido de alumínio modificada por sílica de 110 µm e aplicação de silano (Sistema Rocatec – 3M ESPE); 3. tratamento triboquímico, com utilização dos mesmos procedimentos do grupo dois, sendo o segundo passo modificado, onde as partículas modificadas por sílica possuem uma granulação de 30 µm (Sistema CoeJet – 3M ESPE). Todas as amostras foram cimentadas no substrato de resina composta com o cimento Panavia F (Kuraray) e armazenadas em água destilada por sete dias. Os tratamentos triboquímicos dois e três apresentaram valores estatisticamente maiores que os do grupo um, 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 110 µm (Korox, Bebo, Bremen), e os outros dois com partículas revestidas por sílica com dimensões diferentes: 110 µm (Sistema Rocatec - 3M ESPE) e 30 µm (CoJet-Sand - 3M ESPE). As amostras de cerâmica foram polidas e limpas por dez minutos em ultrassom com solução de acetato. Após o tratamento de superfície, todos foram silanizados e cimentados em blocos de resina, utilizando um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F). Os espécimes foram armazenados em água destilada, a 37°C, por sete dias. O conjunto resina composta + cerâmica foi cortado e as fatias obtidas, submetidas a teste de microtração. Concluiu-se que ambos os sistemas de silicatização (Rocatec 24,6 MPa e CoJet 26,7 MPa) foram superiores aos 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 neste estudo é infiltrada por vidro e houve a incorporação de partículas de sílica devido ao jateamento na superfície da cerâmica, propôs-se que o agente silano seria capaz de promover interações químicas entre o componente resinoso e a cerâmica. O teste de microtração 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 zircônia 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 Al₂O₃ e, posteriormente, foram limpas em ultrassom, com álcool isopropílico, a 96%, por três minutos. Passaram, então, por diferentes tratamentos de superfície, formando seis 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 (3mm 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 à 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 falhas

do tipo adesivas (na interface), enquanto os que tiveram maior resistência mostraram falhas mistas ou coesivas no cimento.

Yoshida et al. (2006) realizaram ensaio de cisalhamento para avaliar a resistência de união de um cimento resinoso a óxido 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, 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 agente de união zirconato foram efetivos para a 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 50 µm, 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 sete dias, e após armazenamento em água por 24 horas mais termociclagem (2000 ciclos). Os autores encontraram uma resistência maior de união quando da utilização do tratamento triboquímico associado ao cimento RelyX Unicem, e menores valores quando do emprego 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 adesiva através da microtração 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, reaquentados a 750°C, por um minuto, e deixados para resfriar à temperatura ambiente) e cimentados com cimento contendo MDP (Panavia F 2.0 – Kurakay). 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 adesiva 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 25 μm (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 3,5 mm 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 atingiu 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 de os valores obtidos serem diferentes para cada um, a média entre eles é similar para os dois testes.

Lee et al. (2007) compararam o efeito de métodos de condicionamento de superfície na resistência adesiva 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 110 μm e tratamento triboquímico (Sistema Rocatec). Para cada tratamento, os espécimes foram cimentados com três 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, a 37°C. Os autores concluíram que houve 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 se unir 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 seis grupos (n= 120), dependendo do cimento e do tratamento de superfície. Para unir o substrato resinoso à zircônia, metade dos espécimes foram cimentados 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, com aplicação direta do cimento; 2. limpa por 15 segundos com jato de hidrocarboneto de sódio; 3. jateamento com Al_2O_3 de 50 μm . Antes do ensaio de microtração, cada grupo foi dividido em dois subgrupos de dez amostras, que foram armazenadas em água destilada (37°C), por três ou 150 dias. Além disso, as amostras de 150 dias foram termocicladas por 37.500 ciclos. Os autores inferiram 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 Al_2O_3 , antes da união adesiva, e o uso de um cimento resinoso contendo MDP, são necessários para alcançar uma adesão duradoura à zircônia.

A cimentação confiável de materiais à base de zircônia é complexa, dificultando a sua utilização como material restaurador. Essa união poderia ser alcançada por meio de infiltração seletiva da superfície em combinação com um primer (ABOUSHLIB et al., 2008). O objetivo deste 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, os espécimes foram infiltrados 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. Os espécimes foram armazenados em local seco, a temperatura ambiente, por 24 horas. Posteriormente, foram submetidos ao teste de microtração. 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 defeitos 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, os espécimes foram mantidos em água destilada, a 37°C, por 24 horas, previamente ao teste de cisalhamento. Seguidos ao teste, foram submetidos ao jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110 μm , repetindo-se a cimentação e o teste. Para assegurar que todo o cimento havia sido removido com o jateamento, os espécimes foram observados em microscopia de luz, e mantidos em água destilada, a 37°C, por 180 dias antes do teste. Para os espécimes mantidos apenas 24h em água, não houve diferença estatisticamente significativa entre 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 o 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 adesiva 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 o objetivo de avaliar a hidroxilação da superfície da zircônia como 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; $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_2\text{O}_2 = 3\text{:}1$; $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\text{:HCl} = 4\text{:}1$; 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 $110\mu\text{m}$. As amostras foram cimentadas com cimento resinoso dual Panavia F 2.0 (Kurakay) ou Multilink (Ivoclar Vivadent). A hidroxilação com solução de $\text{H}_2\text{SO}_4\text{/H}_2\text{O}_2$, associada ao cimento Multilink, atingiu uma resistência média de 12,47 MPa. O tratamento triboquímico (Sistema Rocatec - 3M ESPE) e a cimentação com Multilink obtiveram as maiores resistências (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 espécimes de zircônia para um fabricante (Lava – 3M ESPE) e quarenta para outro (Cercon – Dentsply) foram submetidos a quatro grupos de tratamento: sem nenhum tratamento, jateamento com partículas de óxido de alumínio de $50\mu\text{m}$, jateamento com partículas de óxido de alumínio de $110\mu\text{m}$, e silicatização (Sistema Rocatec – 3M ESPE) associada à silanização (ESPE Sil – 3M

ESPE). Os dois cimentos foram depositados na superfície cerâmica com o auxílio de uma matriz metálica. Até o teste, as amostras foram armazenadas em água destilada, por sete dias. Contudo, pode-se concluir que a rugosidade da superfície dada por jateamento aumenta 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 se infiltrar. 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 um destes foi aplicado um primer fabricado pelos autores. As amostras foram submetidas ao teste de microtração 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 adesiva da zircônia (Y-TZP). As amostras de zircônia (Cercon - Degudent) foram divididas em três grupos (n=80), de acordo com o tratamento de superfície: sem tratamento de superfície, jateamento com partículas de óxido de alumínio, e irradiação com laser YAG. Após este 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 a

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). As amostras foram submetidas ao ensaio de microcisalhamento, 24 horas após a cimentação. Concluiu-se que: o jateamento aumentou a resistência de união para ambos os cimentos; os espécimes 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 comportaram-se de maneira semelhante; os primers metálicos aumentaram a resistência de união, independente do cimento e do tratamento; o jateamento e os 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 os conceitos fundamentais para a aplicação clínica da zircônia (Y-TZP). Os autores compreenderam que jateamento com partículas de óxido de alumínio (silanizados ou não) se apresenta 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. Estes monômeros são encontrados tanto em cimento resinoso e primer. Apesar de várias análises científicas disponíveis, estudos clínicos são necessários para avaliar o comportamento, em longo prazo, das restaurações Y-TZP, e estabelecer quais materiais e técnicas devem ser recomendados para cimentação destas restaurações.

Lehmann e Kern (2009) realizaram ensaio de tração para avaliar a resistência de união na zircônia, utilizando diferentes primers. As amostras de zircônia (Cercon-Degudent) foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, 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 espécimes desuniram-se espontaneamente; o grupo onde foi aplicado o Alloy Primer não mostrou diferença estatisticamente significativa 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. (2009a) avaliaram a influência do condicionamento de superfície e da seleção do cimento resinoso na resistência à microtração 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 125 µm; 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, as amostras foram armazenadas por 24 horas. Em seguida, foram seccionadas em palitos, para posterior ensaio de microtração. 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 superiores aos outros cimentos. Relacionaram o fato à presença do monômero fosfatado (MDP) no sistema silano/cimento, mostrando a capacidade de o monômero ácido funcional de reagir com o substrato. Desse modo, a seleção do cimento pareceu ser um fator relevante para a adesão das cerâmicas de óxido de zircônio.

No mesmo ano, Oyagüe et al., buscaram avaliar a estabilidade hidrolítica dos cimentos resinosos quando utilizados na zircônia. Para isso, 18 blocos de zircônia foram divididos em três grupos, de acordo com os tratamentos de superfície: 1. sem tratamento de superfície; 2. jateamento com partículas de óxido de alumínio 125 µm; 3. tratamento triboquímico usando partículas de Al₂O₃, modificadas por sílica. Os substratos de resina foram cimentados na superfície da cerâmica, utilizando os seguintes cimentos: 1. Clearfil Esthetic Cement - Kuraray; 2. RelyX Unicem - 3M ESPE; 3. Calibra - Dentsply Caulk. Após 24 horas, os blocos cimentados foram cortados em palitos de aproximadamente 1 mm². Para cada grupo, metade dos

palitos foram levados ao ensaio de microtração e a outra, envelhecida durante seis meses em água, a 37°C. Após 24 horas da cimentação, os valores de resistência adesiva foram significativamente maiores quando o Clearfil Esthetic Cement foi utilizado, independente do tratamento realizado na zircônia. Quando o cimento Calibra foi utilizado, todas as amostras falharam prematuramente, exceto quando o jateamento foi utilizado como tratamento de superfície. Após seis meses de envelhecimento em água, a resistência de união diminuiu significativamente para os grupos cimentados com o Clearfil Esthetic Cement. Já para os grupos cimentados com o RelyX Unicem, não houve diminuição significativa na resistência adesiva. A adesão de espécimes jateados cimentados com Calibra caiu após o armazenamento. Os autores observaram que a longevidade da interface cimento/cerâmica depende da seleção do cimento, que o Clearfil Esthetic Cement e o RelyX Unicem, ambos contendo monômeros fosfatados, foram adequados para a cimentação da zircônia, e que o envelhecimento tem um papel importante na degradação da união cerâmica/ cimento.

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 F 2.0 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), os espécimes foram divididos em doze grupos (n= 30). Todas as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 100 µm 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 30 µm, modificadas por sílica; 3. silicatização mais silanização com ESPE Sil. Os corpos de prova foram armazenados até o teste de cisalhamento, por 48 horas. Os cimentos que contêm monômeros fosfatados apresentaram uma resistência média estatisticamente maior do que aqueles que não têm 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 de os

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 110 µm e 50 µm, 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 50 µm, sendo usados mais dois sistemas de cimentação resinosos: à base de Bis-GMA (RelyX ARC – 3M ESPE), e um autoadesivo 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 três dias após a cimentação, e a outra parte 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 a zircônia usinada com e sem jateamento. O jateamento aumenta a resistência de união para a zircônia usinada, independente do tamanho da partícula; o armazenamento reduz a resistência de união.

Considerando que o jateamento causa danos à superfície cerâmica, uma técnica de união para a zircônia seria a interação química entre esta 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. Os espécimes foram cimentados com RelyX Unicem (3M ESPE) ou com o Panavia 21 (Kuraray). Os ensaios de

microtração foram realizados em dois tempos: 24 horas ou 60 dias mais termociclagem (5000 ciclos), após a cimentação. Os autores verificaram que os grupos tratados com o Alloy Primer apresentaram valor de união mais alto que aqueles tratados com o Epiguard Primer, e que os grupos controle 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. Segundo eles, 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). Os espécimes da zircônia (Rainbow – Dentium) foram divididos em doze 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; autoadesivo: 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 24 horas, a 37°C, 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 a união durável da zircônia a cimentos resinosos, e que o jateamento associado a primers foi eficaz para os três cimentos testados, especialmente para o Panavia F 2.0. Assim, consideraram necessário o desenvolvimento de um primer específico para a 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 70 µm 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 por 24h, a 37°C, até o ensaio de tração. Os autores observaram que os primers contendo agente silano são efetivos para a 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 à 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 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. Os espécimes de zircônia foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 50µm, e divididos em oito grupos (n= 5), de acordo com o 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-Prime Plus – Bisco Inc.). O zircônia primer foi testado com os cilindros de resina composta (Z-100 - 3M ESPE). Em outro grupo, utilizando o Panavia F 2.0 como cimento, foi aplicado outro primer (Clearfil Ceramic Primer). As amostras foram armazenadas por 24 horas e submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os autores notaram que os grupos que utilizaram o Z-Pime Plus apresentaram os maiores valores de união. Quando empregaram 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 quatro 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 24 horas após o armazenamento das amostras em água, a 37°C. Para avaliar a resistência ao cisalhamento, amostras de zircônia foram divididas em dezesseis grupos (n= 12). Cada um destes 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 noventa dias e termociclados (6000 ciclos). Os autores identificaram que o jateamento com óxido de alumínio e abrasão manual aumentam significativamente a resistência à flexão. Quanto ao teste de cisalhamento, os valores de resistência encontrados foram: silicatização + silanização > abrasão manual + zircônia primer > jateamento + silanização > zircônia primer > jateamento + zircônia primer. O envelhecimento artificial resultou em diminuição significativa na resistência de união. Segundo eles, a modificação mecânica na superfície da zircônia aumenta a resistência à flexão, tratamentos de superfície melhoraram a união do cimento resinoso à zircônia, e a combinação de condicionamentos químicos e mecânicos são essenciais para uma união duradoura entre a cerâmica e o 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 um deles foi subdividido em dois grupos: jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm, e sem jateamento. Antes do ensaio de tração, as

amostras foram armazenadas em água destilada, 37°C, em dois tempos: três 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. Além disso, perceberam que o cimento resinoso apresentou valores de retenção estatisticamente maiores, quando comparados aos cimentos convencionais. Relataram, ainda, que a utilização de cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados (MDP) em superfícies cerâmicas jateadas pode ser recomendada como método de cimentação mais retentivo.

Diferentes condicionamentos de superfície, métodos de limpeza e primers cerâmicos são usados para melhorar a união com a zircônia. No entanto, a manutenção de um vínculo duradouro com zircônia, sob várias condições clínicas, continua a ser um desafio. Com base nisto, Attia e Kern (2011) avaliaram a durabilidade da resistência adesiva de um cimento resinoso para a zircônia após aplicação de um novo primer universal. Jateamento com partículas de óxido de alumínio 110 µm ou silicatização (Rocatec – 3M ESPE) foram utilizados para condicionar a superfície da cerâmica. Logo em seguida, os discos foram limpos com jatos de ar, ou banho de ultrassom com álcool. Um silano convencional (EspeSil) ou um primer universal (Monobond Plus) foi aplicado na superfície condicionada, e um cimento resinoso (Multilink Automix) foi utilizado. Para cada grupo, metade dos espécimes foi testada após três dias de armazenamento, ou após 150 dias de envelhecimento, mais termociclagem (37,500). O armazenamento em água mais termociclagem resultou em médias menores, quando comparados a três dias de armazenamento. O envelhecimento, em longo prazo, não reduziu os valores de tração para os grupos que utilizaram a silicatização e o primer, independente do método de limpeza, e nem para o grupo que utilizou o jateamento e o primer, em que empregou o banho de ultrassom como método de limpeza. Os autores observaram que após 150 dias de envelhecimento e termociclagem, o novo primer universal apresentou os maiores valores de resistência de união em relação à utilização do silano, quando associado ao jateamento e à silicatização. Isto pode estar relacionado com a presença de monômero ácido fosfórico que pode se ligar a zircônia. O novo primer universal mostrou uma ligação durável em longo prazo para a zircônia, após o jateamento de partículas com limpeza no ultrassom e a silicatização, independentemente dos métodos de limpeza.

A fim de avaliar a influência de primers metálicos, cimentos resinosos e envelhecimento na resistência adesiva da zircônia, De Souza et al. (2011) utilizaram dois sistemas de cimentação (Relyx Unicem e Panavia). Para cada cimento resinoso, quatro primers desenvolvidos comercialmente para unirem-se a ligas metálicas foram utilizados (Metaltite, Metal Primer II, Alloy Primer or Totalbond). Ambos os cimentos tiveram dois grupos considerados controle, nos quais nenhum tratamento de superfície foi utilizado. Após a cimentação e os procedimentos de corte, a resistência à microtração foi testada em dois momentos: 48 horas e cinco meses de armazenamento em água. A utilização de primers metálicos melhorou significativamente a força de união do RelyX Unicem, enquanto que para o Panavia, nenhum dos primers alterou a resistência adesiva, em comparação ao grupo controle. Avaliando os sistemas de cimentação, para os espécimes testados por 48 horas, o Panavia teve maior resistência de união do que Unicem. No entanto, ambos os cimentos apresentaram diminuição estatisticamente semelhante após envelhecimento. O Alloy Primer, associado ao cimento RelyX Unicem, apresentou menor incidência de falha adesiva nos espécimes testados imediatos. Após o envelhecimento, todos os grupos apresentaram falhas predominantemente adesivas. Os autores concluíram que o uso do Alloy Primer melhorou a união adesiva do RelyX Unicem para a zircônia e que, apesar de o Panavia apresentar maior força adesiva, inicialmente, após o envelhecimento, os cimentos comportaram-se de forma semelhante.

Smith et al. (2011) avaliaram a resistência de união em longo prazo para a zircônia, após diferentes tratamentos de superfície. Para isso, foram obtidos dois blocos de porcelana e oito de zircônia, os quais foram separados em seis grupos: 1. controle: porcelana, tratado com ácido fluorídrico e silano; 2. zircônia, tratamento triboquímico foi utilizado (CoJet- 3M ESPE); 3. zircônia, aplicação do Metal/ Zircônia primer; 4. zircônia, novo tratamento de superfície produzindo camada de sílica com espessura de 3,2 nm; 5. Zircônia, novo tratamento de superfície produzindo camada de sílica com espessura de 5,8 nm; 6. zircônia, novo tratamento de superfície produzindo camada de sílica com espessura de 30,4 nm. Todos os blocos foram cimentados ao substrato de compósito usando um cimento resinoso (Clearfil Esthetic- Kuraray). Após a cimentação, os blocos foram armazenados por 24 horas, em água destilada. Em seguida, foram cortados. O teste de microtração aconteceu

em quatro momentos: após o procedimento de corte, após 1, 3 e 6 meses de armazenamento em água. O grupo 1, 2 e 4 apresentaram os maiores valores de resistência inicial. Após um mês, o grupo 1 apresentou valores estatisticamente superiores aos demais. Depois de três meses de armazenamento, os valores de resistência à microtração foram estatisticamente superiores para o tratamento CoJet, e para o grupo que aplicou camada de sílica com 3,2 nm. Após seis meses, todos os espécimes que utilizaram camada de sílica exibiram resistência à microtração semelhante ao CoJet, com valores menores em relação ao grupo controle. Com isso, os autores concluíram que a deposição de uma camada de sílica sobre zircônia resultou, em longo prazo, em uma força de ligação semelhante ou superior à silanização tradicional e técnicas de união para a zircônia, mas menores quando comparadas ao tratamento para porcelana.

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 a adesão e cimentação para zircônia. Encontraram que várias tecnologias estão sendo utilizadas para resolver este 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 ZrO₂ tenham melhorado, ainda há muito a ser estudado para tornar este um comportamento previsível para o uso clínico.

Casucci et al. (2012) observaram a influência de diferentes tratamentos de superfície e aplicação de primer metálico na resistência adesiva da zircônia, utilizando um cimento resinoso autoadesivo. Quarenta cilindros de zircônia foram divididos em quatro grupos, de acordo com o tratamento de superfície: 1. jateamento com partículas de óxido de alumínio 125 µm; 2. infiltração seletiva da superfície; 3. aplicação, por 30 minutos, de solução condicionadora aquecida; 4. sem tratamento. Em metade das amostras de cada grupo, foram aplicadas Metal Primer II. Os espécimes foram cimentados com cimento resinoso autoadesivo (G-Cem Automix). Após a cimentação, foram armazenados por 24 horas e, em seguida, cortados e levados para o teste de microtração. Quando o Metal Primer II foi aplicado na

superfície condicionada com uma solução aquecida por 30 minutos, os valores de resistência de união foram superiores. Os menores valores de resistência adesiva foram para os espécimes que não receberam tratamento de superfície. Os autores concluíram que a aplicação do Metal Primer II aumentou os valores de união para todos os tratamentos. Relataram, ainda, que o envelhecimento dos espécimes para simular as condições orais, ou por armazenamento ou termociclagem, é importante para avaliar a resistência adesiva na interface cimento/ zircônia.

Como a obtenção de uma união confiável para a zircônia ainda é um desafio, e métodos de condicionamento químico que não modificam a topografia da superfície podem aumentar a resistência adesiva para a zircônia, Lorenzoni et al. (2012) avaliaram a utilização de uma substância alcalina e dois primers à base de MDP na resistência ao cisalhamento para a zircônia. Sessenta fatias de zircônia foram embebidas em molde com resina acrílica, em seguida, polidas e divididas em seis grupos, de acordo com o tratamento de superfície: CR - sem tratamento de superfície (controle) NaOH - hidróxido de sódio, AP - Alloy Primer, ZP- Z-Prime Plus, NaOH-AP - NaOH + Alloy Primer, NaOH-ZP - NaOH + Z-Prime Plus. O cimento resinoso autoadesivo RelyX U100 foi depositado sobre a superfície da zircônia, com o auxílio de uma matriz. Após a cimentação, os espécimes foram armazenados por 24 horas e levados para o teste de cisalhamento. O grupo que utilizou o Alloy Primer promoveu os melhores resultados. A utilização do NaOH não aumentou os valores de resistência adesiva, nem associados ao Alloy Primer e nem ao Z-Prime Plus. Os maiores valores de resistência de união foram dos grupos NaOH-AP (12,71 MPa) e do grupo AP (11,94 MPa), sendo estatisticamente maiores que os demais grupos. O valor de resistência de união do grupo NaOH (6,74 MPa) foi comparado aos valores ZP (6,89 MPa) e NaOH-ZP (5,85 MPa). O grupo onde não foi realizado tratamento de superfície apresentou os menores valores de resistência adesiva (CR= 3,69 MPa). As falhas foram predominantemente mistas para os grupos AP e NaOH-AP. Quando o Z-Prime e o NaOH foram utilizados, associados ou não, a distribuição de falhas foram balanceadas entre mistas e adesivas. Os autores concluíram que o uso de uma solução básica modificou a reatividade da Y-TZP, entretanto, a utilização de um primer contendo MDP aumentou a resistência adesiva.

Gomes et al. (2013) avaliaram a influência do tamanho das partículas de óxido de alumínio e a composição de cimentos resinosos na resistência à

microtração da zircônia. Os corpos de prova de zircônia foram divididos de acordo com o tamanho das partículas de óxido de alumínio: 1. sem tratamento; 2. partículas de 25 µm; 3. partículas de 50 µm; 4. partículas de 110 µm. Para cada tratamento de superfície, dois cimentos resinosos foram utilizados: sistema de cimentação que contém MDP na composição (Clearfil Ceramic Primer plus/ Panavia F 2.0), e cimento resinoso autoadesivo (Bifix SE). Após 24 horas, os espécimes foram cortados e levados ao ensaio de microtração. Os autores puderam observar que superfícies jateadas e cimentadas com Panavia apresentaram maiores valores de resistência de união e com falhas do tipo mista. Ao utilizar o cimento resinoso autoadesivo, não houve diferença nos valores de resistência do grupo sem tratamento em relação aos grupos que utilizaram o jateamento como tratamento de superfície, apresentando o maior número de falhas prematuras e adesivas. Assim, concluíram que o sistema de cimentação que contém 10 MDP parece ser o mais adequado, principalmente após o jateamento.

Para avaliar a influência do envelhecimento e de tratamentos de superfície na resistência a microtração para a zircônia, Perdigão et al. (2013) dividiram os blocos de zircônia em dois grupos: os submetidos ao envelhecimento e os não submetidos. Os que passaram pelo processo de envelhecimento foram levados a uma autoclave durante cinco horas, a 134°C. Em seguida, todos os discos de zircônia foram submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: 1. nenhum tratamento foi utilizado (controle); 2. silicatização (CoeJet); 3. aplicação do primer Z-Prime Plus. Substratos de resina foram confeccionados com dimensões semelhantes aos discos de zircônia e cimentados nas superfícies das zircônias após os tratamentos, utilizando, para isso, um cimento resinoso autoadesivo (RelyX Unicem). Após 24 horas armazenados em água, a 37°C, os palitos foram testados para avaliar sua resistência adesiva e, em seguida, avaliados os modos de falha. Observou-se que os grupos nos quais a zircônia não foi envelhecida, os valores de resistência adesiva foram significativamente maiores que nos grupos envelhecidos, e que nos grupos não envelhecidos, os valores de resistência adesiva foram maiores para os grupos submetidos à silicatização e ao grupo que utilizou o Z-Prime. As falhas foram, em sua maioria, de natureza adesiva. Porém, nas zircônias em que não houve envelhecimento, apareceu uma quantidade menor de falhas adesivas do que quando a zircônia foi envelhecida. Concluíram que o envelhecimento artificial levou a

uma redução na resistência à microtração, e que os tratamentos de superfície silicatização e aplicação do Z-Prime aumentaram a resistência adesiva do cimento autoadesivo à zircônia.

Valverde et al. (2013) avaliaram a resistência de união e a energia de superfície da zircônia, após diferentes tratamentos de superfície. Para isso, vinte e quatro discos de Y-TZP foram obtidos e os substratos de resina composta (Z-100) foram preparados com dimensões semelhantes às da zircônia. Na metade dos corpos-de prova de zircônia, foram aplicados plasma, e na outra metade, não. Para ambas, os seguintes tratamentos foram realizados antes da cimentação com cimento RelyX Unicem: 1. jateamento; 2. aplicação de primer contendo MDP (Clearfil ceramic primer); 3. jateamento associado à aplicação do primer; 4. sem aplicação de tratamento de superfície. Para isso, o teste de microtração foi utilizado para avaliar a resistência adesiva, medidas de ângulo de contato foram realizadas para mensurar a energia de superfície, e uma espectroscopia de fotoelétrons, para avaliar elementos químicos presentes na superfície. O menor valor de energia de superfície foi para o grupo em que nenhum tratamento de superfície foi realizado. Os componentes polares da superfície foram maiores após a aplicação do plasma, e a quantidade de oxigênio também. A utilização do plasma previamente aos tratamentos de superfície aumentou os valores de resistência adesiva, onde os maiores índices desta foram verificados quando o plasma foi utilizado previamente ao jateamento associado à aplicação do primer. Nos grupos em que não foi utilizado o plasma, houve um aumento da resistência adesiva quando o primer e o jateamento foram utilizados, associados ou não, em relação ao grupo onde nenhum tratamento foi realizado. Concluíram que o aumento de oxigênio e a diminuição de carbono, proporcionados pela utilização do plasma previamente à aplicação dos tratamentos de superfície, levaram a níveis mais elevados da energia de superfície proporcionadas pelo componente polar. A utilização do plasma aumentou os valores de resistência à microtração para Y-TZP.

Uma união forte e estável entre um cimento resinoso e uma restauração cerâmica é fundamental para a longevidade da mesma. Até o momento, não existe um protocolo estabelecido para promover esta ligação quando o material restaurador é a zircônia. Diante disso, De Souza et al. (2014) avaliaram a resistência de união para zircônia, utilizando diferentes materiais que apresentam o monômero MDP em

sua composição. Quarenta fatias da Y-TZP foram cimentadas a substratos de resina composta, com ou sem a aplicação prévia de um primer experimental (0,5% MDP), ou adesivo à base de MDP (Clearfil S3 Bond Plus ou Scotchbond Universal), sendo cimentadas com cimento à base de MDP (Clearfil SA) ou sem MDP (RelyX Ultimate). Grupos em que não foram aplicados nem o primer e nem o adesivo foram considerados grupos controle. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água, por 24 horas e, em seguida, cortadas e levadas para microtração em dois momentos: 48 horas e seis meses após o envelhecimento. Os valores de resistência de união foram superiores quando um adesivo foi utilizado e quando os espécimes foram testados 48 horas após os procedimentos de corte. Os maiores resultados de resistência em 48 horas foram associados aos grupos que utilizaram tanto o primer como o adesivo que apresenta MDP em sua composição. Houve uma redução significativa nos valores após seis meses de envelhecimento, tanto no grupo que não utilizou nem o primer e nem o adesivo com o MDP, como naquele onde os mesmos foram utilizados, ambos empregando o cimento à base de MDP. As falhas adesivas entre cerâmica e cimento, após o envelhecimento, foram de 68%; já para os espécimes testados imediatos, 50,5%. Os autores puderam concluir que a aplicação de um adesivo à base de MDP pode melhorar a resistência de união à zircônia. No entanto, os valores de resistência à microtração não permaneceram estáveis para todos os grupos após seis meses de envelhecimento.

Silva et al. (2014) avaliaram o desempenho de cimentos resinosos e de seis meses de armazenamento em água sobre a resistência ao cisalhamento de uma zircônia parcialmente estabilizada por ítrio, submetida a dois tratamentos de superfície. Para isso, dois cimentos resinosos (convencional - Relyx ARC - 3M ESPE; autoadesivo - RelyX Unicem - 3M ESPE) foram depositados sobre as superfícies da zircônia (Lava Frame - 3M ESPE) previamente separadas, de acordo com o tratamento de superfície: 1. controle, sem tratamento de superfície; 2. aplicação de um primer à base de MDP (Alloy Primer); 3. silicatização com sistema Rocatec, que emprega partículas de óxido de alumínio de 30 µm, modificadas por sílica, seguido da aplicação de uma camada de silano (ESPE Sil - 3M ESPE). Após a cimentação, metade das amostras foi armazenada por 24 horas e testadas logo em seguida, e a outra, envelhecida por seis meses. Com base nos valores de resistência ao cisalhamento após 24 horas, os grupos cimentados com RelyX

Unicem e que passaram pelos tratamentos de superfície apresentaram os maiores valores de resistência adesiva, sendo estatisticamente superiores aos demais grupos. Para ambos os cimentos, os grupos sem tratamento de superfície (controle) apresentaram os menores valores depois do armazenamento. Após seis meses, todos os grupos diminuíram a resistência adesiva, exceto aquele em que a silicatização foi utilizada como tratamento triboquímico e cimentada com RelyX ARC, não havendo diferença estatística antes e após o envelhecimento. Para o cimento autoadesivo, houve uma redução na resistência ao cisalhamento após envelhecimento maior para a silicatização do que quando o Alloy Primer foi utilizado como tratamento de superfície. Os autores puderam concluir que, independente do tratamento de superfície, o cimento autoadesivo não foi capaz de manter união adesiva para Y-TZP após seis meses de envelhecimento. Mesmo perdendo metade de sua força de união inicial nas superfícies tratadas com primer ou silicatização, o RelyX Unicem apresentou o dobro da resistência de união em relação aos grupos cimentados com Relyx ARC. Além disso, afirmam que embora estudos recentes proponham o uso de primers como promotores de união entre a cerâmica à base de Y-TZP e o cimento resinoso, a criação de microrretenção é importante, pois melhora a energia de superfície e estabiliza o vínculo.

A zircônia já não pode mais ser considerada incapaz de unir os tecidos dentários. Na literatura, existe um número cada vez maior de trabalhos avaliando diferentes métodos de tratamento de superfície para melhorar a união para a zircônia e sua durabilidade. Até agora, diferentes trabalhos laboratoriais foram realizados em todo o mundo para avaliar a eficácia de união à zircônia, tornando difícil esboçar o estado atual da tecnologia de união para a mesma. Considerando isso, Inokoshi et al. (2014) realizaram uma meta-análise para divulgar tendências sobre união à zircônia, a partir de dados de resistência de união. Eles observaram que o teste de resistência ao cisalhamento foi o mais utilizado e que revelou menor força de união em relação aos outros testes. Em relação à técnica de cimentação, a combinação do pré-tratamento mecânico e químico parece ser particularmente crucial para obter a ligação durável à zircônia. A escolha de cimento não foi revelado como fator determinante após condições de envelhecimento quando cimentos resinosos são utilizados. Quando a eficácia de união para a zircônia foi testada, o teste de tração foi mais detalhado, especialmente quando combinado com o

envelhecimento em água. O armazenamento em água pode ser considerado como o método preferido para avaliar a durabilidade de união cimento/zircônia.

Sanli et al. (2015) avaliaram o efeito de tratamentos de superfície sobre a união de cimentos resinosos para a zircônia. Amostras de zircônia (n = 200) (2 mm x 5 mm x 25 mm) foram preparadas a partir de blocos de zircônia (VITA In-Ceram YZ, Vita Zahnfabrik) e divididos de acordo com os tratamentos de superfície: 1. sem tratamento de superfície (controle); 2. jateamento com partículas de Al₂O₃ 50 µm; 3. primer para zircônia (Z-Prime Plus); 4. condicionamento com ácido fluorídrico e glaze; 5. fusão de vidro cerâmico. Para a cimentação, foram utilizados dois cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (Kuraray) e RelyX U-200 (3M/ESPE). Em seguida, os corpos de prova foram levados para o teste resistência à flexão de quatro pontos. Todos os tratamentos de superfície foram significativamente melhores que o grupo controle, exceto o que teve como tratamento de superfície a fusão com vidro cerâmico. Embora o jateamento apresentasse uma força de união mais elevada, foi estatisticamente semelhante ao grupo que utilizou o condicionamento com ácido fluorídrico e glaze, e foi significativamente melhor do que os tratamentos com fusão de vidro cerâmico e Z-Prime. Inferiu-se que os tratamentos de superfície melhoram consideravelmente a união à zircônia, e que só o jateamento já é capaz de melhorar os procedimentos de união. A utilização do primer para zircônia e o condicionamento com ácido fluorídrico e glaze promoveram uma melhora na adesão para a zircônia, mas um protocolo para espessura do glaze é necessário. Embora a fusão de vidro cerâmico seja de difícil controle, o conceito poderá ser viável se a formulação for melhorada.

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo visou a avaliar, por meio do ensaio de microtração, o efeito na resistência adesiva e no modo de fratura da zircônia estabilizada por ítrio, quando cimentada a blocos de resina composta, por intermédio de um cimento resinoso, sob diferentes tratamentos de superfície, antes e após o envelhecimento.

As seguintes hipóteses foram testadas:

1. Os tratamentos de superfície na zircônia melhorarão a resistência adesiva e influenciarão no modo de fratura;
2. O envelhecimento levará a uma diminuição na probabilidade de sobrevida dos tratamentos de superfície.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Materiais

- Ácido fosfórico 37% - 3M ESPE - Saint Paul/Minnesota, EUA;
 - Adesivo à base de cianocrilato (Loctite Super Bonder Power Flex Gel) - Henkel Ltda – São Paulo/ São Paulo, Brasil;
 - Alloy Primer - Kuraray Medical Inc. - Chiyoda-Ku/Tokyo, Japão;
 - Dispositivo de microtração (baseado no modelo Bencor multi T) - Bauru/ São Paulo, Brasil;
 - Disco diamantado série 15LC (nº 11-4254) – Buehler Ltd – Lake Bluff/ Illinois, EUA;
 - Estereomicroscópio – Leica Zeiss MZ6 – Mannheim/Baden-Württemberg, Alemanha;
 - Estufa de secagem 410/1ND – Nova Ética - São Paulo/São Paulo, Brasil;
 - Fotopolimerizador e clareador Ultraled – Dabi Atlante – Ribeirão Preto/São Paulo, Brasil;
 - Hidróxido de sódio (NaOH) 0,5 mol. – Bauru Fórmulas – Bauru/São Paulo, Brasil;
 - Lixas de carbureto de silício de granulação 400 e 600 - 3M do Brasil - Sumaré/São Paulo, Brasil;
 - Máquina de corte - Micrótomo Isomet™ 1000 - Buehler - Lake Bluff/ Illinois, EUA;
 - Máquina de ensaios mecânicos – Emic 2000 - São José dos Pinhais/Paraná, Brasil;
 - Microbrush - KG Sorensen – Coita/ São Paulo, Brasil;
 - Microscópio eletrônico de varredura – MEV (T220A scanning microscope - JEOL JSM);
 - Paquímetro digital – Jomarca - Guarulhos/ São Paulo, Brasil;
 - Politriz metalográfica Struers DP-10 - Panambra – São Paulo/São Paulo, Brasil;
 - Radiômetro Model 100 - KERR Corporation - Orange/Califórnia, EUA;
-
-

- RelyX Unicem - 3M ESPE - Saint Paul/Minnesota, EUA;
- Resina composta Z100 - 3M ESPE - Saint Paul/Minnesota, EUA;
- Silicone de adição (Express) - 3M ESPE - Saint Paul/Minnesota, EUA;
- Ultrassom USC700 – Unique – Indaiatuba/São Paulo, Brasil;
- Ultramat 2 – SDI – São Paulo/São Paulo, Brasil;
- Z-Prime Plus – Bisco Inc. – Schaumburg/Illions, EUA;
- Zircônia parcialmente estabilizada por ítrio IPS e.max ZirCAD - Ivoclar Vivadent - Schaan, Liechtenstein.

Para a realização desta análise, foram utilizados uma cerâmica à base de dióxido de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP), um sistema resinoso autoadesivo de cimentação, dois agentes de união e uma solução básica para promoverem tratamento químico.

As marcas comerciais destes materiais e suas características são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Materiais comerciais empregados na avaliação da influência de tratamentos de superfície na resistência de união à zircônia.

Material (Lote)	Composição*	Fabricante
Zircônia L18748	Dióxido de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio na fase tetragonal.	Ivoclar Vivadent - Liechtenstein
RelyX Unicem 1234000502	Pó: vidro, sílica, hidróxido de cálcio, pigmento, pirimidina, iniciador; Líquido: éster fosfórico metacrilato, dimetacrilato, acetato, estabilizador, iniciador.	3M Espe – EUA
Alloy Primer 00418A	Acetona, 10-Metacriloliloxidecil dihidrogênio fosfato (MDP), 6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-trizaino-2,4ditioil (VBATDT).	Kuraray Medical Inc. – Japão
Z-Prime plus 1000012705	Monômero orfanofosfato, monômero ácido carboxílico (BPDM), HEMA, álcool.	Bisco Inc. – EUA
Hidróxido de Sódio	NaOH 0,5 M, pH 13.	Bauru Fórmulas - Brasil

*Segundo informações dos fabricantes

4.2 Métodos

4.2.1 Obtenção dos corpos de prova

4.2.1.1 Confecção dos corpos de prova de zircônia

Para a avaliação da resistência adesiva à microtração entre uma cerâmica à base de zircônia e um agente cimentante, foram confeccionados corpos de prova em Y-TZP (IPS e.max ZirCAD, Ivovlar Vivadent - Schaan/Liechtenstein), com forma retangular (Figura 1).

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

Foram adquiridos cinco blocos (InLab Blocks C15) deste sistema, na forma pré-sinterizada, os quais foram enviados a um laboratório credenciado pela empresa (Ivoclar Vivadent) para o processo de sinterização em um forno específico para esta finalidade (Sintramat - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Estes blocos foram seccionados obtendo doze fatias de 4 mm de espessura por 15 mm comprimento e 12 mm de largura, em uma máquina de corte, à velocidade de 700 rpm, sob irrigação constante de água e peso de 400 g (Figura 2).

Figura 2 – Zircônia após o corte.

4.2.1.2 Confecção dos substratos em resina composta

Doze substratos de resina composta (Z-100) foram confeccionados com dimensões similares à fatia de zircônia. Para isso, foi necessária a confecção de uma matriz de silicone (Express) com auxílio de um recipiente de plástico, sendo o mesmo preenchido com silicone de adição e, em seguida, a fatia de zircônia foi moldada. Após a polimerização do material de moldagem, a zircônia foi removida (Figuras 3, 4 e 5).

Figura 3 - Recipiente de plástico com silicone.

Figura 4 - Moldagem da fatia de zircônia.

Figura 5 - Molde da fatia de zircônia.

Confeccionada a matriz, a resina composta foi inserida e acomodada no molde de silicone com condensador manual. Esta foi completamente preenchida e, para obter uma superfície plana, uma lâmina de vidro (1 mm de espessura) foi colocada sobre o compósito, sendo fotoativada por 90 segundos em unidade polimerizadora (fotopolimerizador e clareador Ultraled). A densidade de potência (aproximadamente 600 mW/cm^2) da unidade fotopolimerizadora foi aferida periodicamente, usando um radiômetro (Figuras 6 e 7).

Figura 6 - Matriz preenchida com resina composta.

Figura 7 - Substrato de resina composta.

Após a obtenção dos substratos, estes foram armazenados em água deionizada em câmara úmida por, no mínimo, 30 dias, para promover a hidratação (DE SOUZA et al., 2011).

As fatias de zircônia e substratos de resina foram polidos com lixas de carbureto de silício de granulação 400 e 600 μm , sob irrigação por 60 s e 600 rpm cada. Este procedimento visa a assegurar que ambas as faces fiquem polidas e também promover rugosidade padronizada (GOMES et al., 2013; VALVERDE et al., 2013). Após o polimento, as amostras foram limpas em cuba ultrassônica por 10 minutos (DE SOUZA et al., 2011).

4.2.3 Grupos experimentais

Após a realização da limpeza, as fatias de zircônia e os substratos de resina composta foram distribuídos aleatoriamente em seis grupos, de acordo com o tratamento a ser aplicado, e cada grupo, subdividido em dois (antes e após envelhecimento).

Tabela 2 - Grupos experimentais.

Grupos Experimentais	Envelhecimento	Tratamento de Superfície
Ru	Sem - Ru	Sem tratamento de superfície
	Com - RuE	
Ap	Sem - Ap	Aplicação do Alloy Primer
	Com - ApE	
Zp	Sem - Zp	Aplicação do Z-Prime Plus
	Com - ZpE	
Na	Sem - Na	Aplicação da solução de hidróxido de sódio (NaOH)
	Com - NaE	
NaAp	Sem - NaAp	Aplicação da solução de hidróxido de sódio + Alloy Primer
	Com - NaApE	
NaZp	Sem - NaZp	Aplicação da solução de hidróxido de sódio + Z-Prime Plus
	Com - NaZpE	

4.2.4 Descrição dos tratamentos de superfície

Previamente aos tratamentos de superfície, os substratos em resina composta e as fatias de zircônia foram limpos com ácido fosfórico 37% por 15s, lavados em água corrente por 30s e, então, secos com jatos de ar, para em seguida, serem realizados os tratamentos.

- **Grupo Ru:** nenhum tratamento de superfície foi realizado após a limpeza, sendo aplicado o cimento sobre a zircônia.

- **Grupo Ap:** foi aplicado o Alloy Primer com microbrush e, depois de 60 segundos, direcionado um jato de ar por 10 segundos, para secar a superfície (Figura 8).
- **Grupo Zp:** foi aplicado o Z-Prime plus com microbrush e, depois de 60 segundos, direcionado um jato de ar por 10 segundos, para secar a superfície (Figura 9).
- **Grupo Na:** foi aplicada a solução de hidróxido de sódio (NaOH) sobre a superfície e deixada em repouso por 60 segundos, sendo lavada em seguida por 20 segundos em água corrente e direcionado um jato de ar por 10 segundos (Figura 10).
- **Grupo NaAp:** foi realizado o procedimento descrito para o grupo Na e, em seguida, o descrito para o grupo Ap.
- **Grupo NaZp:** foi realizado o procedimento descrito para o grupo Na e, em seguida, o descrito para o grupo Zp.

Figura 8 - Alloy Primer – Kuraray Medical Inc.

Figura 9 – Z-Prime Plus - Bisco Inc.

Figura 10 – Solução de hidróxido de sódio (NaOH) - Bauru Fórmulas.

4.2.5 Aplicação do agente cimentante

Após os tratamentos de superfície, para a realização da cimentação, uma cápsula do sistema RelyX Unicem foi posicionada no ativador, a alavanca ativadora foi pressionada e segurada por dois segundos, para permitir que todo o líquido vazasse do seu reservatório para a cápsula que contém o pó (Figura 11 e 12). Em seguida, a cápsula foi inserida em uma unidade de alta velocidade (Ultramat 2) e misturada por 15 segundos (Figura 13). Após remoção do misturador, a cápsula foi inserida em um aplicador Aplicap, a ponta aplicadora foi aberta e o cimento aplicado sobre a superfície da zircônia. O substrato de resina foi colocado sobre a superfície de cerâmica/cimento e mantida com o auxílio de um aplicador mecânico, sob carga estática de 600 g (DE SOUZA et al., 2011; VALVERDE et. al. 2013). Os excessos de cimento foram removidos e o cimento foi fotoativado (fotopolimerizador e clareador Ultraled) por 40 segundos em cada face (Figuras 14 e 15).

Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água deionizada por 24 horas em estufa (37°C) (DE SOUZA et al., 2011; VALVERDE et. al. 2013).

Figura 11 - Cápsula do sistema RelyX Unicem (3M ESPE).

Figura 12 - Ativador com cápsula do cimento.

Figura 13 – Cápsula no Ultramat 2.

Figura 14 – Cápsula inserida no Aplicap.

Figura 15 - Cimentação. a. Aplicação do cimento sobre a zircônia. b. Substrato em compósito colocado sobre a zircônia e aplicação de carga. c. Corpo de prova sendo fotoativado.

4.2.6 Procedimentos de corte

Cada amostra foi fixada com cera pegajosa em um suporte metálico, e adaptado à máquina de cortes seriados. Utilizando o disco de diamante girando à velocidade de 500 rpm, com constante irrigação, foram realizados vários cortes seriados, paralelos ao longo eixo da amostra, em espessuras de aproximadamente 1mm. Em seguida, o suporte metálico era posicionado em 90° em relação ao primeiro corte, obtendo-se assim, vários espécimes em forma de palito, com aproximadamente 1 mm² de área. Para isso, eram dados espaçamento de 1,3 mm na máquina, considerando a espessura de 0,3 mm do disco (Figuras 16, 17 e 18).

Os palitos pertencentes a todas as extremidades do bloco foram descartados, pois os resultados poderiam ser influenciados por um excesso ou ausência de cimento na interface (GOMES et al., 2013). Os demais foram retirados, de acordo com o tempo de armazenamento: 72 horas e 180 dias após o corte. Para cada palito retirado para o teste de microtração imediato (72 horas), foi retirado um para o teste com 180 dias de armazenamento (OYAGÜE et al., 2009b; DE SOUZA et al., 2014; SILVA et al., 2014).

Os palitos foram armazenados individualmente em água deionizada, dentro de eppendorf em estufa (37°C), até o momento do ensaio de microtração.

Figura 16 - Amostra em posição para corte e obtenção dos palitos.

Figura 17 – Amostra cortada.

Figura 18 – Palitos.

4.2.7 Envelhecimento

Os palitos submetidos ao envelhecimento foram armazenados em água deionizada a 37°C por 180 dias, em estufa. Durante este período, a água foi substituída semanalmente, sempre pelo mesmo operador (Figuras 19 e 20).

Figura 19 – Palito imediato e envelhecido.

Figura 20 – Palitos armazenados.

4.2.8 Ensaio de microtração

Antes da realização do teste de microtração, área da interface adesiva (mm^2) foi medida com auxílio de um paquímetro digital.

Para a avaliação da resistência adesiva, os palitos foram fixados individualmente ao dispositivo de microtração (baseado no modelo Bencor multi T) com um adesivo à base de cianoacrilato (Loctite Super Bonder Power Flex Gel) pelas extremidades, de modo a posicionar a interface adesiva em orientação perpendicular à força aplicada, a uma velocidade 0,5 mm/min, utilizando uma célula de carga de 50 N, em uma máquina de ensaios universal - EMIC (Figuras 17 e 18).

Após o teste de microtração, os valores da microtração (em N) e a área de cada corpo de prova (mm^2) foram anotados em uma tabela, e a resistência de união foi calculada, dividindo-se o valor do carregamento no momento da fratura pela área de secção transversal do corpo de prova.

Figura 21 - Máquina de ensaios universal – EMIC.

Figura 22 – Corpo de prova fixado ao dispositivo, pronto para ser testado.

4.2.9 Modo de fratura

Todos os corpos de prova testados no ensaio de microtração foram utilizados para classificar o modo de fratura. Para isso, as superfícies da zircônia foram analisadas por um único operador em estereomicroscópio (Leica MZ6) sob aumento de 40X, auxiliado por uma fonte de luz externa. O modo de fratura foi classificado da seguinte forma (GOMES et al., 2013; PERDIGÃO et al., 2013; VALVERDE et al., 2013):

- 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).

Entre as amostras testadas, o modo de fratura mais representativo de cada grupo foi separado para fotomicrografias empregando a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

4.2.10 Análise estatística

Os valores de resistência adesiva foram utilizados para determinar a distribuição Weibull a dois parâmetros para cada grupo (Synthesis 9 Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, EUA). O “contour plot” com a informação do módulo de Weibull (m) e a resistência característica (Eta, reportado em resistência adesiva onde 62,3% dos espécimes falhariam, com intervalo de confiança de 90%) foram apresentados para avaliação da diferença entre os grupos imediatos e envelhecidos, sendo também utilizados para avaliar os tratamentos de superfície, antes e após o envelhecimento. O “contour plot” é um gráfico onde a interação do módulo de Weibull em função da resistência característica (Eta) é apresentada para a avaliação de diferenças estatísticas entre os grupos. Desta forma, a ausência de sobreposição indica que os grupos pertencem a populações diferentes e, portanto, há diferença estatística para o intervalo de confiança determinado (90% bilateral) (NELSON, 2004; ABERNETHY, 2006).

A resistência adesiva também foi registrada para determinar a probabilidade de sobrevida (confiabilidade) por meio da distribuição de Weibull a dois parâmetros (Synthesis 9, Weibull ++; Reliasoft, Tucson, AZ, EUA). A partir da informação de sobrevida coletada durante a microtração, calculou-se a probabilidade de sobrevida de cada grupo em função da resistência adesiva em 10 MPa, 15 MPa e 20 MPa. Estes intervalos foram selecionados com base nos resultados e a partir da visualização do gráfico de probabilidade de sobrevida em função da resistência adesiva. Assim, para verificar a presença de diferença estatística entre os grupos, calculou-se a probabilidade de sobrevida para cada grupo nos intervalos de 10 MPa, 15 MPa e 20 MPa, e observou-se a presença ou ausência de sobreposição entre os limites superior e inferior dos intervalos de confiança (bilateral de 90%).

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 Resistência adesiva

Foram observados, em dois momentos distintos – imediato (72 horas após os cortes) e 180 dias após o envelhecimento, a resistência à microtração dos diferentes tratamentos de superfície sobre a Y-TZP, o módulo de Weibull e a carga na qual 62,3% dos espécimes falharam.

O gráfico 5.1 de “contour plot”, com intervalo de confiança de 90%, mostra o módulo Weibull (m) e a resistência adesiva (MPa) dos grupos imediatos. Os valores do módulo de Weibull e a carga na qual 62,3% dos corpos de prova apresentaram falhas estão listados na tabela 5.1. A resistência adesiva entre os diferentes tratamentos de superfície logo após a cimentação foram muito similares, evidenciada pela interseção dos contornos do “contour plot” (gráfico 5.1), exceto para o grupo NaAp, que apresentou maior resistência que os demais grupos. Entretanto, foi semelhante, estatisticamente, ao grupo Na. Apesar de o grupo Na ter necessitado de uma força maior para que a falha ocorresse, representada pelo deslocamento de seu contorno para a direita (gráfico 5.1), a presença de sobreposição entre os outros contornos indica a ausência de diferença estatística entre ele e os grupos (Ru, Ap, Zp, NaZp), nesta situação proposta pelo gráfico de “contour plot”. O grupo Ru apresentou-se com um menor módulo de Weibull (tabela 5.1), o que significa maior dispersão dos valores de resistência adesiva. O tratamento de superfície proporcionou o aumento do módulo de Weibull, atingindo valores quase duas vezes maiores que no grupo controle (Ru), o que é traduzido na diminuição progressiva das dispersões dos valores de resistência à união à medida que o módulo aumenta.

Gráfico 5.1 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva (MPa) imediata. A presença de interposição entre os contornos indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos.

Tabela 5.1 – Valores do módulo de Weibull (m) e a resistência adesiva na condição onde 62,3% dos espécimes testados logo após a cimentação apresentaram falhas.

Grupos	Módulo Weibull (m)	Resistência Adesiva (MPa)
Ru	2,39	15,26
Ap	4,52	13,82
Zp	3,72	14,19
Na	4,72	17,92
NaAp	4,58	21,25
NaZp	3,91	16,25

Para os grupos em que os corpos de prova foram testados após 180 dias de envelhecimento, o gráfico 5.2 de “contour plot” com intervalo de confiança de 90% mostra o módulo Weibull (m) e a resistência adesiva (MPa). Os valores do módulo de Weibull e a carga na qual 62,3% dos espécimes apresentaram falhas estão listados na tabela 5.2. Conforme mostram os contornos do gráfico, o grupo NaAp manteve a tendência de maior resistência adesiva, mas diferente do teste imediato, houve superioridade estatística em relação a todos os grupos, representada pelo deslocamento à direita e ausência de interseção. Quando o hidróxido de sódio (Na)

foi aplicado como tratamento de superfície, necessitou de uma maior carga para que ocorresse falha em relação aos demais grupos (Ru, Ap, Zp, NaZp). Contudo, não houve diferenciação estatística quando comparado aos grupos Ru e Zp. Já para o grupo NaZp, uma carga menor foi necessária para que falhassem, representada pelo fato de seu contorno estar mais para esquerda e com semelhança estatística em relação aos grupos Zp e Ru. O grupo em que nenhum tratamento de superfície foi utilizado assemelhou-se estatisticamente aos demais, tendo parte de seu contorno sobreposto aos grupos Ap, Zp, Na, NaZp, exceto ao grupo NaAp.

Gráfico 5.2 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva após o envelhecimento. A presença de interposição entre os contornos indica ausência de diferença estatística significativa entre os grupos. Note o posicionamento mais para a direita do grupo NaAp, que evidencia maior resistência adesiva que os outros grupos, com diferença estatística.

Tabela 5.2 – Valores do módulo de Weibull (m) e a resistência adesiva na condição onde 62,3% dos espécimes envelhecidos apresentaram falhas.

Grupos	Módulo Weibull (m)	Resistência Adesiva (MPa)
Ru	2,11	12,15
Ap	4,24	10,72
Zp	1,91	9,72
Na	2,27	13,15
NaAp	4,33	18,13
NaZp	1,69	8,66

Os gráficos de “contour plot”, a seguir, com intervalo de confiança de 90%, mostram o módulo Weibull (m) e a resistência adesiva (MPa), avaliando os mesmos tratamentos de superfície, considerando o tempo de armazenamento: 72 horas e 180 dias após a obtenção dos corpos de prova.

O gráfico 5.3 de “contour plot” apresenta os grupos em que não houve aplicação do tratamento de superfície (Ru e RuE). Apesar de o contorno do grupo testado imediato estar deslocado mais para direita, a presença da sobreposição dos contornos indica ausência de diferença estatística entre o grupo imediato e o grupo envelhecido.

Gráfico 5.3 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos em que não houve tratamento de superfície. A presença de interposição entre os contornos indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos.

Quando somente o Alloy Primer (Ap e ApE) foi aplicado sobre a superfície da zircônia, houve diminuição estatisticamente significativa da resistência adesiva após o envelhecimento. Mesmo existindo proximidade de seus contornos, não houve sobreposição, como se pode analisar no gráfico 5.4 de “contour plot”.

Gráfico 5.4 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o Alloy Primer como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significante entre os grupos.

Já no gráfico 5.5 de “contour plot”, devido a não haver sobreposição dos contornos nos grupos imediatos e envelhecidos, quando o Z-Prime (Z_p e Z_{pE}) foi utilizado, foi evidenciada diferença estatística, o que demonstra que o envelhecimento degradou a resistência adesiva dos referidos espécimes.

Gráfico 5.5 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (*m*) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o Z-Prime como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica presença de diferença estatística significante entre os grupos.

O gráfico 5.6 de “contour plot” apresenta os grupos em que apenas o NaOH (Na e NaE) foi aplicado na superfície da zircônia. A resistência adesiva para o grupo testado 72 horas foi estatisticamente superior ao grupo testado após 180 dias, evidenciada pelo deslocamento de seu contorno mais para direita e pela ausência da interposição dos contornos.

Gráfico 5.6 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significativa entre os grupos.

Na utilização do NaOH associado ao Alloy Primer (NaAp e NaApE) como tratamento de superfície, o envelhecimento diminuiu a resistência adesiva. O gráfico 5.7 demonstra uma diferenciação estatística em relação ao seu homônimo imediato, onde mesmo com contornos próximos, não há interseção entre as linhas dos contornos.

Gráfico 5.7 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH associado ao Alloy Primer como tratamento de superfície. A ausência de interposição entre os contornos indica a presença de diferença estatística significativa entre os grupos.

O gráfico 5.8 de “contour plot” apresenta os grupos em que o NaOH associado ao Z-Prime (NaZp e NaZpE) foram utilizados como tratamento de superfície. O grupo testado imediato após a obtenção dos espécimes necessitou de uma maior carga para que os 62,3% destes apresentassem falhas quando comparados ao grupo em que os corpos de prova foram envelhecidos. Essa superioridade estatística é notada pelo distanciamento apresentado entre os contornos do Gráfico 5.8.

Gráfico 5.8 – “Contour plot” (90% de intervalo de confiança) mostrando o módulo de Weibull (m) vs. resistência adesiva, comparando o tempo de armazenamento para os grupos que utilizaram o NaOH associado ao Z-Prime como tratamento de superfície. A ausência de contato entre as linhas do contorno indica a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos, sendo o posicionamento à direita diretamente proporcional à resistência adesiva.

Em uma análise intragrupos, o tempo de armazenamento foi capaz de influenciar negativamente a resistência adesiva para todos os tratamentos de superfície, exceto para o grupo controle (Ru), em que não houve diferença estatisticamente significativa do grupo imediato para o envelhecido. O tempo de armazenamento levou a uma redução significativa nos valores de resistência adesiva necessários para que 62,3% dos espécimes falhassem, evidenciada pelo deslocamento mais para a direita dos grupos testados após 72 horas e pela ausência de sobreposição entre os contornos.

Com o objetivo de avaliar a probabilidade de sobrevida de cada grupo em função carga necessária para que a falha ocorra, a ser interpretada pela distribuição Weibull, a probabilidade de sobrevida em função da resistência de 10 MPa, 15 MPa e 20 MPa está representada nas tabelas 5.3, 5.4 e 5.5, e gráficos 5.9, 5.10, 5.11, 5.12, 5.13 e 5.14, sendo que para cada valor de resistência se têm dois gráficos:

imediatos e envelhecidos. Todos os grupos apresentaram uma diminuição na probabilidade de sobrevida em função do aumento da carga.

A tabela 5.3 indica a probabilidade de sobrevida em função da resistência adesiva de 10 MPa. Detectou-se que com 10 MPa, os grupos Na, NaAp e NaApE apresentaram probabilidade de sobrevida estatisticamente superior aos demais grupos. Os grupos Ru e Zp, testados nas 72 horas após a obtenção, apresentaram probabilidade de sobrevida semelhante ao grupo NaE, que foi envelhecido. As menores probabilidades de sobrevida foram verificadas nos grupos RuE, ZpE e NaZpE. Na carga de 10 MPa, o único tratamento que apresentou probabilidade de sobrevida semelhante, sem diferença estatística, antes e após o envelhecimento, foi quando a solução de NaOH foi associado ao Alloy Primer (NaAp e NaApE).

Tabela 5.3 - Probabilidade de sobrevida (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 10 MPa. Letras iguais indicam a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 10 Mpa.

PROBABILIDADE DE SOBREVIDA %												
GRUPOS	Ru	Ap	Zp	Na	NaAp	NaZp	RuE	ApE	ZpE	NaE	NaApE	NaZpE
Limite superior	77	86	84	97	99	92	41	57	41	66	96	32
Probabilidade de sobrevida para 10 Mpa	70 ^{c,d}	79 ^c	76 ^{c,d}	94 ^{a,b}	97 ^a	86 ^{b,c}	34 ^{f,g}	48 ^{e,f}	32 ^{f,g}	57 ^{d,e}	93 ^{a,b}	24 ^g
Limite inferior	60	70	66	88	93	77	26	37	23	47	87	16

Os gráficos 5.9 e 5.10 representam a distribuição dos valores apresentados na tabela 5.3 (probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva) e evidencia a distribuição e tendência das falhas ao longo da carga de 10 MPa, sendo que o gráfico 5.9 representa os grupos do teste imediato e o 5.10 apresenta os grupos envelhecidos. A linha preta tracejada vertical indica a marcação da resistência adesiva em 10 MPa.

No gráfico 5.9, existe uma tendência de sobrevida muito semelhante para os grupos Na e NaAp, falhando poucos antes da linha base de 10 MPa. Os demais grupos apresentaram comportamento estatístico semelhante. Somente o grupo que utilizou o NaOH associado ao Alloy Primer (NaAP) se mostrou superior estatisticamente em relação aos demais. Os grupos Ap, Zp e NaZp não

apresentaram probabilidade de sobrevivência superior ao grupo controle, sem tratamento de superfície (Ru), tendo uma concentração de falhas semelhantes antes de 10 MPa.

Já no gráfico 5.10, o grupo NaApE apresentou uma probabilidade de sobrevivência superior aos demais tratamentos, com poucos espécimes apresentando falhas (apenas cinco) antes da linha base de 10 MPa.

Gráfico 5.9 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. Os pontos indicam o nível exato em que cada espécime apresentou a falha. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 10 MPa.

Gráfico 5.10 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. Os pontos indicam o nível exato em que cada espécime apresentou a falha. A linha reta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 10MPa.

A probabilidade de sobrevivência em função da resistência adesiva em 15 MPa está representada na tabela 5.4. No ponto de carga de 15 MPa, os grupos com maior probabilidade de sobrevivência em relação aos demais são Na, NaAp e NaApE, resultado semelhante quando a resistência adesiva de 10 MPa foi considerada. Entretanto, quanto à probabilidade de sobrevivência do Na e NaApE, não houve diferença estatística em relação ao NaZp. O grupo Ru, apesar de apresentar uma probabilidade de sobrevivência maior que os grupos Ap, Zp e NaE, não apresentam diferença estatística entre si. Os grupos com a menor probabilidade de sobrevivência foram os envelhecidos RuE, ApE, ZpE e NaZpE. A associação do NaOH ao Alloy Primer (NaAp e NaApE), apresentou valores estatisticamente similares quando testados na forma imediata e envelhecida.

Tabela 5.4 - Probabilidade de sobrevida (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 15MPa. Letras iguais indicam a ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 15 MPa.

PROBABILIDADE DE SOBREVIDA %												
Grupos	Ru	Ap	Zp	Na	NaAp	NaZp	RuE	ApE	ZpE	NaE	NaApE	NaZpE
Limite superior	47	32	38	75	88	58	21	4	17	35	73	13
Probabilidade sobrevida para 15 Mpa	38 ^{c,d}	24 ^d	29 ^{c,d,e}	65 ^{a,b}	82 ^a	48 ^{b,c}	14 ^{e,t,g}	2 ^h	9 ^{t,g,h}	25 ^{d,e,t}	64 ^{a,b}	7 ^{g,h}
Limite inferior	30	16	21	53	73	37	8	5,2E-03	4	17	54	3

A distribuição dos valores apresentados na tabela 5.4 (probabilidade de sobrevida vs. resistência adesiva) está representada nos gráficos 5.11 e 5.12. No gráfico 5.11, grupos de teste imediato, a linha tracejada indica o ponto onde a resistência adesiva era de 15 Mpa. O grupo NaAp foi o que apresentou maior probabilidade de sobrevida, com menor concentração de falhas antes de 15 Mpa em relação aos outros grupos. Não obstante, esta maior probabilidade de sobrevida do NaAp não permitiu a diferenciação estatística do grupo Na. O grupo NaZp apresentou falhas semelhantes aos grupos Ru e Zp.

No gráfico 5.12, em que se observam os valores após 180 dias de envelhecimento, 64% dos corpos de prova do grupo NaApE ultrapassaram a linha base de 15 MPa. Os demais grupos apresentaram uma grande concentração de falhas antes de 15 MPa, com baixa probabilidade de sobrevida e com poucos ultrapassando a linha de 15 MPa nos grupos RuE, ApE, ZpE e NaZpE.

Gráfico 5.11 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 15 MPa.

Gráfico 5.12 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 15 MPa.

A tabela 5.5 mostra a probabilidade de sobrevida avaliada em função da resistência adesiva de 20 Mpa. Os grupos Ap e ApE apresentaram valores de probabilidade de sobrevida na linha base de 20 MPa na faixa de 0%, tendo comportamento inferior em relação aos grupos em que não houve tratamento de superfície imediato e envelhecido (Ru e RuE), os quais apresentaram probabilidade de sobrevida de 15% e 4%, respectivamente. O comportamento do grupo NaAp manteve-se constante em função da carga, com uma probabilidade de sobrevida superior estatisticamente em relação aos demais grupos quando a resistência adesiva foi avaliada em 20 MPa. Os grupos Ru, Na, NaZp e NaE apresentaram probabilidade de sobrevida superior aos grupos Zp, RuE e ZpE, sendo que o NaZp e o NaE não apresentou diferença estatisticamente significativa. O grupo com a menor probabilidade de sobrevida foi o NaZpE, porém, semelhante estatisticamente aos grupos RuE, ZpE e NaE.

Tabela 5.5 - Probabilidade de sobrevida (90% de intervalo de confiança) dos 12 grupos (imediatos e envelhecidos) em função da resistência adesiva de 20MPa. Letras iguais indicam ausência de diferença estatística significativa entre os grupos quando a carga foi 20 MPa.

PROBABILIDADE DE SOBREVIDA %												
Grupos	Ru	Ap	Zp	Na	NaAp	NaZp	RuE	ApE	ZpE	NaE	NaApE	NaZpE
Limite superior	23	1	6	27	56	17	8	5,98E-05	6	14	30	5
Probabilidade de sobrevida para 20 Mpa	15 ^b	4,8E-03	3 ^c	19 ^b	47 ^a	10 ^{b,c}	4 ^{c,d}	7,62E-07	2 ^{c,d}	7 ^{b,c,d}	22 ^b	1 ^d
Limite inferior	9	1,24E-03	9,58E-03	12	37	6	1	1,37E-09	2,92E-03	3	14	2,25E-03

Nos gráficos 5.13 e 5.14, observa-se que à medida que avançou a resistência para 20 MPa, houve uma redução significativa na probabilidade de sobrevida para todos os grupos. Fica evidente, pela observação dos gráficos 5.13 e 5.14, referentes às amostras testadas 72 horas e 180 dias após o envelhecimento, que o tratamento de superfície onde o NaOH foi associado ao Alloy Primer (NaAp e NaApE) apresentou menor tendência de falhas em função da resistência em 20 Mpa, com maior número de corpos de prova ultrapassando a linha de 20 MPa em relação aos outros grupos. Observa-se, em ambos os gráficos, que quando somente o Alloy Primer (Ap e ApE) foi utilizado como tratamento de superfície, todos os corpos de prova falharam antes de atingir 20 Mpa de resistência adesiva.

Gráfico 5.13 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 72 horas após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 20 MPa.

Gráfico 5.14 - Probabilidade de sobrevivência vs. resistência adesiva (Weibull dois parâmetros – 90% de intervalo de confiança), mostrando a distribuição dos espécimes de cada grupo, testados 180 dias após a obtenção das amostras. A linha preta tracejada vertical indica a resistência adesiva de 20 MPa.

5.2 Modo de fratura

O modo de fratura foi classificado segundo o item 4.2.9, descrito na metodologia do trabalho, e a predominância dos modos em cada grupo experimental pode ser observado nas tabelas 5.6 e 5.7.

A tabela 5.6 apresenta os modos de fratura que ocorreram nas amostras testadas 72 horas após a sua obtenção. Os modos de fratura encontrados com maior frequência foram adesiva (A) e mista (M), sendo que o segundo ocorreu com maior frequência nos grupos Ap, Na, NaAp e NaZp. Houve uma predominância de falhas do tipo mista nos grupos NaAp, seguida pelos grupo Na e NaZp. Para os grupos Ru e Zp, os modos de falha mais frequentes foram as do tipo adesiva. Nenhum dos grupos teve falha do tipo coesiva.

Alguns desses modos de falha podem ser observados nas fotomicrografias apresentadas a seguir (Figura 23).

Tabela 5.6 - Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio, após o tempo de 72 horas. Classificadas em adesiva (A) ou mista (M).

Grupos	Classificação em Relação à Fratura
Ru	A (85%) e M (15%)
Ap	A (39%) e M (61%)
Zp	A (72%) e M (28%)
Na	A (19%) e M (81%)
NaAp	A (4%) e M (96%)
NaZp	A (22%) e M (78%)

Figura 23 - Imagens representativas do MEV (75X) da superfície da Y-TZP, testadas 72 horas após a sua obtenção, demonstrando uma combinação de diferentes falhas adesivas e mistas em proporções distintas para os diferentes grupos testados: a. Grupo Ru - falha adesiva; b. Grupo Ap - falha mista; c. Grupo Zp - falha adesiva; d. Grupo Na - falha mista; e. Grupo NaAp - falha mista; f. Grupo NaZp - falha mista. Zr representa a zircônia e CR o cimento.

Os modos de fratura das amostras testadas após 180 dias de armazenamento estão expressos na tabela 5.7. Após o envelhecimento, as falhas adesivas foram mais frequentes do que as mistas. Somente no grupo NaApE as falhas mistas foram predominantes. No grupo Na, a maioria das falhas também foi mista, porém, em menor quantidade, quando comparada ao grupo NaApE. As falhas adesivas foram mais frequentes no grupo RuE, seguido pelos grupos ApE, NaZpE e ZpE.

Alguns desses modos de falha podem ser observados nas fotomicrografias apresentadas a seguir (Figura 24).

Tabela 5.7 - Modo de fratura após a análise em estereomicroscópio, após o tempo de 180 dias. Classificadas em adesiva (A) ou mista (M).

Grupos	Classificação em Relação à Fratura
RuE	A (83%) e M (17%)
ApE	A (68%) e M (32%)
ZpE	A (63%) e M (37%)
NaE	A (46%) e M (54%)
NaApE	A (4%) e M (96%)
NaZpE	A (64%) e M (36%)

Figura 24 - Imagens representativas do MEV (75X) da superfície da Y-TZP, testadas após 180 dias de armazenamento: a. Grupo RuE - falha adesiva; b. Grupo ApE - falha adesiva; c. Grupo ZpE - falha adesiva; d. Grupo NaE - falha mista; e. Grupo NaApE - falha mista; f. Grupo NaZp - falha adesiva. Zr representa a zircônia e CR o cimento.

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

Sabendo que a resistência adesiva e união duradoura na interface dente/cimento/zircônia são fatores essenciais para o sucesso de uma restauração à base de zircônia (THOMPSON et al. 2011; DE SOUZA et al., 2014), o presente estudo teve como objetivo avaliar o efeito na resistência adesiva e no modo de fratura da zircônia estabilizada por ítrio, quando cimentada a blocos de resina composta por intermédio de um cimento resinoso sob diferentes tratamentos de superfície, antes e após o envelhecimento.

Como o objetivo da investigação foi analisar a interface cimento-cerâmica, evitou-se que variações microestruturais dos tecidos dentários naturais descaracterizasse os achados (CASUCCI et al., 2012). Se os discos de dentina tivessem sido testados, o fracasso na resistência de união entre dentina/cimento teria sido possível, e os valores de resistência de união poderia também estar relacionado à interface dentina/cimento, mascarando, assim, os efeitos de tratamentos de superfície (DE SOUZA et al., 2014). Por isso, as superfícies das zircônias pré-tratadas não foram unidas à dentina humana, mas a uma superfície de resina composta. Além disso, a utilização deste substrato permite a padronização dos procedimentos e favorece a comparação entre resultados obtidos com outros estudos (ABOUSHLIB et al., 2008; OYAGÜE et al., 2009b; DE SOUZA et al. 2010; DE SOUZA et al., 2011; CASUCCI et al., 2012; GOMES et al., 2013; VALVERDE et al., 2013; DE SOUZA et al., 2014).

A seleção do agente cimentante parece ser um fator relevante quando a união se estabelece com cerâmica à base de óxido de zircônio (OYAGUE et al., 2009a; 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; OYAGÜE et al., 2009a), sendo esta uma união duradoura (PIWOWARCZYK et al., 2005; LEHMANN; KERN et al., 2009; NOTHDURFT et al., 2009; OYAGÜE et al., 2009a). Assim, justifica-se a escolha do cimento RelyX Unicem, por ser um sistema de cimentação autoadesivo que contém monômero

ácido fosfórico metacrilato éster em sua composição, sendo capaz de ligar-se a cerâmicas de alto conteúdo cristalino (PIWOWARCZYK et al., 2005; DE SOUZA, 2014).

A fim de se fazer estimativas a longo prazo para restaurações de zircônia cimentadas com materiais adesivos, é necessária a realização de envelhecimento artificial (OZACAN; VALLITTU, 2003; BLATZ et al., 2004; CASUCCI et al., 2012). O armazenamento em água a longo prazo e a termociclagem são fatores que podem ter efeitos na durabilidade da resistência de união do cimento à zircônia, sendo importantes parâmetros para simular as condições orais (KERN; WEGNER, 1998; LEHMANN; KERN et al., 2009; CASUCCI et al., 2012). Ambos os testes são consideradas clinicamente relevantes como parâmetros de envelhecimento (CASUCCI et al., 2012). Em uma revisão sistemática publicada em 2014, Inokoshi et al., ao compararem os dois métodos de envelhecimento, consideraram que o armazenamento em água é o método preferido para avaliar a durabilidade da interface de cimento/zircônia. De Souza et al. (2014), afirmaram que um período de armazenamento prolongado em água é um método valioso para avaliar a estabilidade da união. Sendo assim, para aumentar o poder de análise dos resultados deste estudo, os espécimes foram envelhecidos por seis meses em água.

Os testes padrão para avaliar a resistência adesiva de materiais odontológicos são cisalhamento e microtração. 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 microtração apresentam resultados similares. Apesar de o teste de microtração ser mais trabalhoso (GOMES et al., 2013), esta técnica é eficaz em termos de custos, porque um maior número de amostras podem ser produzidas com um volume reduzido de material (DE SOUZA et al., 2014). Além disso, a distribuição de força é mais homogênea na interface adesiva e mede diretamente o valor da força de união e o tipo de falha resultante é uma indicação do elo mais fraco da estrutura (AMARAL et al., 2006; ABOUSHELIB et al., 2008). Sendo assim, a resistência adesiva neste estudo foi avaliada por meio do teste de microtração.

A capacidade para funcionalizar quimicamente a superfície da zircônia parece ser crítica na obtenção de união adesiva à zircônia, devido à sua inércia

(THOMPSON et al. 2011). Os procedimentos químicos na cimentação têm o objetivo de aumentar a energia de superfície, podendo melhorar, assim, a resistência de união entre o cimento e a Y-TZP (BLATZ et al., 2003; DE SOUZA et al., 2010; VALVERDE et al., 2013).

Até o momento, existem poucos estudos avaliando a resistência utilizando apenas substâncias químicas, sem utilização prévia de algum tratamento mecânico (DE SOUZA et al. 2010; DE SOUZA et al. 2011; LORENZONI et al., 2012; DE SOUZA et al., 2014).

Portanto, a avaliação de tratamentos químicos com primers associados ou não à solução básica de hidróxido de sódio foi examinada, com o objetivo de aumentar a resistência de união de um cimento resinoso à zircônia, sem causar qualquer dano mecânico. A utilização de uma substância alcalina parece contribuir para esta abordagem (LORENZONI et al., 2012).

Agentes de união têm sido introduzidos com o objetivo de melhorar a ligação dos cimentos resinosos ao óxido de zircônio. 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). Estes monômeros ácidos podem reagir com os óxidos presentes na superfície da zircônia (MAGNE et al., 2010).

Os primers escolhidos para este estudo foram: o Alloy Primer, que possui em sua composição o monômero 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), o qual se une a óxidos metálicos presentes na superfície da zircônia (WEGNER; KERN, 2000; YOSHIDA et al., 2006; DE SOUZA et al., 2014); e o Z-Prime Plus, apresentando em sua composição monômeros organofosfato e monômeros ácido carboxílico. Este tem sido comercializado para unir ligas metálicas ou cerâmicas à base de óxido de alumina e zircônio 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 aplicação de primer à superfície da cerâmica aumenta a 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; VALVERDE et al., 2013). Quando foi avaliada a resistência adesiva dos tratamentos de superfície na condição onde 62,3% dos espécimes testados logo após a cimentação apresentaram falhas, não houve diferenças na resistência de união em relação ao grupo controle – Ru (15,26 MPa), com exceção ao que utilizou o NaOH associado ao Alloy Primer – NaAp, o qual apresentou maior valor de resistência adesiva (21,25 MPa), sem diferença estatística em relação ao grupo que usou somente o NaOH – Na (17,92 MPa). Após o envelhecimento, o NaApE (18,13 MPa) manteve a tendência de maior resistência em relação aos demais grupos. O uso de uma solução básica modificou a reatividade da Y-TZP, e a utilização de um primer contendo MDP aumentou a resistência adesiva (LORENZONI et al., 2012).

O grupo sem tratamento de superfície (Ru) apresentou comportamento semelhante aos demais grupos. Esta conduta mostra claramente que, independentemente de tratamentos de superfície, o ácido fosfórico metacrilado éster presente no cimento RelyX Unicem foi capaz de produzir algum tipo de ligação química com as superfícies da Y-TZP. Este cimento parece ser eficaz na promoção de forças de união adequadas até mesmo para superfícies cerâmicas não tratadas (OYAGÜE et al., 2009b).

Uma tendência clara é que o envelhecimento artificial influencia a resistência adesiva (WOLFART et al., 2007; OYAGÜE et al., 2009b; PHARK et al., 2009; DE SOUZA et al., 2010; QEBLAWI et al., 2010; ATTIA; KERN, 2011). Ao considerar o tempo de armazenamento, 72 horas e 180 dias de envelhecimento em água, a resistência da união diminuiu de forma estatisticamente significativa após o envelhecimento para todos os cinco tratamentos de superfície testados: Ap – 13,82 MPa e ApE – 10,72 MPa; Zp – 14,19 MPa e ZpE – 9,72 MPa; Na – 17,92 e NaE – 13,15 MPa; NaAp – 21,25 e NaApE – 18,13 MPa; NaZp – 16,25 e NaZpE – 8,66 MPa. Esta redução pode ser explicada pela absorção de água durante o envelhecimento, o que parece enfraquecer a ligação química (OYAGÜE et al., 2009b; DE SOUZA et al., 2014). O armazenamento em água pode diluir monômeros solúveis a ponto de aprisionar gotas de água dentro do primer, causando diminuição na resistência de ligação e de retenção (OYAGÜE et al., 2009b). A água, devido ao

seu pequeno tamanho molecular e maior concentração molar, pode penetrar em pequenos espaços livres entre as cadeias de polímero, o que resulta em uma diminuição da estabilidade do polímero (BLATZ et al., 2003). Os tratamentos de superfície não foram capazes de manter uma estabilidade ao longo dos seis meses de envelhecimento em água. Resultados semelhantes foram encontrados em outros estudos (ABOUSHLIB et al., 2009; SILVA et al., 2014). Segundo Aboushelib et al. (2009), a resistência a longo prazo da cimentação adesiva da zircônia está diretamente relacionada aos aspectos químicos dos materiais utilizados, e materiais mais hidrofóbicos deveriam ser pesquisados e produzidos para resistir aos efeitos prejudiciais da hidrólise.

No grupo em que não houve tratamento de superfície, o armazenamento em água não reduziu os valores de resistência adesiva (Ru – 15,26 MPa e RuE- 12,15 MPa). O monômero ácido fosfórico metacrilado éster, presente no cimento RelyX Unicem, resistiu ao efeito hidrolítico da água ao longo do tempo (SILVA et al., 2014).

De acordo com Lüthy et al. (2006), uma resistência de união mínima necessária para fornecer serviço clínico aceitável e uma longevidade deve ser em torno de 10 a 13 MPa. Portanto, a probabilidade de sobrevida foi avaliada em função da resistência de 10 MPa, 15 MPa e 20 MPa.

Em função da resistência de 10 MPa, o grupo que apresentou probabilidade de sobrevida superior aos demais (em torno de 97%) foi o NaAp, não havendo uma redução significativa após o envelhecimento NaApE (93%) e em relação ao grupo que utilizou somente a solução de NaOH (Na). Os demais tratamentos apresentaram uma probabilidade de sobrevida semelhante entre si, quando testados imediatos (Ru – 70%, Ap – 79% , Zp – 76%, Na – 94%, NaZp – 86%). Após o envelhecimento, houve uma diminuição significativa (RuE - 34%, ApE – 48% , ZpE – 32%, NaE – 57% , NaZpE – 24%).

À medida que a probabilidade de sobrevida foi avaliada em função de 15 MPa, os grupos com maior probabilidade de sobrevida permaneceram os mesmos de 10 MPa, havendo uma redução no percentual de sobrevida (NaAp – 82%, NaApZ – 64%, Na - 65%). O único tratamento que apresentou uma probabilidade de

sobrevida acima de 50% após o envelhecimento foi o que associou o NaOH ao Alloy Primer (NaApE).

Mesmo sabendo que 20 MPa é um valor superior ao necessário, os tratamentos foram avaliados, e pode-se observar que a utilização do Alloy Primer (Ap e ApE) não gerou valores de probabilidade de sobrevida. Quando o tratamento aplicado foi o hidróxido de sódio associado ao Alloy Primer (NaAp), continuou a apresentar uma quantidade menor de falhas em relação aos demais tratamentos, e mesmo reduzindo a probabilidade de vida após o envelhecimento (NaApE), este foi superior aos grupos que não passaram pelo processo do envelhecimento.

Contudo, a utilização de agentes que contenham o monômero 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP) foi proposta para solucionar a dificuldade no tratamento de cerâmicas de alto conteúdo cristalino (WEGNER; KERN, 2000). Foi sugerido que esse monômero se liga à camada de óxidos superficiais presentes na zircônia e na alumina (KERN; WEGNER, 1998; WEGNER; KERN, 2000; YOSHIDA et al., 2006; LÜTHY et al., 2006). No entanto, nestes estudos, a resistência foi avaliada após jateamento com óxido de alumínio. Estudos anteriores mostraram que jateamento com partículas de óxido de alumínio aplicando MDP é um dos protocolos mais eficientes para aumentar a resistência de união entre os cimentos resinosos e a Y-TZP (BLATZ et al., 2004; LEE et al., 2007; WOLFART et al., 2007; CAVALCANTI et al., 2009a; KITAYAMA et al., 2010). Entretanto, no presente estudo, o efeito dos primers foi avaliado sem que nenhum tratamento mecânico fosse aplicado à zircônia, podendo justificar a sua utilização não ter influenciado a resistência de união. De acordo com Yun et al. (2010), o tratamento da superfície somente com primers metálicos pode não garantir união durável da zircônia a cimentos resinosos. Magne et al. (2010) encontraram valores superiores quando o Z-Prime foi utilizado, porém todas as superfícies de zircônia foram previamente jateadas.

A técnica de utilização de primer é simples e não requer equipamentos especiais (CASUCCI et al., 2012). 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 intraorais

devido à 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 envelhecimento, onde os valores de resistência de união reduziram-se significativamente. A mesma situação foi observada neste estudo.

Embora o MDP pareça ser uma molécula-chave na ligação química com a camada de óxido, a resistência de união entre Y-TZP e substratos de resinas não foram influenciados pela utilização dos primers (DE SOUSA et al., 2014).

A utilização do NaOH isolado (Na) não apresentou uma probabilidade de vida superior aos demais tratamentos. Acredita-se que o uso somente da substância alcalina não promove uma hidroxilação efetiva (LOHBAUER et al., 2008; LORENZONI et al., 2012).

Quando a solução de NaOH 0,5 M foi associada ao Alloy Primer, os maiores valores de resistência à microtração foram registrados antes e após o envelhecimento. Resultado semelhante foi encontrado por Lorenzoni et al. (2012), ao avaliar a resistência de união imediata de tratamento químicos na superfície da zircônia, por meio do ensaio de cisalhamento. A aplicação do NaOH a 0,5M pode ter ativado a superfície do óxido de zircônio, devido à maior disponibilidade de grupos hidroxila (OH). Este fato pode ter favorecido a reação ácido-base entre os óxidos metálicos presentes na superfície da zircônia com o primer, os quais são reconhecidamente ácidos. Em segundo lugar, a energia de superfície pode ter sido aumentada, o que poderia elevar a molhabilidade da superfície da zircônia e, como resultado, pode ter favorecido a reação de união entre os monômeros funcionais presentes na composição do Alloy Primer e o cimento de resinoso, e os óxidos metálicos sobre a superfície da zircônia (LORENZONI et al., 2012). Já para o grupo NaZp, a aplicação prévia de uma solução básica não promoveu o aumento da resistência adesiva.

Falhas mistas são consideradas clinicamente preferíveis sobre as adesivas, uma vez que estas últimas são normalmente associadas com baixos valores de resistência (KERN; THOMPSON, 1995; ATSU et al., 2006). Em concordância com esta afirmação, o grupo que apresentou predominância de falhas mistas foi o que mostrou os maiores valores de resistência de união (NaAp e NaApE). Nos grupos

imediatos, a utilização da solução básica, sozinha ou associada aos primers, apresentaram maior quantidade de falhas mistas, porém, após o envelhecimento, as falhas adesivas foram mais frequentes para estes tratamentos. As falhas adesivas são mais frequentes após o armazenamento devido aos efeitos negativos cumulativos de envelhecimento artificial (DE SOUZA et al., 2014).

Apesar de vários estudos laboratoriais disponíveis, estudos clínicos são necessários para avaliar o comportamento em longo prazo das restaurações (CAVALCANTI et al., 2009b), e confirmar os resultados deste estudo in vitro. Além disso, os resultados dos testes de resistência à microtração devem ser combinados com a análise química para entender melhor a relação entre os materiais (DE SOUZA et al., 2013; VALVERDE et al., 2013).

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

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

- A utilização da solução de NaOH associada ao Alloy Primer foi o único tratamento de superfície que apresentou os maiores valores de resistência adesiva, apresentando modo de fratura predominantemente mista, antes e após o envelhecimento. Assim, a primeira hipótese foi parcialmente aceita.
- O tempo de armazenamento levou a uma redução da probabilidade de sobrevida em função da carga de 10 MPa e 15 MPa para todos os grupos, exceto para o NaAp. Assim, a segunda hipótese foi parcialmente aceita.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

(Formato Vancouver)

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, 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.

Abernethy R. *The New Weibull Handbook*. North Palm Beach; 2006.

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.

Attia A, Kern M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *J Prosthet Dent.* 2011;106(5):319-27.

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.

Casucci A, Goracci C, Chieffi N, Monticelli F, Giovannetti A, Juloski J, Ferrari M. Microtensile bond strength evaluation of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic after different pre-treatments. *Am J Dent*. 2012;25(5):269-75.

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*. 11^a ed. São Paulo: Livraria Santos; 2004.552-574 p.

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.

De Souza GMD, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cement. *J Prosthet Dent*. 2011;105(5):296-303.

De Souza GMD, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2014;112(4):895-902.

Fischer H, Niedhart C, Kaltenborn N, Prange A, Marx R, Niethard FU, Telle R.

Bioactivation of inert alumina ceramics by hydroxylation. *Biomaterials*. 2005;26(31):6151-7.

Goodacre CJ, Campagni WV, Aquilino SA. Tooth preparations for complete crowns: An art form based on scientific principles. *J Prosthet Dent.* 2001; 85(4):363-76.

Gomes AL, Oyague RC, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent.* 2013; 41(1):31-41.

Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000;83(4):396-401.

Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. 2014. *J Dent Res*; 93(4):329-34.

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.

Lorenzoni FC, Leme VP, Santos LA, Oliveira PCG, Martins LM, Bonfante G. Evaluation of chemical treatment on zirconia surface with two primer agents and an alkaline solution on bond strength. *Operative Dentistry*. 2012; 37(6): 625-33.

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.

Nelson WB. Accelerated testing: Statistical models, test plans, and data analysis. New York: John Wiley & Sons; 2004.

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*. 2009a;25(2):172-79.

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater*. 2009b; 25(3): 392-99.

Perdigão J, Fernandes SD, Pinto AM, Oliveira FA. Effect of Artificial Aging and Surface Treatment on Bond Strengths to Dental Zirconia. *Operative Dentistry*. 2013;38(2):168-76.

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.

Sanlı S, Cömlekoglu MD, Cömlekoglu E, Sonugelen M, Pamir T, Darvell BW. Influence of surface treatment on the resin-bonding of zirconia. *Dent Mater*. 2015; 31(6): 657–68.

Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. *J Prosthet Dent*. 2014;112(3):568-75.

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.

Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, Jeffrey Thompson JY. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater*. 2011;27(8):779-85.

Tinschert, J, Zvez D, *et al*. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*, 2000;28(7):529-35.

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.

Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, Wettemann KD, Silva N RFA. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent*. 2013; 41(1):51-9.

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*. 2004b; 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.

Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acido ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Rest 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):116-32.

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 à microtração imediato (72 horas após os procedimentos de corte).

GRUPO Ru / AMOSTRA 1	
Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	13,99
2	13,86
3	8,58
4	14,65
5	17,48
6	17,45
7	13,3
8	20,25
9	22,92
10	17,55
11	18,16
12	11,56
13	21,19
14	15,51
15	22,76
16	17,84
17	17,26
18	20,65
19	21,42
20	19,57
21	18,25
22	20,79
23	15,22
24	17,12
25	17,96
26	8,13
27	13,73
28	15,9
29	15,06
30	12,12
31	17,04
32	19,06

GRUPO Ru / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	5,72
2	17,2
3	9,81
4	7,16
5	10,45
6	9,05
7	4,57
8	10,11
9	8,18
10	13,94
11	11,15
12	7,66
13	6,91
14	8,59
15	5,39
16	8,93
17	12,58
18	2,55
19	2,55
20	5,54
21	8,9

GRUPO Ap / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	12,06
2	15,54
3	18,53
4	11,14
5	16,18
6	11,09
7	17,21
8	13,64
9	18,32
10	12,37
11	19,37
12	14,81
13	15,12
14	12,84
15	12,64
16	8,21
17	7,37
18	12,65
19	11,54
20	9,33
21	18,62
22	15,4
23	14,84
24	16,49
25	15,94
26	16,98
27	23,53
28	10,603
29	10,19
30	12,99

GRUPO Ap / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	10,3
2	9,32
3	7,83
4	7,09
5	10,91
6	11,1
7	12,57
8	7,88
9	10,65
10	12,16
11	18,19
12	8,93
13	10,7
14	11,6
15	9,74
16	11,39
17	9,52
18	9,41
19	7,96
20	13,68
21	11

GRUPO Zp / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	11,23
2	6,56
3	6,033
4	15,23
5	6,13
6	19,5
7	12,92
8	18,42
9	10,76
10	12,8
11	16,1
12	15,32
13	18,1
14	23,21
15	7,47
16	12,55
17	10,4
18	12,45
19	18,46
20	15,11
21	7,09
22	15,10

GRUPO Zp / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	7,1
2	17,63
3	15,2
4	21,77
5	16,42
6	14,93
7	14,31
8	13,2
9	12,55
10	11,49
11	12,73
12	11,55
13	13,03
14	10,1
15	13,31
16	8,74
17	9,62
18	14,99
19	12,85
20	8,62
21	10,33
22	10,17
23	7,47
24	12,55

GRUPO Na / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	13,76
2	30,93
3	12
4	16,49
5	20,11
6	17,78
7	12,71
8	15,4
9	18,95
10	21,04
11	8,26
12	18,11
13	22,62
14	14,74
15	19,61
16	12,96
17	10,96
18	22,83
19	12,7
20	12,13
21	17,45

GRUPO Na / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	16,89
2	21,88
3	24,02
4	20,1
5	15,88
6	20,87
7	10,7
8	20
9	12,48
10	18,7
11	18,5
12	12,4
13	14,96
14	15,01
15	15,21
16	12,77
17	14,74
18	11,6
19	11,08
20	19,31
21	15,6
22	14,5

GRUPO NaAp / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	25,2
2	26,34
3	24,76
4	15,74
5	22,54
6	18,18
7	26,8
8	10,01
9	25
10	19,11
11	25,07
12	24,86
13	21,87
14	21,24
15	17,41
16	11,38
17	20,03
18	21,45

GRUPO NaAp / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	16,27
2	10,51
3	17,02
4	10,62
5	19,84
6	27,9
7	12,67
8	20,8
9	20,14
10	23,33
11	19,03
12	26,6
13	25,11
14	20,81
15	19,75
16	21,16
17	20,42
18	19,55
19	15,52
20	18,89
21	16,52
22	17,45
23	14,76
24	22,47
25	13,56
26	11,72
27	15,01
28	19,81

GRUPO NaZp/ AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	8,58
2	12,96
3	11,9
4	12,86
5	7,95
6	10,12
7	16,06
8	10,06
9	7,08
10	13,74
11	12,92
12	15,43
13	9,83
14	12,63
15	17,82
16	16,08
17	14,03

GRUPO NaZp/ AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	17,89
2	25,61
3	13,49
4	18
5	12,87
6	9,57
7	15,23
8	22,27
9	15,12
10	21,23
11	22,64
12	20,22
13	22,91
14	22,6
15	18,76
16	14,24
17	15,48
18	15,94
19	8,61
20	9,19
21	17,85
22	11,94
23	12,67
24	9,37
25	20,2
26	14,79
27	11,7

Anexo 2 – Tabelas dos valores de resistência à microtração envelhecido (180 dias de armazenamento).

GRUPO Ru / AMOSTRA 1	
Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	5,22
2	11,17
3	10,04
4	12,6
5	9,78
6	13,71
7	10,89
8	9,72
9	10,06
10	0
11	6,81
12	5,35
13	10,05
14	17,8
15	15,34
16	0
17	11,49
18	6,85
19	12,97
20	15,31
21	23,6
22	15,31
23	9,82
24	11,94
25	21,87
26	12,49
27	2,54
28	11,54
29	13,83
30	16,73
31	9,86
32	6,8

GRUPO Ru / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	5,73
2	4,55
3	0
4	0
5	0
6	0
7	0
8	0
9	0
10	0
11	0
12	0
13	0
14	0
15	0
16	0
17	4,74
18	0
19	0
20	5,8
21	1,45

GRUPO Ap / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	12,69
2	9,03
3	8,65
4	8,21
5	7,72
6	7,3
7	12,88
8	14,36
9	10,46
10	16,33
11	15,02
12	10,74
13	10,8
14	9,84
15	11,24
16	12,72
17	8,29
18	16,7
19	9,29
20	10,5
21	7,83
22	14,03
23	10,3
24	8,37
25	13,12
26	13,14
27	10,08
28	8
29	10,6
30	4,47

GRUPO Ap / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	6,95
2	6,42
3	6,12
4	8,93
5	10,84
6	8,34
7	8,94
8	7,53
9	7,33
10	8,49
11	10,98
12	5,71
13	6,16
14	8,25
15	14,82
16	5,94
17	7,25
18	11,99
19	7,88
20	6,64
21	11,49

GRUPO Zp / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	4,61
2	6,57
3	7,5
4	8,65
5	13,033
6	6,13
7	1,75
8	6,28
9	0
10	0
11	13,26
12	2,6
13	9,13
14	0
15	0
16	8,17
17	9,9
18	12,57
19	1,47
20	5,44
21	10,77
22	3,42

GRUPO Zp / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	3,51
2	1,79
3	14,83
4	11,49
5	17,71
6	10,79
7	10,57
8	7,89
9	10,56
10	8,54
11	14,08
12	7,25
13	9,25
14	8,71
15	1,5
16	5,19
17	10,78
18	5,51
19	9,62
20	11,95
21	13,29
22	6,29
23	16,81
24	9,41

GRUPO Na / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	8,32
2	5,74
3	17,13
4	2,35
5	10,85
6	10,88
7	14,92
8	14,08
9	13,94
10	10,69
11	14,05
12	16,88
13	19,45
14	19,78
15	20,87
16	15,02
17	3,42
18	17,19
19	20,99
20	13,83
21	17,45

GRUPO Na / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	4,24
2	15,34
3	10,68
4	5,33
5	9,79
6	11,04
7	9,46
8	3,99
9	11,66
10	5,98
11	9
12	16,21
13	6,88
14	14,52
15	11,94
16	13,79
17	11,99
18	6,79
19	11,79
20	0
21	4,56
22	4,88

GRUPO NaAp / AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	15,38
2	11,46
3	14,84
4	9,67
5	18,83
6	20,2
7	9,06
8	17,23
9	17,07
10	14,44
11	18,44
12	12,58
13	16,05
14	22,93
15	9,9
16	9,05
17	15,07
18	16,25

GRUPO NaAp / AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	20,23
2	17,38
3	16,87
4	18,91
5	17,93
6	16,47
7	15,94
8	20,9
9	16,45
10	19,67
11	21,97
12	23,39
13	24,39
14	20,46
15	22,14
16	15,05
17	27,58
18	20,38
19	14,54
20	15,79
21	12,49
22	11,72
23	14,33
24	18,61
25	17,55
26	12,63
27	8,06
28	10,59

GRUPO NaZp/ AMOSTRA 1

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	0
2	6,98
3	1,42
4	2,54
5	2,1
6	3,64
7	5,69
8	1,42
9	0
10	1,49
11	0
12	0
13	4,44
14	0
15	0
16	5,67
17	2,37

GRUPO NaZp/ AMOSTRA 2

Amostra	Resistência Adesiva (MPa)
1	13,29
2	9,65
3	0
4	6,89
5	8,15
6	15,72
7	7
8	11,15
9	14,29
10	10,99
11	7,88
12	4,32
13	16,25
14	12,2
15	4,65
16	5,88
17	10,66
18	4,99
19	8,21
20	4,88
21	13,61
22	14,72
23	9,44
24	1,64
25	14,45
26	9,21
27	8,08