

LUDMILLA MIRANDA LEITE

**RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA COM A UTILIZAÇÃO DE PRIMER E
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE MECÂNICO**

CAMPO GRANDE

2015

LUDMILLA MIRANDA LEITE

**RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA COM A UTILIZAÇÃO DE
PRIMER E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE MECÂNICO**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Odontologia da Universidade Federal
de Mato Grosso do Sul, para
obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. José Luiz
Guimarães de Figueiredo.

CAMPO GRANDE

2015

FOLHA DE APROVAÇÃO

LUDMILLA MIRANDA LEITE

RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA COM A UTILIZAÇÃO DE PRIMER E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE MECÂNICO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Resultado _____

Campo Grande (MS), _____ de _____ de 2015.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. José Luiz Guimarães de Figueiredo
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof. Dr. Anísio Lima da Silva
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof. Dr. Elizeu Insaurralde
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

DEDICATÓRIA

A Deus, por tornar todas as coisa possíveis!

Aos meu amados pais, Geraldo e Sônia, dedico esse mestrado por sempre me incentivarem e dedicarem suas vidas aos meus estudos e conhecimento, espero conseguir retribuir tamanho amor e dedicação que têm por nossa família.

As minhas irmãs Karina e Carolina, sem vocês minha vida seria vazia e eu andaria com insegurança. Obrigada pela constante presença.

Aos meus queridos avós, Lino, Jacy e Tereza que sempre se preocuparam, e mesmo sem o conhecimento técnico, sempre torceram pelos meus estudos e trabalho. Vocês são a doçura e a calma da minha vida!

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador Dr. José Luiz Guimarães de Figueiredo pela confiança depositada e pela palavra amiga sempre dada. O aprendizado foi muito além da técnica, foi um fortalecimento de caráter também.

Agradeço ao meu querido amigo Leonardo Zaia, por partilhar comigo todo o conhecimento e por ser meu guia durante todo o mestrado. A admiração que sinto por você só aumentou. Sua alegria e dedicação deixavam nossas tardes de trabalho mais leves.

Ao meu namorado, Aleks o incentivo e a força que me dedicaste me faz acreditar que é possível, seu companheirismo e compreensão são fundamentais para guiar meus sonhos.

Agradeço a toda equipe, coordenação, funcionários e professores da UFMS. Minha segunda casa me orgulho em ter me formado nessa faculdade, além do conhecimento adquirido, proporcionou oportunidades únicas de amizades e transformação. Com respeito e gratidão, exaltarei sempre o nome desta instituição!

Aos Professores Dr. Anísio Lima da Silva e Dr. Elizeu Insauralde pela dedicação de tempo e conhecimento no auxílio final desse trabalho.

Ao Professor Dr. Pedro Gregol da Silva, pela dedicação e cuidado que desprende ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da FAODO.

Agradeço ao Professor Dr. Igor Stuart e a toda sua equipe da USP pela parceria e disponibilidade em nos receber no laboratório para a execução de parte do trabalho, em especial ao Fernando Taddeo pela boa vontade em nos auxiliar sem medir esforços ou cansaço físico. Estarei sempre à disposição!

As empresas JC Estética, Zirconzhan e HeraeusKulzer pelo incentivo a pesquisa e contribuição neste trabalho.

A todos, que me ajudaram direta ou indiretamente na realização deste trabalho, sem os quais seria impossível alcançar essas metas.

“O HOMEM QUE EVITA DÚVIDAS NUNCA VAI ENCONTRAR CERTEZAS”

RAPHAEL GANCZ

RESUMO

LEITE LM. RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA COM A UTILIZAÇÃO DE PRIMER E TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE MECÂNICO. Campo Grande; 2015. [Dissertação de Mestrado]. Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união por cisalhamento de um sistema adesivo para zircônia com tratamentos de superfície diferentes. Foram confeccionados 48 corpos de prova de zircônia (Zirconzhan), divididos e randomizados em 2 grupos, conforme o tipo de tratamento de superfície: G1 sem tratamento + sistema adesivo e G2 jateado com óxido de alumínio + sistema adesivo. Metade de cada grupo (n=12) foi estocado em água destilada a 37°C e submetido ao teste do cisalhamento após 24 horas. A outra metade dos espécimes foram mantidos em água destilada a 37°C e após, foram termociclados (5.000 ciclos; 5°C-55°C). Os dados foram tratados pelo teste estatístico ANOVA, com pós-teste de Tukey ($\alpha \leq 0,05$). Em ambos os momentos, o grupo G1 apresentou melhores resultados. Concluiu-se que, utilizando apenas o sistema adesivo, seguindo as orientações do fabricante, os corpos de prova apresentaram resultados mais satisfatórios que quando tiveram sua superfície tratada mecanicamente.

Palavras-chave: Zircônia; Tratamento de superfície; Resistência adesiva.

ABSTRACT

LEITE LM. ADHESIVE ZIRCONIA RESISTANCE WITH PRIMER FOR USE AND SURFACE TREATMENT MECHANICAL. Campo Grande; 2015. [Master's Thesis]> Graduate Program in Dentistry Federal University of Mato Grosso do Sul.

The objective of this study was to evaluate the shear bond strength of an adhesive system for zirconia with different surface treatments. Forty eight zirconia specimens (Zirconzhan) have been made and randomly divided into two groups according to the type of surface treatment: G1 without treatment + adhesive and G2 system, blasted with aluminum oxide + adhesive system. Half of each group (n = 12) was stored in distilled water at 37 °C and subjected to the shear test after 24 hours. The other half was kept in distilled water at 37 °C and was then thermally cycled (5000 cycles and 5 ° C-55 ° C). The data were analyzed by ANOVA with Tukey's post-test($\alpha \leq 0,05$). In both conditions, the results better in G1. It was concluded that, using only the adhesive system and following the directions from the manufacturer, the samples showed better results than when they had the surface mechanically treated.

Keywords: Zirconia; Surface treatment; Bondstrength.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Tabela com os valores médios (MPa) e desvio padrão (\pm) do cisalhamento dos corpos de prova.....	38
Tabela 2 - Frequência relativa (%) do tipo de fratura dos corpos de prova submetidos a diferentes tratamentos de superfície.....	38

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Sistema adesivo para zircônia SignumZirconia Bond I + II.....35
- Figura 2 – Foto aproximada do corpo de prova na hora do cisalhamento.....37
- Figura 3 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 17 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).....39
- Figura 4 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G2, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (fratura); R3 cimento resinoso (Aumento 15 x). (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x) e a seta azul mostrando a depressão causada pelo jateamento com óxido de alumínio; (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 na região fraturada (Aumento 750 x) e a seta azul mostrando grande quantidade do elemento químico silício. (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região R3 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).....40
- Figura 5 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).....41
- Figura 6 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G2, mostrando fratura adesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso apontado pela seta azul (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1. Observe as depressões causadas pelo jateamento de óxido de alumínio (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 150 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região de cimento resinoso (Aumento 1.900 x).....42

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Quadro dos materiais utilizados na pesquisa.....	33
Quadro 2- Distribuição dos grupos conforme tratamento de superfície.....	36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ZrO₂ - Dióxido de zircônio

MDP - 10-metacrilóiloxidecil diidrogênio fosfato

Bis-GMA - Bisfenolglicidil metacrilato

4-META - Metacrilóiloxietiltrimelitato anidro metil metacrilato

Y-TZP - Zircônia tetragonal estabilizada por ítria

Al₂O₃ - Óxido de alumínio

MEV - Microscopia eletrônica de varredura

TC - Termociclado

CO₂ – Dióxido de carbono

VBATDT - (6-(N-(4-vinilbenzilpropilamino)-1,3,5-triazina-2,4-ditiona)

ACPS - 3-acriloxipropiltrimetoxissilano

GPS - 3-glicidoxipropiltrimetoxissilano

MPS - 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano

(MPS) - 3-trimetoxissililpropilmetacrilato

(MPS/4-META) - 3-trimetoxissililpropilmetacrilato/4-metacrilóiloxietil trimelitato anidrido metil metacrilato

CAD-CAM - Computer Aided Design/ComputedAidedManufactured, Projeto Assistido por computador/Fabricação Assistido por Computador Sistema computadorizado de produção cerâmica. EDX - Espectroscopia dispersiva por raios X

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
mm	Milímetro
µm	Micrômetro
mm/min	Milímetro por minuto
mm ³	Milímetro cúbico
MPa	Mega Pascal
mm ²	Milímetro quadrado
n	Número de amostra
Bar (s)	Unidade de pressão
cps	Corpos de prova

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	16
3 OBJETIVOS.....	32
3.1 Objetivo Geral.....	32
3.2 Objetivo Específico.....	32
4 MATERIAIS E MÉTODO.....	33
4.1 Confeção dos espécimes de zircônia.....	34
4.2 Confeção dos discos de resina composta.....	34
4.3 Tratamentos de superfície da zircônia.....	35
4.4 Cimentação do disco de resina composta sobre as cerâmicas em zircônia.....	35
4.5 Teste de resistência adesiva por cisalhamento.....	36
4.6 Análise do modo de fratura.....	37
4.7 Análise Estatística.....	37
5 RESULTADOS.....	38
6 DISCUSSÃO.....	43
7 CONCLUSÃO.....	48
8 REFERÊNCIAS.....	49

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da Odontologia Restauradora tem sido marcante nos últimos anos, principalmente na pesquisa de novos materiais estéticos. Verifica-se uma busca incessante por restaurações que se aproximem dos aspectos naturais dos dentes e que atendam às propriedades de biocompatibilidade, boa adaptação marginal, longevidade clínica e, principalmente, resistência às forças da mastigação (BEHER et al., 2011).

Na atualidade, as restaurações de cerâmicas têm se tornado a principal alternativa para a reconstrução das estruturas perdidas. As vantagens desses materiais têm atraído todos os públicos: laboratórios protéticos, cirurgiões-dentistas e pacientes das mais diversas idades.

Apesar da casuística e do sucesso das restaurações metalocerâmicas, a odontologia sempre buscou substituir materiais metálicos, principalmente em função de resultados estéticos. Assim, o uso de cerâmicas à base de zircônia (ZrO_2) estabilizada por ítria (Y-TZP) tem sido bastante difundido, com crescente tendência à eliminação da subestrutura metálica, chamadas restaurações *metal free*. Para isso, têm sido usadas cerâmicas de maior tenacidade e resistência à fratura, minimizando a possibilidade de falha mecânica em uso (PASSOS et al., 2010).

A zircônia estabilizada com ítria possui propriedades únicas e está sendo utilizada não só para a confecção de núcleos, de coroas e pontes fixas de cerâmica pura, como também para a confecção de restaurações protéticas com pouca destruição dental (*inlays*), restaurações protéticas com grande perda de estrutura dental (*onlays*), pino intracanal, aparelhos ortodônticos fixos e componentes de implantes dentários (pilares e implantes). É de suma importância para a escolha da zircônia Y-TZP a sua propriedade de sofrer transformação martensítica (Tetragonal – Monoclínica) após a aplicação de uma tensão, gerando, dessa forma, um material com maior tenacidade. Trata-se de uma excelente alternativa de tratamento por vários fatores: é quimicamente inerte, possui baixa condutividade térmica e elétrica, é resistente à compressão, e tem excelente potencial para simular a aparência dos

dentes naturais, satisfazendo, assim, uma exigência da odontologia restauradora: função aliada a estética (MATINLINA et al., 2011).

O sucesso clínico das restaurações que utilizam a zircônia como infraestrutura é diretamente dependente da realização de uma união confiável entre o cimento e a superfície interna; e as uniões dos cimentos resinosos com a zircônia apresentam um problema crítico. Por isso, é necessário que o agente de ligação seja fortemente aderido a ela quando esse material for cimentado na cavidade oral. A união ideal para a cimentação seria uma união adesiva forte entre zircônia e remanescente dental, quando a resistência adesiva iria evitar a percolação e o molhamento da linha de cimento. No entanto o cimento deve apresentar uma resistência semelhante à das resinas compostas, permanecendo unida e sem riscos de falha ou fratura da linha de cimentação. O alto teor cristalino e a limitada fase vítrea da zircônia não são características excelentes, o que causa grande dificuldade na realização de tratamentos superficiais utilizados em outras porcelanas odontológicas, por ser a zircônia uma porcelana ácido-resistente.

O jateamento mecânico das superfícies de zircônia pode aumentar a área de superfície pelo aumento da rugosidade superficial e limpar a superfície de contaminação, promovendo, desse modo, retenções micromecânicas e melhor contato com o cimento resinoso. O jateamento com óxido de alumínio 50 µm é uma forma viável e prática que pode ser praticada a preço acessível (ATTIA et al., 2011).

Embora pesquisas apresentem resultados que comprovem boa resistência de união dos cimentos resinosos com estruturas dentárias, a união com a superfície da zircônia não está bem esclarecida. A indústria, porém, aposta em um sistema adesivo para uso em zircônia que contém MDP em sua composição química, classificado como convencional de três passos: o SignumZirconia Bond (HerausKulzer).

Poucos estudos apresentam grande efetividade, e este trabalho propõe o uso desse sistema adesivo, modificando o tratamento de superfície indicado pelo fabricante a fim de otimizar os resultados e avaliar a resistência na interface zircônia-cimento.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Özcan et al. (2008), com o objetivo de avaliar a resistência adesiva de quatro materiais de cimentação de composições diferentes, submeteram tais materiais a teste em condições secas e envelhecidas quando ligadas à zircônia. Os cimentos resinosos submetidos aos testes foram: Panavia F 2.0 (Kuraray), Multilink (Ivoclar), Super Bond (Sun Medical) e Quadrant Posterior Dense (Cavex). Após serem manipulados seguindo as orientações dos fabricantes, os cimentos foram colocados sobre a superfície de zircônia (Lava 3M, Espe) usando molde de polietileno seguido de fotopolimerização. O estudo foi dividido randomicamente em dois grupos, sendo o grupo secotestado logo após a cimentação e o grupo ciclado submetido à termociclagem (6.000 ciclos, 5°C a 55°C), para então ser avaliado. A resistência adesiva ao cisalhamento foi significativamente afetada pela condição de estocagem ($p < 0,001$); e a resina Panavia F 2.0 mostrou maior resistência adesiva em condições secas ($9,6 \pm 4,1$ MPa) ($p < 0,001$). Com a cimentação resinosa seguida das orientações do fabricante após a ciclagem térmica, nenhuma adesão foi alcançada (0 MPa) na zircônia, nem mesmo o Panavia F 2.0.

Komine et al. (2009) avaliaram a resistência adesiva ao cisalhamento entre dióxido de zircônia (cerâmica à base de zircônia) e compósito indireto, todos após envelhecimento por termociclagem. Para o estudo, foram confeccionados 80 discos de zircônia (Katana) divididos em cinco grupos que receberam os seguintes agentes iniciadores: All Bond 2 Primer B (ABB), Alloy Primer (ALP), AZ Primer (AZP), Estenia Opaque Primer (EOP) e PorcelainLiner M Liquid A (PLA). O material compósito indireto (Estenia C&B) foi ligado ao iniciador na zircônia. Metade dos espécimes foi armazenada em água destilada a 37 °C por 24 horas e, logo em seguida, passou pelo teste de cisalhamento. Os espécimes remanescentes foram termociclados (5000 ciclos) para então passarem pelo teste de resistência adesiva através do teste de cisalhamento. Os resultados antes do cisalhamento variaram de 10,1 a 15,6 MPa; a resistência adesiva após a ciclagem variou de 4,3 a 17,6 MPa. O grupo ALP teve maior resistência após a ciclagem, não havendo diferença significativa entre os grupos PLA, AZP, EOP e ALP, que não diminuíram após a termociclagem. Concluiu-se, então, que a aplicação de um monômero que contém ácido carboxílico funcional

anidro (4-META), ácido fosfônico (6 MHPA) ou monômero fosfatado (MDP) promove uma resistência de união duradoura entre Estenia C&S e zircônia Katana.

Passos et al. (2010) examinaram a qualidade adesiva em condições secas e termocicladas de um autoadesivo simplificado e outro convencional para zircônia Y-TZP. Confeccionaram 192 blocos de zircônia Y-TZP (Vita) que foram embutidos em resina acrílica e randomizados em dois grupos de acordo com o tratamento de superfície recebido, sendo eles: isopropanol 96% e tratamento triboquímico (Cojet, 3M). Os grupos foram ainda divididos de acordo com o cimento recebido: Panavia F 2.0 (Kuraray), Variolink II (Ivoclar), RelyX 100 (3M Espe) e Maxcem (Kerr). Após as primeiras 24 horas, metade dos espécimes foi submetida ao teste do cisalhamento e a outra metade foi termociclada após uma armazenagem de 90 dias em água destilada (12000 ciclos de 5° – 55°C). Os tipos de falha também foram analisados e, para análise dos dados, utilizou-se o ANOVA de três vias. Esses resultados apresentaram diferenças significativas no condicionamento, tipo de cimento e condições de estocagem. O tratamento triboquímico promoveu resistência superior de união, independentemente do cimento resinoso utilizado; a limpeza com álcool resultou em forças de união baixas e instáveis, independentemente do tipo de cimento utilizado; e a longevidade da interface resina-Y-TZP dependeu do tipo do agente de cimentação.

De Souza et al. (2010) avaliaram a resistência adesiva no substrato de zircônia estabilizada por ítria (Lava – 3M) através do sistema de cimentação, do efeito dos primers e da ciclagem térmica. Após a obtenção de 18 discos de zircônia, o primeiro grupo (n=3) teve a superfície polida e tratada com o primer MDP (Md) ou MDP + VBATDT (MV). No grupo controle (n=3), nenhum tratamento químico foi realizado. Discos de resina composta (Z-100 Universal, 3M) foram cimentados aos discos de zircônia com cimento resinoso Panavia F 2.0 (Kuraray) (Pa) e Rely X Unicem (3M) (RU). Os espécimes foram randomizados e, após 24 horas, as amostras foram seccionadas para o teste de microtração e retornadas à água destilada a 37 °C por diferentes períodos antes dos testes: 72 horas ou 60 dias mais termociclagem (5000 ciclos de 5° – 55°C). Após a tração, os valores em MPA foram analisados através do teste ANOVA e pós-teste de Tukey (p>0,05). A aplicação do primer MV apresentou alta resistência adesiva (22,77 MPa), já o primer Md apresentou resistência estatisticamente inferior (12,78 MPa), e o grupo controle

apresentou baixo valor na resistência adesiva (9,17 MPa). Na comparação dos sistemas de cimentação, o RU promoveu resistência adesiva mais alta (16,07 MPa) do que a Pa (13,75 MPa). Após a ciclagem térmica, a média diminuiu (9,35 MPa) quando comparada com os valores iniciais (20,46 MPa). Com os resultados apresentados, pode-se concluir que os tratamentos químicos da superfície de MDP combinados com VBATDT melhoram o sistema de cimentação, sendo uma alternativa confiável para alcançar resistência adesiva sem a necessidade de tratamento mecânico.

Yun et al. (2010) avaliaram a resistência adesiva de três cimentos resinosos para zircônia após o jateamento da superfície e a aplicação de primers metálicos. Foram confeccionados 120 cilindros de cerâmica de zircônia Y-TZP (7mm x 12mm) divididos em 12 grupos, de acordo com o tratamento de superfície: controle; somente jateamento; somente metal primer; jateamento + metal primer; cimento resinoso metal primer: Alloy Primer – Panavia F 2.0, V-primer - Superbond C&B, Metaltite – M bond. Os espécimes foram jateados com partículas de Al₂O₃ medindo 90 µm e, então, os cimentos resinosos foram manipulados e aplicados sobre a superfície para a cimentação efetiva. Todos os espécimes foram armazenados em água destilada 37 °C, seguidos de termociclagem (5.000 ciclos de 5° – 55°C) e submetidos ao cisalhamento com uma velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram analisados no teste ANOVA de duas vias e múltipla comparação com o teste Scheffé ($\alpha=0,05$). Concluiu-se que a força de união dos espécimes tratados com jateamento e Alloy Primer cimentados com Panavia F 2.0 foi significativamente maior que a dos outros grupos (17.1 MPa). Nos grupos que usaram os cimentos Superbond C&B e M Bond, o jateamento aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento (16,7 e 7,4 MPa, respectivamente), porém o efeito dos primers metálicos (V-primer e Metaltite) não foi significativo. Apesar do metal primer não ser suficiente quando usado sozinho, a aplicação combinada com jateamento parece ser um tratamento apropriado para melhorar a resistência adesiva do cimento resinoso com a cerâmica Y-TZP, especialmente o Panavia F 2.0.

Zhang et al. (2010) tiveram o objetivo de investigar a resistência ao cisalhamento entre os cimentos de ionômero de vidro reforçados por resina e zircônia. Para o estudo, foram confeccionados 60 discos de zircônia que foram jateados com óxido de alumínio (Al₂O₃) e divididos em três grupos de acordo com o

cimento utilizado, sendo dois deles (RelyXLuting, Fuji Plus) cimentos de ionômero de vidro, e um cimento resinoso para controle (Panavia F). Após a cimentação convencional seguindo as orientações de cada fabricante, os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37 °C por 24 h e, em seguida, apenas metade dos corpos de prova de cada grupo foi submetida à termociclagem (20000 ciclos de 5°C – 55°C). Os resultados após o cisalhamento mostraram que a força adesiva dos dois cimentos de ionômero reforçados por resina foi de 17,33 ± 3,53 MPa (RelyXLuting) e 16,68 ± 2,76 MPa (Fuji Plus) e que, após a termociclagem, diminuiu significativamente, passando a 7,62 ± 2,17 MPa e 4,65 ± 2,02 MPa. Para o cimento resinoso, o resultado inicial foi de 26,25 ± 5,61 MPa e, após a termociclagem, 23,1 ± 4,27 MPa, não havendo, pois, diferença significativa. As falhas, em sua maioria, adesivas, entre o cimento de ionômero de vidro e a zircônia são justificadas pelo fato de que esse cimento não oferece uma união estável uma vez que não há ligação química e/ou mecânica com a zircônia.

Attia e Kern (2011) realizaram um estudo *in vitro* para investigar a durabilidade da resistência de união de adesivo de zircônia cerâmica após a aplicação de uma cartilha universal. Foram fabricados 96 discos de zircônia Y-TZP que foram condicionados ou com jateamento de Al₂O₃ ou revestidos com sílica. Logo após, os discos foram limpos ou com ar isento de óleo ou em cuba ultrassônica em álcool. Um silano convencional (EspeSil) ou um iniciador universal (Monobond Plus) foi aplicado sobre a superfície condicionada. Sendo assim, seis grupos foram formados (n = 16). Tubos plásticos transparentes com resina composta foram cimentados aos discos de zircônia preparados para receber uma cimentação adesiva (MultilinkAutomix). Cada grupo foi dividido em dois subgrupos (n = 8); cada subgrupo recebeu uma armazenagem diferente, 37 °C durante 3 dias ou 37 °C em água durante 150 dias, expostos a 37.500 ciclos térmicos. Os valores de resistência à tração foram registrados com uma máquina universal de ensaios. Concluiu-se que o armazenamento em água a longo prazo e os ciclos térmicos produziram resultados significativamente menores (P <0,05) em MPa de armazenamento de três dias em água para os grupos condicionados com silano convencional, exceto o grupo que recebeu o jateamento de Al₂O₃ + ar sem óleo + Monobond Plus, que apresentou baixa resistência. No entanto o armazenamento de água a longo prazo e os ciclos térmicos não diminuíram a resistência à tração para os demais grupos que

receberam os diversos tratamentos e o Monobond Plus. Os métodos de limpeza tiveram pouco efeito sobre a ligação da resina de longo prazo para zircônia cerâmica.

Behr et al. (2011), com o objetivo de avaliar a resistência adesiva da interface resina e zircônia com diferentes cimentos de união, submeteram o material ao teste de cisalhamento e à tração. Foram confeccionados os espécimes de zircônia que, nas áreas que seriam ligadas, receberam jateamento de óxido de alumínio (Al_2O_3). Metade dos testes de cisalhamento e tração foi realizada após 24 horas de estocagem em água destilada, e a outra metade permaneceu 90 dias estocada em água e foi termociclada (12000 ciclos de 5-55°C). Os conceitos adesivos foram feitos através da aplicação de um agente de união (primers com fosfato, monofosfato, difosfato e uma combinação de revestimento de sílica com primer), tratamento triboquímico (Rocatec system 3M, Espe), e cimentos. No cisalhamento, os resultados superaram o valor de 10MPa, considerado alto. Já o silano utilizado sozinho apresentou baixo valor nos teste de tração. O revestimento com sílica somente foi suficiente após 90 dias em estocagem em água e quando combinado com ésteres fosfatados ou primers contendo fosfato. Os agentes adesivos baseados em di-fosfato ou fosfato mostraram valor estável na tração menor do que 10 MPa em diferentes condições de envelhecimento. Concluindo, nenhum dos conceitos adesivos investigados para a interface zircônia/resina forneceu clinicamente resistência adesiva suficiente à tração. Os valores de cisalhamento foram inadequados para a classificação.

Matinlinna e Lassila (2011) avaliaram, *in vitro*, o efeito de cinco monômeros silano na resistência adesiva ao cisalhamento do cimento resinoso com éster fosfatado ligado à zircônia silicatizada. Foram confeccionados 144 espécimes de zircônia (Procera AllZircon) que foram submetidos ao tratamento triboquímico, divididos randomicamente em 12 grupos (n=12), e silanizados com 1% de solução preparada em álcool 95% de ACPS, 3-GPS, 3-MPS, STYRX e 3-ICS. O 3-MPS (RelyXUnicem) foi utilizado como controle. Cada espécime foi cimentado em zircônia silicatizada e silanizada. Após cimentados, os espécimes foram divididos, com metade testada a seco e a outra metade passando pela termociclagem (6000 ciclos de 5° - 55°C). Para mensurar a resistência adesiva, foi utilizada uma máquina universal de ensaio, e os resultados apresentaram alta resistência adesiva obtida

pelo 3-ACPS em estocagem seca (11,7 MPa) e, após termociclagem, 17,6 MPa pelo 3-GPS. O baixo valor de resistência adesiva ao cisalhamento foi obtido com o silano controle: em estocagem seca, 4,5 MPa; após termociclagem, 6,5 MPa. A termociclagem aumentou significativamente a resistência adesiva (ANOVA, $p < 0.001$) e atuou diferentemente para cada tipo de silano. A silanização com os cinco iniciadores silanos experimentais *in vitro* produziram significativamente maior resistência adesiva ao cisalhamento do que o silano convencional.

Moon et al. (2011) tiveram como proposta avaliar o efeito da ordem no preparo da estrutura cristalina da zircônia Y-TZP e a resistência adesiva com o cimento resinoso. Foram preparados 150 cilindros de Y-TZP pré-sinterizados (9 mm x 13.5 mm) e divididos em três grupos (grupo controle, grupo SBS e grupo SAS). Os espécimes do grupo controle não foram tratados. Os espécimes do grupo SBS foram jateados e depois densamente sinterizados; e os espécimes do grupo SAS foram sinterizados e então jateados. Os espécimes foram analisados, antes e depois do jateamento, por difratometria, microscopia escaneada por Laser e espectroscopia dispersiva de raio X. Todos os espécimes foram embutidos em politetrafluoretileno (PTFE) e, usando moldes, cada grupo foi dividido em cinco subgrupos. Os cimentos Clearfil SA, Zirconite, Superbond C&B, RelyXUnicem, e Multilink foram colocados sobre a superfície Y-TZP usando moldes de PTFE com 3 mm x 3 mm, seguidos de estocagem em água destilada a 37 °C por 24 horas, e termociclados (5.000 ciclos, 5 a 55°C, com tempo de imersão de 30 segundos). Todos os espécimes tiveram a resistência adesiva ao cisalhamento testada e as superfícies fraturadas foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A análise estatística foi realizada pelo teste ANOVA e Scaffé ($\alpha = 0.05$). As zircônias jateadas aumentaram significativamente a resistência adesiva ao cisalhamento com o cimento resinoso, mas a ordem de preparação não teve influência significativa no cisalhamento em ambos os grupos testados. Na observação da face da superfície das zircônias por MEV, os grãos foram totalmente diferentes entre SBS e SAS. No grupo SBS foi exibida menos estrutura monoclinica do que no grupo SAS. O jateamento na zircônia pré- e pós-sinterizada pode induzir uma proporção favorável de estruturas tetragonais, o que pode ter um efeito positivo no desempenho clínico das restaurações de zircônia.

Ural et al. (2011) avaliaram, na resistência adesiva de cimentos resinosos, a ação e o efeito de alguns primers através de um estudo *in vitro*. Foram utilizados 40 discos de zircônia divididos em quatro grupos; um grupo não recebeu tratamento e os três restantes receberam tratamento com primers diferentes: Monobond-S, ClearfilCeramic Primer e SignumZirconia Bond. Após o tratamento, foram cimentados com Panavia F 2.0 os discos de resina composta em cada espécime, formando um corpo de prova que foi submetido ao teste de cisalhamento em uma máquina universal de ensaios. Em seguida, a fratura passou por análise. O teste ANOVA de uma via apresentou resultados significativos, indicando que as diferentes aplicações de primers afetaram a resistência adesiva no cimento resinoso adesivo e na zircônia. Os maiores valores obtidos foram encontrados na aplicação do SignumZirconia Bond (54,9 MPa \pm 9,4 MPa) e os menores valores foram encontrados no grupo controle, que não recebeu tratamento de superfície.

Aboushelib (2012) avaliou a eficiência de um tratamento de pulverização do dióxido de zircônia sobre a zircônia-resina através da resistência adesiva. O teste executado foi a microtração, sendo imediata ou após estocagem de 6 meses em água. Os grupos receberam diferentes tratamentos de superfície: abrasão de partículas de óxido de alumínio ou pulverização de fusão; e o grupo controle, somente os discos de zircônia sinterizada (Lava Zircônia). Após o tratamento necessário em cada grupo, os discos de zircônia foram cimentados com discos de resina composta Filtek Z250, utilizando o cimento resinoso RelyXUnicem. Os espécimes foram seccionados e testados ou imediatamente ou após seis meses, e analisados por MEV. Os dados foram analisados através do teste ANOVA de duas vias ($\alpha = 0,05$). Os espécimes com partículas abrasivas (33,1 MPa) e os submetidos à pulverização de fusão (42,5 MPa) produziram valores significantes para resistência adesiva por microtração, mesmo passando pela estocagem em água, enquanto os espécimes sem tratamento (12,4 MPa) demonstraram redução significativa na resistência adesiva após estocagem em água (2,9 MPa). A análise por MEV indicou que a pulverização resultou na formação de grânulos de zircônia sobre a superfície tratada, o que aumenta a retenção micromecânica com a resina adesiva, impedindo a falha interfacial.

De Castro et al. (2012) avaliaram a resistência adesiva de sistemas de cimentos resinosos (RXA – RelyX ARC; RXU – RelyX U100; e PF – Panavia F) na

dentina e na Y-TZP depois de diferentes tratamentos de superfície e envelhecimento. Foi exposta a dentina oclusal de 54 molares humanos e condicionadas seguindo orientação do fabricante. Foram sinterizados 54 blocos de Y-TZP e divididos em dois grupos de acordo com o tratamento de superfície: PA, com jateamento com partículas abrasivas; e SC, com triboquímico, revestimento com sílica. Todos os blocos de Y-TZP tratados foram cimentados em dentina usando um dos sistemas de cimentação (RXA, RXU E PF) de acordo com a recomendação dos fabricantes, que inclui seus agentes silanos. Os blocos de cerâmica/cimento/dente foram estocados em água destilada a 37°C por 24 horas, antes do corte dos espécimes (área adesiva, $A=1\pm 0.1\text{mm}^2$). Estes ($n=12$) foram distribuídos nas seguintes condições: N – nenhuma estocagem; W – estocados em água destilada a 37°C por 60 dias; e TC – termociclados (5°C a 55°C, 10.000 ciclos). Os espécimes foram submetidos à tensão (F) até a fratura. A F/A foi calculada e os dados foram analisados estatisticamente usando o teste ANOVA e Tukey ($\alpha=0,05$). As superfícies fraturadas foram examinadas para determinar o modo de fratura. RXA-SC e PF-PA mostraram maiores valores (13,9 e 13,0 MPa, respectivamente) e TC (12,9 e 14,8, respectivamente). O tratamento de superfície SC mostrou melhores valores significativos do que o tratamento PA nos espécimes YZ após W. Independentemente do cimento usado, W e TC não reduziram de maneira significativa a adesão do tratamento SC na dentina.

Cristoforides et al. (2012), com o intuito de avaliar a ligação de compósitos à superfície zircônia Y-TZP (Vita, Alemanha), confeccionaram 100 blocos de zircônia e as embutiram em resina acrílica; em seguida, tiveram sua superfície livre polida. Os blocos foram divididos randomicamente em 10 grupos ($n=10$) e as abordagens testadas incluíram quatro tratamentos de superfícies: triboquímico revestido por sílica (TBS), MDP revestimento de primer/silano, jateamento e primer/metal para zircônia e apenas álcool para limpar a superfície do grupo controle. O tratamento ocorreu pela aplicação ou não do MDP incluso no kit do cimento resinoso. Em seguida, aplicou-se uma resina composta na superfície cerâmica usando um modelo cilíndrico (4mm de diâmetro). Armazenou-se por 60 dias em água e submeteu-se a 6000 ciclos térmicos para então ser avaliado pelo teste do cisalhamento. Para a análise dos resultados, foram utilizados o teste de Tukey e a análise de variância, que apontaram o TBS como o melhor tratamento de superfície para Y-TZP. O uso

do MDP contido no cimento entre o compósito e a superfície da Y-TZP não foi efetivo.

Fazi, Vichi e Ferrari (2012) avaliaram a influência das partículas abrasivas na zircônia antes e após a sinterização, na resistência de união entre um núcleo de zircônia e um material de resina composta indireta. Foram preparados nove discos de zircônia Y-TZP e divididos em três grupos iguais. No Grupo 1 as zircônias présinterizadas receberam jato de óxido de alumínio (Al_2O_3); no Grupo 2 as zircônias já sinterizadas receberam o jateamento de óxido de alumínio (Al_2O_3); o Grupo 3 foi o grupo controle, no qual os espécimes sinterizados não receberam tratamento. Todos os espécimes receberam tratamento com MDP. Em um molde de plástico foram confeccionados, de forma incremental, os espécimes de resina composta. Após a cimentação, os espécimes foram seccionados sob refrigeração, obtendo-se, assim, *microsticks* de 6x1x1mm. O teste de tração foi realizado em uma máquina universal de ensaio e observado com uma ajuda de microscopia óptica para avaliar o modo de fratura. Para analisar os dados, foi selecionado o T-teste, com nível de significância em $P < 0,05$. Os valores de resistência de união foram 25,65 (7,23) MPa para o Grupo 1 e 24,65 (12,33) Mpa para o Grupo 2. As falhas adesivas foram predominantes. O grupo controle apresentou elevado número de falhas prematuras que ocorreram durante o corte, e a média foi de 3,36 (4,17) MPa. Conclui-se que o jateamento combinado com um agente de ligação contendo MDP resulta em ligação satisfatória.

Inokoshi et al. (2012) avaliaram o efeito do pré-tratamento de superfície mecânica e química sobre a durabilidade de união de dois cimentos resinosos de zircônia Y-TZP. Com os discos de zircônia totalmente sinterizados, foram divididos em dois grupos: os que receberam o jateamento triboquímico (CoJet, 3M ESPE) e aqueles sem tratamento mecânico. Em seguida, as amostras de zircônia ou eram pré-tratadas, usando um dos dois silanosprimers cerâmica/MDP-combinados (ClearfilCeramic Primer, Kuraray; Monobond, Ivoclar-Vivadent), ou não recebiam nenhum pré-tratamento químico. Dois blocos de zircônia idêntica pré-tratadas foram cimentados juntos usando o cimento em BisGMA (cimento ClearfilEsthetic, Kuraray) convencional ou um baseado em MDP (Panavia F2.0, Kuraray). As amostras foram armazenadas durante sete dias em água destilada (37 °C); após esse período, foram expostas ao acaso em um dos três protocolos de envelhecimento: (1) imerso

na água a 37°C durante 10 dias; (2) submetido a 10.000 ciclos de termo; ou (3) imerso na água a 37°C durante 6 meses. Após a armazenagem, a força de ligação microtração (resistência adesiva) foi determinada em MPa (n = 15-21/grupo). A análise Weibull apresentou o maior parâmetro de escala e de forma para o 'CoJet/ClearfilCeramic Primer/Panavia F2.0/10d' combinação. Enquanto o cimento composto à base de BisGMA/ClearfilEstheticCement (Kuraray) ligado igualmente à zircônia usando sílica tribochemical jateamento (CoJet, 3M ESPE) ou não, o jateamento apareceu indispensável para o cimento Panavia F2.0 composto à base de MDP.

Koizumi et al. (2012) avaliaram e compararam as características adesivas de agentes cimentantes resinosos e, em especial, os primers cerâmicos para zircônia. Foram confeccionadas 242 amostras em forma de discos com cerâmica à base de dióxido de zircônia (Katana) e aderidos com quatro cimentos resinosos sem primers. Além disso, a zircônia foi aderida com combinações de sete sistemas adesivos de três agentes primers e três cimentos resinosos; dois dos cimentos foram à base de resina e dois agentes de iniciação de síntese de cerâmica continham um monômero adesivo idêntico MDP no próprio material ou no primer. A resistência adesiva ao cisalhamento foi determinada a partir de 20.000 ciclos após a termociclagem. O teste Kruskal-Wallis foi realizado para ambos, pré e pós termociclagem. Foi avaliada a diferença nos grupos entre o primer e o agente de cimentação. Baseado no teste Kruskal-Wallis e nas comparações múltiplas Steel-Dwass, foram ainda realizados os testes para comparar a diferença entre os quatro agentes cimentantes e as sete combinações de três primers e três agentes cimentantes para ambas as condições: pré- e pós-ciclagem. Foram obtidos os seguintes resultados: Clearfil SA Cement (5,8 MPa) e Panavia F 2.0 (6,7 MPa) mostraram uma resistência adesiva estatisticamente maior do que os outros materiais (0,1 MPa) ($p > 0,05$). Entre as sete combinações primer/cimento, ClearfilCeramic Primer combinado com ClearfilEstheticCement exibiu a maior resistência adesiva após a termociclagem (7,5 MPa), seguido por dois grupos com Monobond Plus (4,0 – 4,6 MPa) ($p > 0,05$). A aplicação do cimento resinoso e do primer contendo o monômero adesivo MDP fornece melhor resistência adesiva para a zircônia do que os outros sistemas.

Lung et al. (2012) compararam três novos agentes de ligação (2-hidroxietil metacrilato, ácido itacônico e ácido oleico) com dois agentes de ligação silano (um

produto comercial silano e 3-ACPS) na durabilidade adesiva do compósito resinoso para zircônia. Os espécimes de zircônia foram abrasionados com ar e revestidos por sílica, e os agentes de ligação foram aplicados nos cinco grupos-teste para, então, os espécimes de resina composta serem cimentados na superfície da zircônia condicionada. Em seguida, os espécimes foram armazenados a seco, depois 30 dias em água e 5000 ciclos na termocicladora. Para o teste comparativo, foi utilizada uma máquina universal de ensaios, e os dados foram analisados por ANOVA de duas vias e Tukey ($p < 0,05$), tendo a resistência adesiva ao cisalhamento como variável dependente da condição de estocagem e os iniciadores como variáveis independentes. Houve diferença significativa para os diferentes iniciadores e diferença nas condições de estocagem nos valores mensurados de resistência adesiva ao cisalhamento. Os valores da resistência adesiva ao cisalhamento para todos agentes de ligação após estocagem em água e termociclagem excederam o valor mínimo de 5 MPa de resistência ao cisalhamento estabelecido pela ISO. O agente de ligação do silano 3-ACPS mostrou a força de união mais alta das três condições de armazenamento.

Papia et al. (2012) descreveram um novo método para produzir espécimes de dióxido de zircônia que permite uma superfície de cimentação com técnica de cimentação adesiva. Observou-se a estrutura de superfície e avaliou-se a resistência adesiva. Foram fabricados 48 pares de espécimes com cimento adesivo. Três diferentes superfícies foram testadas: grânulos de vidro usados para criar superfície com impactação modificada (G), grânulos de polímero usados para criar superfície com impactação modificada (P), e nenhuma modificação, superfície controle (C). Dois sistemas adesivos foram utilizados: Variolink II (VA) e Panavia F 2.0 (PA). Todos os grupos foram termociclados e submetidos ao teste de resistência adesiva por cisalhamento. Os grupos com a superfície com cimentação modificada mostraram significativamente maior resistência adesiva ao cisalhamento: 34,9 MPa (VA-G); 30,0 MPa (VA-P); 29,6 (PA-P) MPa; e 26,1 MPa (PA-G) comparado ao grupo controle: 20,5 MPa (VA-C) e 17,8 MPa (PA-C). Os grupos com o tratamento de superfície modificado mostraram estrutura de superfície rugosa e significativamente menos fratura entre o cimento e o dióxido de zircônia em comparação com o controle, onde todas as fraturas foram adesivas. A mudança através da impactação a média pressão na superfície de cimentação do dióxido de

zircônia pode ser vista como adicional na combinação da produção da técnica de confecção para aumentar a resistência adesiva. Ambas as técnicas de modificação descritas no estudo resultaram numa estrutura de superfície rugosa e alta resistência adesiva ao cisalhamento.

Silva et al. (2012) avaliaram o efeito de diferentes estratégias com fornecimento de calor a um primer cerâmico, estudando a resistência adesiva através de cisalhamento entre um cimento resinoso contendo MDP e zircônia estabilizada por ítria. Cubos pré-sinterizados medindo entre 4.5 x 3.5 x 4.5 mm³ foram produzidos com Y-TZP e embebidos em PMMA (polimetil metacrilato). Os espécimes receberam acabamento e foram limpos em cuba ultrassônica com água destilada e randomizados em dez grupos experimentais (n=14) de acordo com a condição de envelhecimento e o tratamento de calor que o primer cerâmico recebeu. A estratégia para os grupos experimentais foram: CG (controle), sem primer; G20, aplicação de primer em temperatura ambiente 20°C; G45, aplicação de primer mais tratamento de calor a 45°C; G79, aplicação de primer mais tratamento de calor a 79°C; e G100, aplicação de primer mais fornecimento de calor a 100°C. Após 24 horas, os espécimes foram ciclados (6.000 ciclos, 5°C a 55°C, 30 segundos por imersão). Sobre a superfície cerâmica em cada espécime de cada grupo, foi confeccionado um cilindro de cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0) que foi estocado por 24 horas em água destilada a 37°C. Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência adesiva por cisalhamento. Os dados foram estatisticamente analisados pelo teste de ANOVA duas-vias e pós-teste de Tukey ($\alpha=0.05$). O grupo G79, sem ciclagem térmica (7,23 + 2,87 MPa) apresentou o maior valor dentre os outros grupos sem envelhecimento: GC: 2,81 + 1,5 MPa; G20: 3,38 + 2,21 MPa; G100: 3,96 + 1,57 MPa, mostrando apenas diferenças não significativas para o grupo G45: 6,0 + 3,63 MPa. O tratamento com calor para o sistema primer metal/zircônia melhora a resistência adesiva apenas em condição inicial, mas não promove estabilidade adesiva após a ciclagem térmica.

Han et al., em 2013, compararam o efeito de 3 sistemas de reparo intra oral da zircônia na resistência adesiva entre resina composta e zircônia. 30 espécimes de zircônia foram divididos em 3 grupos de acordo com o método de reparo: grupo I – CoJet™ Repair System (3M ESPE), revestimento com sílica com 30 μ m de SiO₂ + silanização + adesivo; grupo II – CeramicRepair System (IvoclarVivadent),

condicionamento com ácido fosfórico 37% + Zirconia primer + adesivo; grupo III – SignumZirconia Bond (Heraeus) SignumZirconia Bond I + SignumZirconia Bond II. A resina composta foi polimerizada em cada um dos espécimes condicionados. A resistência adesiva ao cisalhamento foi testada usando uma máquina de teste universal, e o local das fraturas foram examinados com MEV. Os dados da resistência adesiva foram estatisticamente analisados com ANOVA um via e Tamhane ($\alpha=0,05$). Os espécimes tratados com ácido fosfórico 37% e SignumZirconia Bond I não mostraram melhoria da irregularidade da superfície, e baixa molhabilidade também foi encontrado nos espécimes do tratamento com ácido fosfórico 37%. Não houve diferença significativa na resistência adesiva entre grupo I ($7,80 \pm 0,76$ MPa) e III ($8,98 \pm 1,39$ MPa). O grupo II ($3,21 \pm 0,78$ MPa) mostrou uma diferença significativa entre os outros grupos ($p<0,05$). O uso do sistema de revestimento com sílica intra oral e aplicação do SignumZirconia Bond são efetivos para aumentar a resistência adesiva de resina composta na zircônia.

Sanohkan et al. (2013) tiveram como objetivo determinar *in vitro* a resistência ao cisalhamento (SBS) de zircônia cerâmica de resina composta após vários tratamentos primários. Utilizaram 40 espécimes de zircônia cerâmica (Zenão, Wieland Dental) que foram preparados, jateados com 50 mm de alumina e divididos em quatro grupos ($n = 10$). Três grupos experimentais tiveram as superfícies tratadas com três primers: CP (RelyXCeramic Primer, 3M ESPE), AP (Alloy Primer, Kuraray Medical) e MP (MonobondlvoclarVivadent AG). Um grupo não foi tratado e serviu como controle. Todos os espécimes foram cimentados em espécimes semelhantes de resina composta (FiltekSupreme XT, 3M ESPE) com um sistema adesivo (AdperScotchbondMulti-Use Plus Adhesive, 3M ESPE) e, em seguida, armazenados em 100% de umidade a 37°C por 24 h antes do teste SBS em uma máquina universal de ensaios. As médias de resistência ao cisalhamento (MPa) foram analisadas com a análise unidirecional de variância (ANOVA) e teste de Tukey, Diferença Honestamente Significativa (HSD) ($\alpha = 0,05$). Os resultados foram os seguintes: o Grupo AP proporcionou a maior média e desvio padrão, valor de SBS $16,8 \pm 2,5$ MPa; e o Grupo C apresentou a menor média e desvio padrão, valor de $15,4 \pm 1,6$ MPa. O SBS não diferiu significativamente entre os grupos ($P = 0,079$), o que levou a concluir que as superfícies tratadas não foram significativamente diferentes.

Amaral et al. (2014) investigaram o potencial adesivo de um novo primer/zircônia e um adesivo universal para substratos de zircônia com superfícies tratadas. Foram confeccionadas zircônias (3.0mm x 3.0mm x 9.0mm) que receberam os seguintes tratamentos de superfície: nenhum tratamento (C); abrasão a ar com partícula de alumínio 35 µm (S); e abrasão a ar com partículas de sílica 30 µm usando um dos dois sistemas, Rocatec ou SilJet, e glaze (G). Os grupos C e S foram tratados com um dos primers ou adesivos: ZP (Z Prime Plus), AZ (AZ Primer); MP (Monobond Plus); SU (ScotchBond Universal); ou EA (um adesivo experimental). Os grupos Rocatec e SilJet foram previamente silanizados para cimentação. As amostras do grupo G foram, ainda, acidificadas e silanizadas. O cimento (Multilink) foi inserido sobre as amostras cerâmicas silicatizadas, que foram termocicladas (2.500 ciclos, 5°C a 55°C, com imersão de 30 segundos) e receberam o teste de resistência à tração. A análise da fratura foi realizada nos espécimes para mensurar a área de ligação e a origem da trinca. Os espécimes do grupo C não resistiram à termociclagem, enquanto que os dos grupos CMP, CSU e CEA resistiram a ela, mas obtiveram baixos valores de resistência adesiva. Todos os primers apresentaram melhor adesividade após abrasão com partículas de Al₂O₃. SilJet foi similar ao Rocatec: ambos apresentaram melhores resultados de resistência adesiva, juntamente com SMP, SSU e CEA. O grupo G apresentou valores de resistência adesiva intermediária. O modo de fratura predominante na superfície da zircônia foi adesiva combinada com coesiva. Os adesivos universais (MU, SU, EA) podem ser alternativa considerável para a cimentação de zircônia, mas é necessária a prévia abrasão a ar. O maior valor de resistência adesiva foi verificado na abrasão a ar, seguida das partículas de sílica e aplicação do silano.

Seto et al. (2013) observaram, em estudo semelhante, um grande índice de fratura adesiva na interface cimento/dióxido de zircônio, sugerindo uma baixa adesividade da zircônia aos cimentos resinosos. Como objetivo de estudo, investigaram os efeitos do envelhecimento artificial por termociclagem e o tipo de cimento resinoso na resistência de união à zircônia. Foram confeccionados 252 espécimes de zircônia que foram submetidos a diferentes tempos de ciclagem térmica (0, 1, 10, 100, 1000, 10000) e à força de ligação de cinco cimentos resinosos: GCEM Automix (GC, Tóquio, Japão); Maxcem Elite (Kerr, Orange, CA); Multilink, com e sem Zirconia Primer (IvoclarVivadent, Schaan Liechtenstein);

PanaviaF2.0, com e sem Oxyguard(Kuraray, Okayama, Japão); e RelyXUnicem (3M ESPE, St Paul, MN). Os cilindros de zircônia foram cimentados uns aos outros e, após passarem por tempos diferentes de ciclagem térmica, foram cisalhados na máquina universal de ensaio Instron. O teste ANOVA de duas vias foi utilizado para a análise dos resultados, com um nível de significância ($p < 0,0001$). Foi observado que, com 10000 ciclos, a maioria dos cimentos tinha perdido pelo menos metade de suas forças de ligação iniciais, e dois cimentos efetivamente registraram força de união igual a zero. Houve falhas cimento-específicas, mas as falhas modo-adesivas predominaram. A resistência à fadiga de dois cimentos foi grandemente melhorada pela utilização de um iniciador e um gel de inibição de oxigênio, tal como recomendado pelos respectivos fabricantes. Tanto o tipo de cimento de resina quanto o número de ciclos térmicos influenciaram na força de ligação.

Bottino et al. (2014) estudaram os efeitos de dois tratamentos de superfície: o envelhecimento e a resistência ao cisalhamento de dois cimentos resinosos entre a dentina e a zircônia Y-TZP. Oitenta molares humanos foram incluídos em resina acrílica e seccionados 3mm abaixo do plano oclusal. Esses dentes foram cimentados a 80 espécimes cilíndricos Y-TZP (altura 4mm; diâmetro 3,4mm) e divididos em oito grupos ($n = 10$), utilizando os seguintes fatores: tratamentos de superfície Y-TZP (Vi: de baixa fusão porcelana [vitrificação] + condicionamento ácido fluorídrico + silanização, ou Si: silicatizaçãootribochemical); estratégias de cimentação (PF: Panavia ou CC: CLEARFIL); e armazenamento (imediate ou envelhecimento). As superfícies de 40 espécimes Y-TZP receberam tratamento Vi, e os restantes receberam tratamento Si. Metade dos conjuntos cerâmica-dente foi cimentada com Panavia; o restante, com Clearfil. Ensaio de cisalhamento foram executados usando o fio de 0,4 mm de espessura de 0,5 mm/min. Os dados foram analisados pela análise de três vias de variância e pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). As fraturas foram analisadas. Observou-se que os tratamentos de superfície Y-TZP não afetaram a resistência de união ($p = 0,762$, Vi = Si), ao passo que cimentos ($p < 0,001$, Panavia > Clearfil) e envelhecimento ($p = 0,006$, imediate > envelhecimento) mostraram um efeito significativo. A maioria das falhas foi adesiva nas interfaces dentina-cimento; nenhuma falha ocorreu entre zircônia e cimento. Pode-se concluir que quando Y-TZP cerâmica está ligada à dentina, a interface mais fraca é entre

dentina e cimento resinoso. O cimento resinoso/interface de Y-TZP foi menos suscetível a falhas devido a tratamentos de superfície Y-TZP.

Maeda et al. (2014) tiveram o propósito de avaliar a resistência ao cisalhamento da zircônia com diversos primers e cimentos resinosos. Para o estudo, foram utilizados dois blocos de lava zircônia (Y-TZP), originando 80 espécimes que receberam, de forma aleatória, três primers diferentes disponíveis no mercado: Alloy Primer (AP), Z-Prime Plus (ZP), e SignumZirconia Bond (SZB). Após o tratamento, os 80 espécimes foram cimentados aleatoriamente com um dos cimentos resinosos: Panavia F, Multilink, SET e NX3. Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento e, após a fratura, foram observados na lupa estereoscópica para determinar o modo da falha. Os resultados foram analisados utilizando o teste Mann-Whitney ($\alpha = 0,05$) de Kruskal-Wallis, observando que o SZB SignumZirconia teve as maiores SBS em comparação com todos os outros primers e o grupo controle, independentemente do cimento resinoso utilizado. Os maiores valores foram obtidos quando associados Panavia F com SignumZirconia Bond. Alloy Primer aumentou os valores de união, quando associado apenas a cimento definido. Quando nenhum primer foi utilizado, não se observou diferença estatística entre os cimentos de resina. Todos os espécimes apresentaram fratura adesiva.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

- Comparar a resistência de união entre um sistema adesivo com MDP e de uma cerâmica à base de zircônia com superfície tratada e não tratada.

3.2 Objetivos específicos

- Classificar o modo de fratura dos materiais cimentados em adesiva, coesiva ou mista, por meio de lupa estereoscópica.

- Observar a influência na resistência adesiva por microscopia eletrônica varredura MEV.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a execução deste trabalho, foram utilizadas técnicas realizadas em outros trabalhos de cimentação adesiva da zircônia, seguindo orientações da revisão sistemática de cimentação adesiva para zircônia de Satake, em 2012. Os corpos de prova foram fabricados seguindo as normas 10477 ISO para testes em cerâmica, o desenvolvimento da pesquisa ocorreu no laboratório de materiais dentários Prof. Gerson Yoshinari na Faculdade de Odontologia parte da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, com parceria com a Universidade de São Paulo. Os materiais utilizados na pesquisa estão dispostos no Quadro 1.

Quadro 1 - Materiais utilizados na pesquisa

Materiais	Fabricante	Composição	Número do lote
Zircônia	Zirconzhan GMBH, Bousano, Itália.	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP)	ZB3033JF
Panavia F 2.0	Kuraray, Okayama, Japão.	Pasta base: BPEDMA, MDP, DMA, sílica, sulfeto de bário, dibenzoilperóxido Pasta catalisadora: N, N-dietanol-p-toluidina, sílica, sódio fluoretado. Oxyguard: polietileno glicol, glicerina, sódio benzenosulfonato gel.	051226
SignumZirconia Bond	HeraeusKulzer, Hanau, Alemanha.	Bond I: acetona, MDP, ácido acético. Bond II: metil metacrilato, disfenil (2,4,6 - trimetilbenzoil) fosfinóxido	010132
Resina Composta Charisma	HeraeusKulzer, Hanau, Alemanha.	Bis-GMA, dióxido de silício, vidro, bário, alumínio fluoretado.	010505
Óxido de Alumínio (jateamento)	Polidental, São Paulo, Brasil.	Partículas de Al ₂ O ₃ 110 µm	

4.1 Confeção dos espécimes de zircônia

A partir de uma matriz plástica PVC (policloreto de polivinila) com dimensões de 3mm de diâmetro x 3mm de altura, foi confeccionado um modelo em resina acrílica Duralay (Reliance, Co Worth, IL, Estados Unidos), que foi reproduzido em gesso especial Durone (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil) para posterior confecção dos discos de zircônia. O disco de gesso foi escaneado no sistema CAD-CAM; foram confeccionados 48 discos (3mm de diâmetro x 3mm de altura) de zircônia estabilizada por ítria (Zirconzhan, Bousano, Itália) que foram sintetizados conforme as recomendações do fabricante. Esses discos de zircônia foram embutidos em resina epóxi (Redelease, São Paulo, SP, Brasil), ficando apenas uma superfície livre que recebeu acabamento com lixa abrasiva com granulação de 280 µm (3M Espe, São Paulo, Brasil), refrigerada a água na lixadeira Politriz Metalográfica (Teclago, São Paulo, Brasil). Após o polimento, os corpos de prova foram limpos com água destilada em cuba ultrassônica (Cristófoli, Paraná, Brasil) por 5 minutos a uma temperatura de 70°C (CRISTOFORIDES et al., 2012).

4.2 Confeção dos discos de resina composta

Para a confecção dos discos de resina composta, utilizou-se uma matriz de silicone de condensação (Zetaplus, Labordental, São Paulo, Brasil), onde se moldou um disco de zircônia e nesse molde foram confeccionados os discos de resina composta. Com a resina composta (Charisma, HeraeusKulzer, Henau, Alemanha) na cor A2 dentina, foram confeccionados 48 discos, através da técnica de pequenos incrementos e fotopolimerização (Ratii-cal, SDI, Victoria, Austrália) de 40 segundos em cada.

4.3 Tratamento de superfície da zircônia

Os corpos de prova foram divididos em dois grupos: G1 – sem tratamento de superfície e G2 – com jateamento com óxido de alumínio Al₂O₃ com partículas abrasivas com tamanho de 110 µm. Os corpos de prova foram lavados com água destilada em cuba ultrassônica (Cristófoli, Paraná, Brasil) por 5 minutos a uma temperatura de 70°C.

4.4 Cimentação do disco de resina composta sobre as cerâmicas em zircônia

Após o tratamento de superfície os espécimes cerâmicos em zircônia receberam aplicação do sistema adesivo SignumZirconia Bond I + II (HeraeusKulzer, Hanau, Alemanha), Figura 1. Inicialmente, foi aplicado com auxílio de microbrush o adesivo, Bond I e seco com um breve jato de ar, em seguida aplicou-se o Bond II e fotopolimerizado por 40 segundos.



Figura 1 – Sistema adesivo para zircônia SignumZirconia Bond I + II.

Sobre os discos de resina composta foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico 37% Condac (FGM, SC, Brasil) durante 30 segundos, lavados pelo mesmo tempo e secos com papel absorvente. Em seguida, foi misturado o Ed primer (líquido A) com o (líquido B) do cimento Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão) e aplicado na superfície da resina composta. A seguir, foi misturada em um bloco de

papel com espátula, a pasta base com a pasta catalisadora do Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão), por um tempo de 20 segundos, e colocado sobre a superfície de zircônia. Para padronizar a força empregada, após o disco posicionado, foi colocado um peso de 500 grs. sobre o conjunto zircônia/cimento/resina, por 20 segundos, e foram removidos com sonda exploradora e microbrush os excessos de cimento resinoso. Foi realizado a fotopolimerização por 20 segundos de cada lado dos espécimes, logo depois de aplicado o Oxyguard II do kit do Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão) por 3 minutos e, em seguida, foram lavados água corrente. Após a cimentação dos espécimes metade foram estocados em água destilada a 37°C por 24 horas a outra metade estocada por 15 dias e depois de submetidos à termociclagem por 5.000 ciclos em banhos térmicos com temperatura de 5°C a 55°C ($\pm 3^\circ$) com um tempo de imersão de 30 segundos e tempo de transferência de 2 segundos, dando origem assim, a dois sub grupos como apresentado no quadro 2.

Quadro 2 - Grupos e sub grupos de acordo com o tratamento de superfície

Grupos (n=12)	Tratamento de superfície	
G1	Sem tratamento	Sem tratamento <u>Termociclado</u>
G2	Jateamento com partículas abrasivas de Al ₂ O ₃ (110 µm)	Jateamento com partículas abrasivas de Al ₂ O ₃ (110 µm) <u>Termociclado</u>

4.5 Teste de resistência adesiva por cisalhamento

Foi criado um dispositivo para a máquina universal de ensaio (Instron, MA, Estados Unidos) do laboratório de materiais dentários da Faculdade de Odontologia Albino Coimbra Filho da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul. A carga da força aplicada fornecia até 500N em uma velocidade de 1,0mm/min, até a fratura do corpo de prova. Os resultados foram apresentados em MPa, conforme Figura 2.

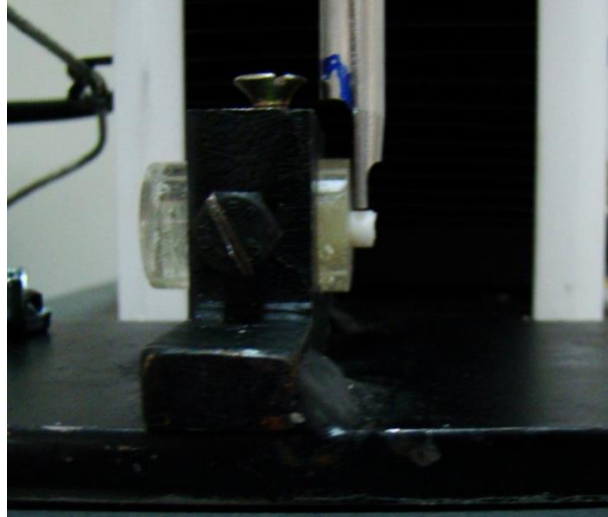


Figura 2 – Foto aproximada do corpo de prova na hora do cisalhamento

4.6 Análise do modo de fratura

Após o término do teste de cisalhamento, os corpos de prova foram observados no local da fratura com a ajuda de uma lupa estereoscópica (Coleman) para a atribuição do modo da fratura em adesiva, coesiva ou mista. Os escores utilizados foram: adesiva (quando havia menos de 1/3 do remanescente do material de cimentação), coesiva (quando havia mais de 2/3 do remanescente do material de cimentação), e mista (quando havia mais de 1/3 e menos de 2/3 do remanescente do material de cimentação). Em seguida a quantificação da falha, uma amostra de cada grupo escolhida aleatoriamente foi submetida à microscopia eletrônica de varredura pelo (MEV) (JOEL, JSM-638OLV, Japão). Para a análise por MEV, todas as superfícies de fratura receberam uma pulverização catódica de ouro pela técnica de Sputtering, com auxílio do aparelho DentonVacuum (Estados Unidos). A espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) foi utilizada para determinar a composição elementar de cada superfície dos corpos de prova fraturados.

4.7 Análise estatística

A resistência adesiva por cisalhamento foi avaliada utilizando o teste estatístico ANOVA de duas vias com pós-teste de Tukey e ANOVA de uma via e teste t de Student. Foi estabelecido intervalo de confiança de 95% ($p \leq 0,05$).

5 RESULTADOS

5.1 Resultados para o cisalhamento

Os resultados dos valores de resistência ao cisalhamento estão expressos em MPa na tabela abaixo.

Tabela 1 – Tabela com os valores médios (MPa) e desvio padrão (\pm) do cisalhamento dos corpos de prova.

Tempo	CISALHAMENTO POR GRUPOS (n=12)	
	G1	G2
Sem termociclagem	8,64 \pm 3,43 Aa	5,74 \pm 1,32 Ba
Com termociclagem	5,22 \pm 1,70 Bb	5,61 \pm 1,89 Ba

Letras maiúsculas diferentes na linha indicam diferença significativa entre os grupos em cada momento (Pós-teste de Tukey). Letras minúsculas na coluna indicam diferença significativa entre os momentos em cada grupo (teste t de Student) $p \leq 0,05$.

5.2 Resultados para o modo de fratura.

Os modos de fratura após a avaliação através da lupa estereoscópica de todos os corpos de prova estão expressos na tabela 2.

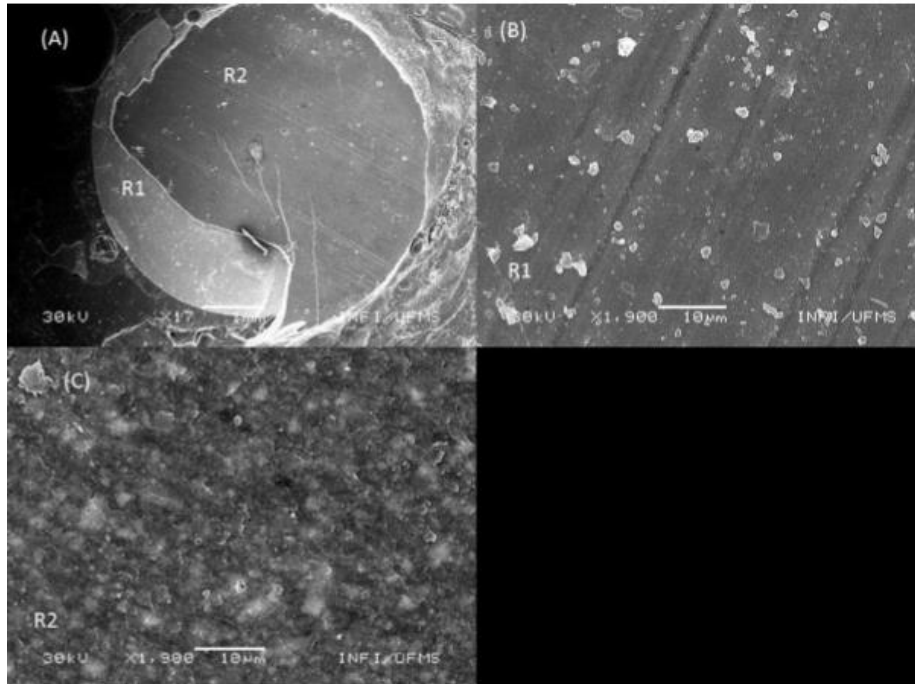
Tabela 2 - Frequência relativa (%) do tipo de fratura dos corpos de prova submetidos a diferentes tratamentos de superfície.

Grupos (n=12)	Grupos sem termociclagem			Grupos com termociclagem		
	Adesiva	Coesiva	Mista	Adesiva	Coesiva	Mista
G1	16,5	25	58,5	33,5	8	58,5
G2	0	33,5	66,5	0	0	100

5.3 Resultados na análise da microscopia eletrônica de varredura MEV

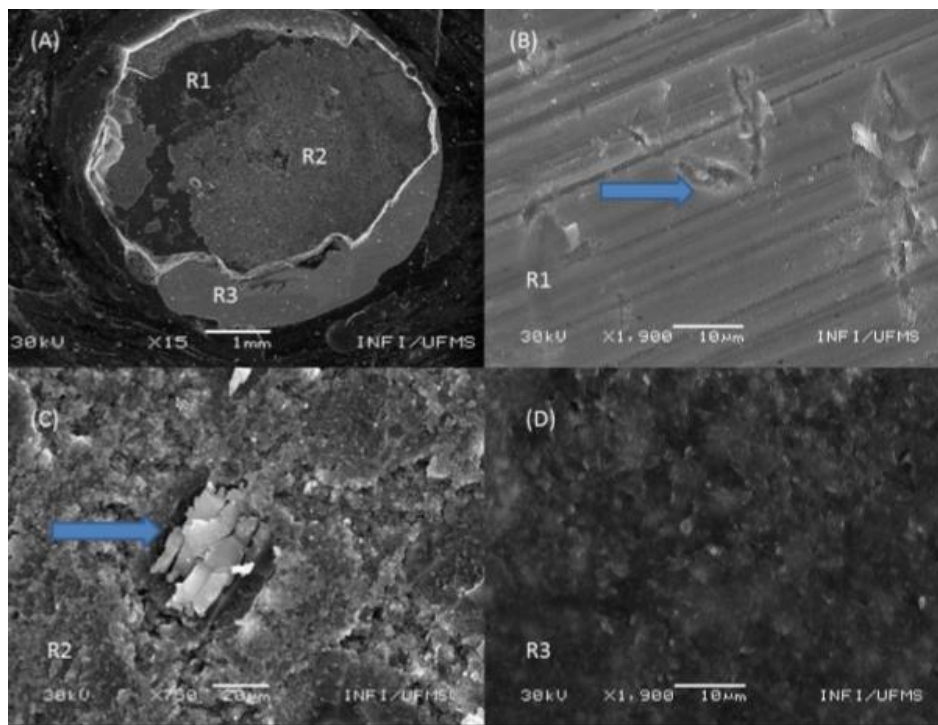
A MEV sem termociclagem mostrou na imagem topográfica da amostra do Grupo G1, um tipo de fratura coesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 90,53 % do peso de átomo de zircônio; 5,69 % de ítrio; 3,31% de ouro e 0,37% de alumínio e na região escura 66,09% de silício; 23,95% de bário; 4,23% de ouro; 2,34 de alumínio; 1,61% de zircônio e 2,34 de alumínio (Figura 3).

Figura 3 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 17 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).



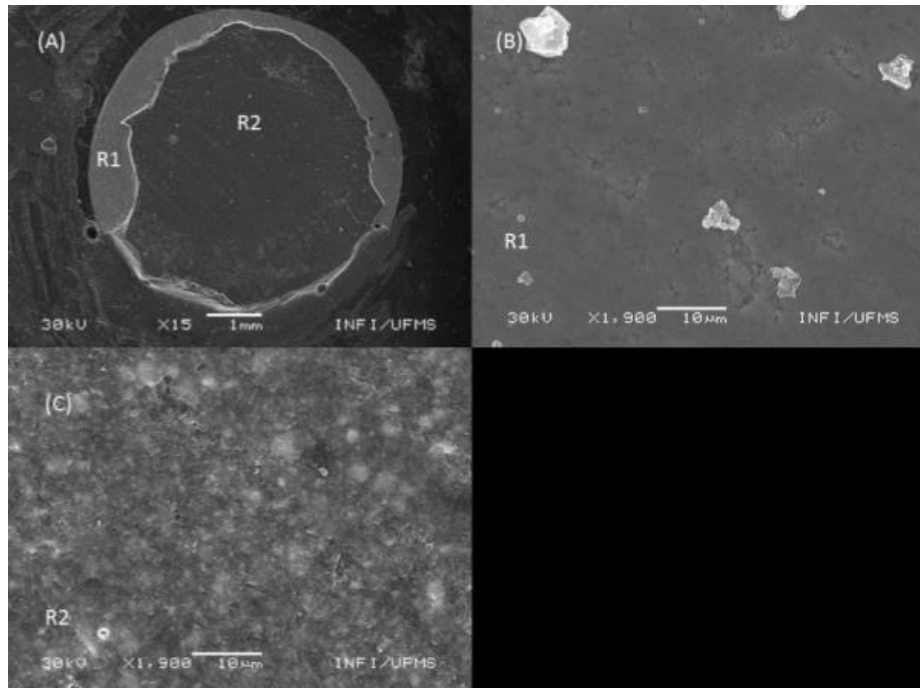
A imagem do MEV do corpo de prova Grupo do G2 (fratura coesiva) sem termociclagem mostrou na região mais escura a zircônia (R1); a imagem na região com cor intermediária (R2), e mais clara, mostrou cimento resinoso (R3). O EDX revelou na região mais escura, 93,41% de zircônio e 5,67% de ítria. Na região intermediária, revelou 45,57% de silício; 39,09% de bário; alumínio; ouro e sódio com menor porcentagem. A região mais clara revelou 62,60% de silício; 20,32% de bário; alumínio; ouro e sódio com porcentagem mais baixa (Figura 4).

Figura 4 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G2, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (fratura); R3 cimento resinoso (Aumento 15 x). (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x) e a seta azul mostrando a depressão causada pelo jateamento com óxido de alumínio; (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 na região fraturada (Aumento 750 x) e a seta azul mostrando grande quantidade do elemento químico silício. (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região R3 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).



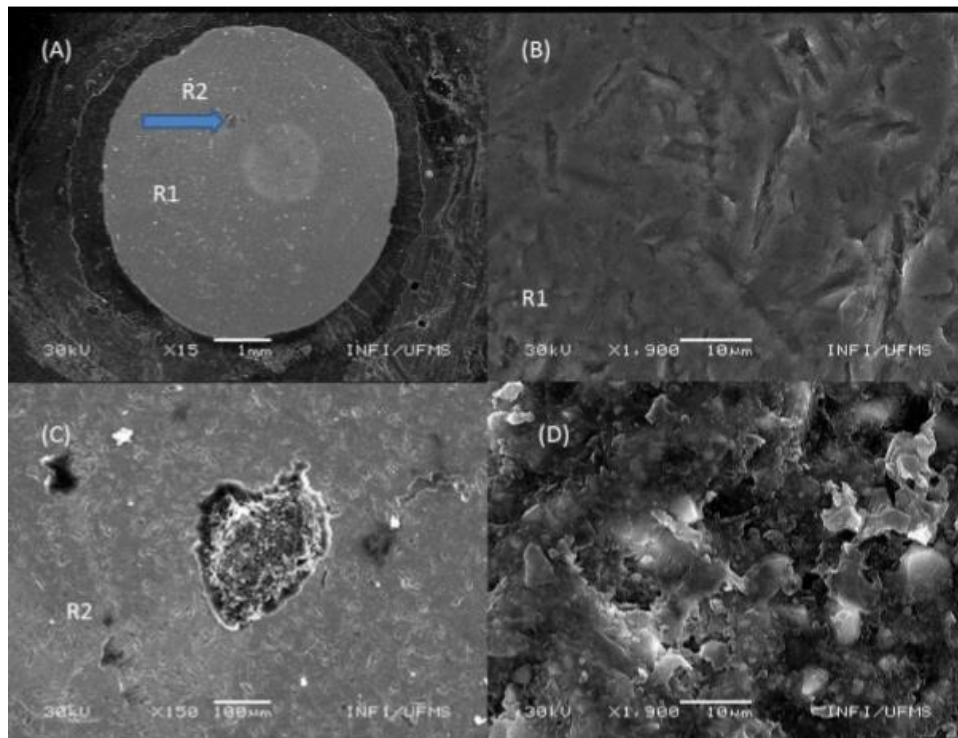
Após a termociclagem o MEV mostrou na imagem topográfica da amostra do Grupo G1 um tipo de fratura coesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 93,43 % do peso de átomo de zircônio, 5,94 % de ítrio e na região escura 69,18% de silício; 20,97% de bário (Figura 5).

Figura 5 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).



No grupo G2, após a termociclagem, foi observado um tipo de fratura adesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 92,55 % do peso de átomo de zircônio; 6,16 % de ítrio e na região escura 62,39% de silício; 22,10% de bário (Figura 6)0.

Figura 6 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G2, mostrando fratura adesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso apontado pela seta azul (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1. Observe as depressões causadas pelo jateamento de óxido de alumínio (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 150 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região de cimento resinoso (Aumento 1.900 x).



6 DISCUSSÃO

O surgimento das cerâmicas na odontologia fez delas a principal alternativa de substituição de elementos perdidos. Comparada com os sistemas cerâmicos convencionais, a zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP) tem propriedades mecânicas superiores, assegurando a ampla aplicação em odontologia (CAVALCANTI et al., 2009). Após diversos estudos, a zircônia foi estimada como o material substituto do metal nas reabilitações dentárias, transformando, assim, as próteses metalo-cerâmicas em zirco-cerâmicas.

Entretanto, para se alcançar o sucesso clínico dessas cerâmicas, é necessária uma boa interface de ligação com os agentes cimentantes. Esse fator é considerado uma desvantagem do uso da zircônia; por se tratar de uma cerâmica ácido-resistente, estuda-se um método de otimizar sua superfície para obter sucesso na superfície. Todavia o tratamento físico conhecido como jateamento apresentou pequenas trincas na zircônia, prejudicando, dessa forma, a longevidade da peça.

Baseados no sucesso do sistema, os adesivos de restaurações diretas estimulam a pesquisa por primers adesivos em restaurações cerâmicas, porém o tratamento químico da superfície da peça protética torna-se um grande desafio. O MDP apresenta bons resultados (KOIZUMI et al., 2012), porém não é suficiente a longo prazo, além de apresentar estudos divergentes mostrando que o seu uso não promove adesividade efetiva (CRISTOFORIDES et al., 2012).

De acordo com Silva, em 2012, modificações nas aplicações do primer adesivo também apresentaram resultados satisfatórios com o aquecimento a 79°C, que teve melhor resistência adesiva do que o primer aplicado a temperatura ambiente. Amaral et al. (2014) concluíram que as modificações de superfície com tratamentos mecânicos tornaram os primers mais efetivos.

Este trabalho avaliou a resistência adesiva por cisalhamento entre um sistema adesivo contendo MDP (SignumZirconia Bond I + II) lançado recentemente no mercado, associado ou não com tratamento de superfície para zircônia. As superfícies que foram jateadas com Al₂O₃ obtiveram maiores valores de resistência após o envelhecimento (5,61 ± 1,89 MPa). Já o grupo G1 (sem tratamento de

superfície), antes do envelhecimento, obteve maiores resultados de resistência de união ($8,64 \pm 3,43$ MPa), porém sem diferença significativa entre eles.

No momento inicial, o valor maior mostrado pelo grupo G1 é justificado por possuir MDP na composição química do sistema adesivo e no cimento resinoso. O MDP é o responsável por promover maior resistência adesiva inicial para os agentes cimentantes, apresentando diferença significativa com o grupo G2, com tratamento mecânico associado a MDP sem termociclagem.

Contudo, no momento após o envelhecimento, os grupos que tiveram a superfície jateada apresentaram-se mais estáveis e não diminuíram a resistência de união, o que não ocorreu com o grupo que não teve a superfície jateada. Em outras palavras, as irregularidades que o jateamento causa na superfície aumentam a área de contato do sistema adesivo e promovem uma retenção mecânica. Isso também ocorre porque, sob imersão em água, esta se difunde para o interior da camada interfacial da resina composta e da zircônia, causando degradação hidrolítica no sistema adesivo (PASSOS et al., 2010; LUNG et al., 2012; CASTRO et al., 2012).

Foram encontrados na literatura apenas dois estudos em que os pesquisadores utilizaram o mesmo sistema adesivo do presente trabalho (Signum Bond Zirconia). Ural et al. (2011) afirmaram que o Signum possui maior valor de resistência adesiva por cisalhamento ($54,9$ MPa \pm $9,4$ MPa) comparado a outros sistemas adesivos. Porém, o tamanho do corpo de prova foi diferente nas duas pesquisas: naquela o espécime possuía 6 mm de diâmetro e nesta, 3 mm. A área aderida, portanto, foi muito diferente; naquele estudo não foi realizada termociclagem, causando desconfiança na durabilidade dos valores de retenção adesiva. Os autores ainda afirmaram que o SignumZirconia Bond possui, em sua composição, acetona e MDP e metil metacrilato e que a acetona melhora a contaminação pelo ar na superfície cerâmica e pode aumentar a resistência entre zircônia e cimento. Em outro estudo, Han et al. (2013) investigaram a adesividade do SignumZirconia Bond I + II e concluíram que o Signum promove resistência de união (8,98 MPa) semelhante quando comparado a tratamentos de superfícies preparadas com tratamento triboquímico (CoJet System) (7,80 MPa). No entanto, os autores também não realizaram termociclagem e, novamente, o tamanho do corpo de prova

foi diferente naquele trabalho e neste. É necessário saber a resistência de união simulando a condição bucal.

De Souza et al. (2010) desenvolveram uma pesquisa com o uso de MDP associado com VBATDT e apresentaram resultados satisfatórios, contradizendo o tratamento mecânico da zircônia. Justifica-se pelo fato do VBATDT conter sílica, melhorando a adesividade e se mantendo estável mesmo após a termociclagem. Porém, os estudos sobre VBATDT são insuficientes para que o produto seja comercializado. O tratamento de termociclagem não apresentou efeitos significativos nos estudos de Attia e Kern (2011), porém o teste realizado foi a tração, o que não é preconizado pelas normas da ISSO, visto que o trabalho realizado seguiu os padrões preconizados para testes em cerâmicas, sendo o tamanho do corpo de prova uma grande diferença nos resultados e os testes realizados.

O silanização é de importância notável na cimentação de peças cerâmicas, mas o silano convencional não apresenta grandes efeitos em peças de zircônia, pois essas cerâmicas são quimicamente mais estáveis do que a sílica contida nos vidros cerâmicos e não facilmente hidrolisadas (URAL et al., 2011). Mas, se o silano se apresentar modificado (cinco iniciadores de silano e agente de ligação do silano 3-ACPS), a resistência adesiva da zircônia com a resina composta pode ser elevada, de acordo com Martinlinna e Lassila, 2011 e Lung et al., 2012, respectivamente. Seguindo as normas dos fabricantes, o silano já se encontra no Kit de cimentação, visto que não houve modificação, e apesar da baixa fase vítrea da zircônia, fabricantes acreditam na melhora com a aplicação do silano.

A falta de padronização de métodos e protocolos torna impossível a comparação desta pesquisa com outras, pois cada trabalho apresenta um tamanho no ensaio dos corpos de prova, assim como diferença nos ensaios mecânicos e no número de ciclo na termociclagem. Contudo, este estudo seguiu a norma internacional da ISO (International Standard Organization) 10477, segundo a qual o valor mínimo de resistência adesiva deve atingir 5,0 MPa para não ser reprovada. Os valores de adesão verificados neste trabalho em diversos grupos ficaram próximos a esse valor. Contudo, essa taxa ainda é baixa para manter a zircônia cimentada em cavidade oral por um longo período. Martinlinna e Lassila (2011) afirmaram que os valores de 5,0 MPa de resistência adesiva são ideais quando a

zircônia estiver cimentada na cavidade oral, permanecendo aderida, em média, por 2 a 3 anos, pois há uma degradação adesiva, podendo levar ao descolamento da peça protética.

O fabricante do sistema adesivo SignumZirconia Bond I + II preconiza que se deve apenas limpar e manter limpa a superfície de dióxido de zircônia para a aplicação do sistema adesivo. Neste estudo, o grupo sem tratamento de superfície teve sua superfície cerâmica preparada conforme essas instruções e o Grupo 1 e o Grupo 2 tiveram a superfície jateada com Al_2O_3 .

O maior valor de resistência adesiva obtido neste trabalho foi do grupo que teve a superfície apenas condicionada com o SignumZirconia Bond I + II. Após o envelhecimento, o grupo que apresentou a superfície jateada com óxido de alumínio manteve-se estável, com diferença estatística significativa em relação aos outros grupos.

Ainda neste trabalho, o grupo sem tratamento de superfície diminuiu drasticamente os valores de união quando foi submetido à termociclagem, provavelmente pelo molhamento de água, que deve ter causado a degradação da interface adesiva durante o envelhecimento (PASSOS et al., 2010).

Neste trabalho, a MEV revelou que a superfície do grupo que não recebeu tratamento mostrou-se mais plana e sem irregularidades; e a superfície jateada com óxido de alumínio apresentou-se com pouca irregularidade. Essas análises demonstram que, mecanicamente, as superfícies jateadas possuem mais áreas retentivas para união entre o cimento resinoso e a zircônia.

Após a termociclagem, foi verificada maior quantidade de fratura mista e coesiva nos grupos jateados e uma quantidade menor de fratura adesiva comparada ao grupo que não teve tratamento de superfície. Isso ocorreu porque o grupo G1 não foi submetido à retenção mecânica pelo jateamento. Na análise por MEV observou-se, em todos os grupos, remanescente de cimento resinoso sobre a zircônia na maioria das análises, exceto o grupo G3, que demonstrou falha adesiva.

A análise do modo de fratura demonstra que, independentemente dos momentos (antes e após termociclagem), o jateamento melhorou a estabilidade da

resistência adesiva, ou seja, os grupos jateados não apresentaram diferença significativa com relação à adesividade quando termociclados ou não; ao passo que o grupo não jateado obteve uma diferença significativa.

A zircônia é um material altamente estético, porém ainda não há pesquisas relatando sua estabilidade em cavidade oral por longo período de tempo. Tampouco estão esclarecidos quais as melhores técnicas e métodos para sua fixação. O cirurgião-dentista, portanto, deve ficar atento na escolha do melhor material restaurador.

A situação ideal seria se a aplicação de um sistema adesivo resultasse em resistência adesiva estável, sem danos na superfície e sem que houvesse necessidade de abrasão a ar. Ideais também seriam os tratamentos de superfície que não causem trincas na superfície da zircônia e provocassem uma posterior fratura da peça protética.

Nesta pesquisa a hipótese foi avaliar se a resistência de união do sistema adesivo seria maior isoladamente do que quando associada aos tratamentos de superfície em diferentes momentos. Essa hipótese, porém, foi rejeitada.

7 CONCLUSÃO

1- A associação do primer com tratamento de superfície mecânico com jato de óxido de alumínio não promoveu uma união estável, apresentando menos resistente que o uso do primer conforme as recomendações do fabricante.

2- A maioria das falhas após a termociclagem foram mistas e coesivas, o que justifica uma união química existente.

3- O grupo com maior resistência de união não recebeu tratamento de superfície, porém os resultados são insatisfatórios para reabilitação com longa durabilidade.

4- AMEV revelou que a superfície do grupo que não recebeu tratamento mostrou-se mais plana e sem irregularidades; e a superfície jateada com óxido de alumínio apresentou-se com pouca irregularidade. Essas análises demonstram que, mecanicamente, as superfícies jateadas possuem mais áreas retentivas para união entre o cimento resinoso e a zircônia.

REFERÊNCIAS

Aboushelib MN. Fusions puttering for bonding to zirconia-based materials. J Adhes Dent. 2012;14(4):323-8.

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

Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. J Dentistry. 2014;42(1):90-8.

Behr M, Proff P, Kolbeck C, Langrieger S, Kunze J, Handel G, et al. The bondstrength of theresin-to-zirconia interface using different bonding concepts. J Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2011;4(1):2-8.

Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SMS, Souza RO, Valandro VL. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. Operative Dentistry 2014;39(3):291-300.

De Castro HL, Corazza PH, Paes TD, Della Bona A. Influenceof Y-TZP ceramic treatment and different resin cement son bondstrength to dentin. Dental Materials. 2012;28(11):91-7.

Cristoforides P, Amaral R, May LG, Bottino MA, Valandro LF. Composite resin to yttristabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. Oper Dent. 2012;37(3):263-71

*Estilo Vancouver apresentado pelo Comitê Internacional de Editores de Revistas Médicas, publicadas inicialmente em 1979.

Fazi G, Vichi A, Ferrari M. Influence of surface pretreatment on the short-term bond strength of composite resin to a zirconia-based material. *Am J Dent.* 2012;25(2): 73-8.

Han IH, Kang DW, Chung CH, Choe HC, Son MK. Effect of various intraoral repair systems on the shear bond strength of composite resin to zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(3):248-55.

Inokoshi M, Poitevin A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. *Clin Oral Investig.* 2014;18(7):1803-12.

Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent.* 2012;14(4):385-92.

Komine F, Kobayashi K, Saito A, Fushiki R, Koizumi H, Matsumura H. Shear bond strength between an indirect composite veneering material and zirconia ceramics after thermocycling. *J Oral Science.* 2009;51(4):629-34.

Lung CY, Botelho MG, Heinonen M, Matinlinna JP. Resin zirconia bonding promotion with some novel coupling agents. *Dent Mater.* 2012;28(8):863-72.

Maeda FA. Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre zircônia Y-TZP e o cimento resinoso. 2012. Tese (Doutorado em Materiais Dentários). Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo. 2012.

Matinlinna JP, Lassila LV. Enhance resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater.* 2011;27(3):273-80.

Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7):651-63.

Özcan M, Kerckdijk S, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cement only. *Clin Oral Investig.* 2008;12(3):279-82.

Papia E, Zethraeus J, Ransbäck PA, Wennerberg A, VultvonSteyern P. Impaction- modified dens ely sintered yttrium-stabilized tetragonal zirconium dioxide: Methodology, surface structure, and bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2012.

Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cementto Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Operative Dentistry.* 2010;35(6):689-96.

Sanohkan S, Kukiattrakoon B, Larpoonphol N, Sae-Yib T, Jampa T, Manoppan S. The effect of various primers on shear bond strenght of zirconia ceramic and resin composite. *J Conserv Dent.* 2013 Nov; 16(6):499-502

Satake; Alessandra. Influência dos tratamentos de superfície das cerâmicas em zircônia na força de união. Campo Grande; 2012. [Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

Seto KB, McLaren EA, Caputo AA, & White SN. Fatigue beauvoir of the resinous cementto zircônia bond. *J Prosthet Dent.* 2013;22(7):523-8.

Silva LH, Costa AKF, Queiroz JRC, Bottino MA, Valandro LF. Ceramic primer heat-treatment effecton resin cement/Y-TZP bond strength. *Operative Dentistry.* 2012;37(6):634-40.

De Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, 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.

Ural C, Kulunk T, Kulunk S, Kurt M, Baba S. Determination of resin bond strength to zirconia ceramic surface using different primers. *Acta Odontol Scan.* 2011;69(1):48-53.

Zhang W, Masumi SI, Song XM. Bonding property of two resin-reinforced glass-ionomer cements to zirconia ceramic. *Quint Int.* 2010; 41(7): 132-40.

Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sand blasting and various metal primer on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater.* 2010;26(7):650-8.