

RODRIGO DALLA LANA MATTIELLO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO
RESINOSO A UM FILME VITROCERÂMICO DEPOSITADO EM
SUPERFÍCIE DE Y-TZP**

CAMPO GRANDE
2010

RODRIGO DALLA LANA MATTIELLO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO
RESINOSO A UM FILME VITROCERÂMICO DEPOSITADO EM
SUPERFÍCIE DE Y-TZP**

Dissertação apresentada ao
programa de Pós-Graduação em
Saúde e Desenvolvimento da
Região Centro-Oeste da
Universidade Federal do Mato
Grosso do Sul, para obtenção do
título de Mestre

Orientador: Prof. Dr. José Renato J. Delben.
Co-Orientador: Prof. Dr. Igor Studart Medeiros

CAMPO GRANDE
2010

FOLHA DE APROVAÇÃO

RODRIGO DALLA LANA MATTIELLO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO
RESINOSO A UM FILME VITROCERÂMICO DEPOSITADO EM
SUPERFÍCIE DE Y-TZP**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento da Região Centro-Oeste da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre

Resultado _____

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

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. _____

Instituição _____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à Deus, o qual trago no coração e que em sua infinita bondade me deu forças e me acompanhou de perto em toda essa jornada, estendendo sua mão nas horas mais críticas e me conduzindo sempre no “caminho certo”. Dedico também aos meus pais, Agenor e Vera, e ao meu irmão Fabiano que abençoados por Ele, me amaram e se dedicaram plenamente até seus limites e pelo exemplo que me guiam em todas as batalhas. Amo vocês.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof.Dr.José Renato J. Delben** e sua esposa **Prof. Dra.Angela Delben** muito obrigado pelas palavras, ensinamentos e exemplo de conduta, sempre de extremo caráter e plena dedicação ao seu orientado e a ciência. Minha gratidão.

Ao meu co-orientador **Prof. Dr. Igor Studart Medeiros** pelo seu apoio, orientação, amizade e grandiosa dedicação a pesquisa científica não esquecendo é claro de seu tempo, dividindo comigo preocupações e ansiedades. Muito obrigado.

Aos Profs. **Dr. Túlio Marcos Kalife Coelho** e **Dr. Elizeu Insauralde**, que além de grandes mestres e referências em minha vida profissional me doaram conhecimento e experiência, mas principalmente amizade, atenção, apoio, confiança, convívio, ética e acima de tudo são grandes amigos e pessoas inesquecíveis em minha vida. Obrigado,sempre.

A **Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul**. Tenho orgulho em ter me formado nessa faculdade, que além do poderoso instrumento de trabalho, proporcionou a convivência com pessoas tão caras a mim. Com respeito, admiração e gratidão, exaltarei sempre o nome desta instituição!

A **Faculdade de Odontologia de São Paulo – FOU SP**, pelos longos períodos de levantamento bibliográfico e por toda a estrutura de laboratórios, equipamentos e salas de aula disponibilizadas a mim para a concretização da pesquisa. Agradeço também aos funcionários, professores e a técnica de laboratório Paula Gomes pela ajuda e hospitalidade. Grato.

Ao **Departamento de Física da UFMS** pela doação de sua estrutura de laboratórios e equipamentos que foram imprescindíveis para a realização deste trabalho.

Ao **Programa de Pós-graduação Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste**, através de seus professores e funcionários, que possibilitaram a realização de um grande sonho, a concretização de um grande projeto. Muito Obrigado.

À **Fundect – Fundação de Apoio ao Desenvolvimento do Ensino, Ciência e Tecnologia do Estado de Mato Grosso do Sul**, pelo apoio ao Programa de Pós-

Graduação em Saúde e Desenvolvimento da região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, e em especial à minha pessoa, pela bolsa de estudos concedida, que possibilitou a dedicação exclusiva ao mestrado e ao desenvolvimento da pesquisa.

Aos **Meus Amigos** Tiago, Guilherme, Rafael, Leonardo Matos, Leonardo Mangiapelo, João Gabriel, Edgar, Gandhi, Eduardo, Gustavo, Henrique, Angelo, Luis Felipe e Rudinei e a todos outros!! Valeu.

Aos meus **Companheiros de turma**, por esses dois anos de convívio e amizade.

Aos meus **Professores e grandes mestres** Alan Kalife, Gustavo Terra, Aderval Nascimento, Antônio João Silveira Terra, Anísio Lima, Jeferson Adão de Almeida Matos e Paulo Zárate.

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

EPÍGRAFE

“O HOMEM QUE EVITA DÚVIDAS NUNCA VAI ENCONTRAR CERTEZAS”

RAPHAEL GANCZ

RESUMO

Mattiello RDL. Avaliação da resistência de união de um cimento resinoso a um filme vitrocerâmico depositado em superfície de Y-TZP.

Campo Grande; 2010. [Dissertação – Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento da região Centro-Oeste].

O uso de Y-TZP como reforço de cerâmicas ampliou significativamente suas propriedades mecânicas, possibilitando o uso em diversas situações clínicas tais como pinos intra-radulares, coroas, próteses parciais fixas e implantes. Com isso, os métodos tradicionais para tratamento superficial têm sido verificados como ineficazes visto que sua ação ocorre sobre a matriz vítrea, praticamente inexistente nestas cerâmicas. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união, por ensaio de microtração e microscopia eletrônica de varredura, de um cimento resinoso (Panavia F; Kuraray CO, Japão) à superfície de cerâmica reforçada por Zircônia (VITA In Ceram Zircônia Y-TZP; VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Alemanha), variando o método de tratamento superficial da mesma: Gr1- Jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (Sistema Rocatec, 3M-ESPE); Gr2- Aplicação de filme vitrocerâmico por deposição de Vidro Bioativo (VBA). Três blocos pré-sinterizados da cerâmica In-Ceram Zircônia Y-TZP foram seccionados em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, EUA) produzindo espécimes com 5x6x6mm, que foram polidos em lixa de SiC até a granulação de 1200. Nas mesmas dimensões foram produzidos blocos da resina Filtek Z-350 (3M/ESPE), os quais foram cimentados com Panavia F nos blocos cerâmicos após os tratamentos: Gr1- jateamento com Al_2O_3 de 110 μ m, silicatização com sistema Rocatec (3M/ESPE) e silanização; Gr2- deposição do filme vitrocerâmico e silanização. Os blocos cimentados foram armazenados em solução salina (NaCl 0,9%) a 37°C durante 7 dias, sendo então fatiados em máquina de corte para produzir palitos com área adesiva de aproximadamente 0,6mm² e testados sob tração em máquina de ensaios universais (Kratos, São José dos Pinhais, PR) com velocidade constante de 0,5mm/min. As amostras fraturadas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura. Os dados coletados foram analisados pelo teste T de Student, demonstrando que o grupo 2 apresentou resistência de união (26,1 \pm 4,9) estatisticamente superior ao grupo 1 (13,3 \pm 6,8), com p=0,001. A análise em MEV demonstrou predominância de falhas adesivas entre o cimento e a cerâmica para o grupo 1 e falhas adesivas, mistas e coesivas no grupo 2. A resistência adesiva a microtração mediante aplicação do filme vitrocerâmico é estatisticamente superior ao uso do método de silicatização Rocatec, estando este fato correlacionado a melhor interação química mediada pelo processo de silanização comum na superfície da Zircônia modificada pelo filme vitrocerâmico. A aplicação do filme parece ser eficiente, devendo ser mais profundamente pesquisada para resultados definitivos.

Palavras-Chave: Y-TZP, Vitrocerâmica, tratamento de superfície, resistência união, microscopia eletrônica de varredura

ABSTRACT

Mattiello RDL. Evaluation of bond strength of a resin cement to ceramic film deposited on a surface Y-TZP.

Campo Grande; 2010. [Dissertação – Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento da região Centro-Oeste].

The use of Y-TZP for dental ceramics strengthening has expanded significantly its mechanical properties, allowing its use in various clinical situations such as intraradicular, crowns, fixed partial dentures and implants. With the development of these new ceramic systems the use of traditional methods for surface treatment have been observed to be ineffective since its action occurs on the glassy matrix, nearly non-existent in these ceramics. The objective of this study was to evaluate the bond strength, through a microtensile bond strength test and scanning electron microscopy, of a dual resin cement (Panavia F, Kuraray Co, Japan) of a Zirconia reinforced ceramic (VITA In Ceram Zirconia Y-TZP; VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Germany), varying the surface treatment method: 1 - Application of ceramic film deposition by Bioactive Glass (VBA), 2-sandblasting with particles of aluminum oxide coated with silica (Rocatec System, 3M-ESPE). Three blocks of pre-sintered ceramic In-Ceram Zirconia YZ were cut into a cutting machine (Isomet 1000, Buehler, USA) producing specimens with 5x6x6mm, which were polished until #1200SiC paper. Composite resin blocks of Filtek Z-350 (3M/ESPE), at the same size, were produced and cemented with Panavia F after the following ceramic treatments: 1 - blasting with 110 μ m Al₂O₃, with silica system Rocatec (3M/ESPE) and silanization; 2 - deposition of ceramic film and silanization. The cemented blocks were stored in saline (NaCl 0.9%) at 37°C for 7 days and then sliced in the cutting machine to produce sticks with an adhesive area of approximately 0.6mm² and tested under tension in a universal testing machine (Kratos, São José dos, PR) with a crosshead speed of 0.5mm/min. Fractured samples were gold sputter coated and analyzed by scanning electron microscopy. Collected data were analyzed by T-Student test, showing that group 2 showed bond strength (26.1 \pm 4.9) significantly higher than control group 1 (13.3 \pm 6.8), p=0.001. SEM analysis showed the predominance of adhesive fractures and cohesive in the cement for the control group and mixed fractures and cohesive in the cement and resin block. The microtensile bond strength to the ceramic film is statistically superior to the method of silicatization by Rocatec, and this fact is correlated with better chemical interaction mediated by the process of silanization at the surface of zirconia modified by ceramic film. The application of film seems to be efficient and should be further investigated for final results.

Keywords: Y-TZP, Vitroceramic, surface treatment, bond strength, scanning electron microscopy

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Ciclo de sinterização da cerâmica In-Ceram Zircônia 45

Tabela 2 - Médias, desvio padrão e categorias estatísticas pelo teste-T de Student para Resistência Adesiva (MPa)..... 56

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Placas de In Ceram Zircônia Y-TZP confeccionadas.....	42
Figura 2 - Aplicação do filme de VBA.....	44
Figura 3 - A- Bloco cerâmico pré-sinterizado; B- Corte do bloco original em blocos menores; C- Blocos com dimensões 5x6x6mm após corte; D-Forno ZYrcomat para sinterização da cerâmica; E- blocos cerâmicos após sinterização final.....	45
Figura 4 - Molde em silicona para duplicação dos blocos cerâmicos (seta branca) em resina composta (seta preta), e blocos duplicados.....	46
Figura 5 - Deposição do filme de VBA na superfície do bloco cerâmico.....	47
Figura 6 - Secção das amostras e palito pronto para teste de resistência adesiva à microtração.....	48
Figura 7 - Teste dos corpos de prova em máquina de ensaios universais.....	49
Figura 8 - Superfície das amostras tratadas com 0,5g/10ml VBA a 1200°C.....	52
Figura 9 - Região Central indicando os pontos onde foram feitas medidas em EDX no filme de VBA a 1200°C.....	52
Figura 10 - Resultados do EDX para a presença de cálcio, silício e zircônio em proporções distintas conforme a distância do substrato.....	53
Figura 11 - Superfície das amostras tratadas com 0,5g/10ml VBA a 1400°C.	54
Figura 12 - Região Central indicando os pontos onde foram feitas medidas em EDX no filme de VBA a 1400°C.....	54
Figura 13 - Resultados do EDX para a presença de cálcio, silício e zircônio em proporções distintas conforme a distância do substrato.....	55
Figura 14 - Médias da Resistência Adesiva (MPa) para os grupos controle e experimental comparadas pelo teste-T de Student (p=0,001).....	57
Figura 15 - Região fraturada dos palitos do grupo controle.....	58
Figura 16 - Região fraturada dos palitos do grupo experimental.....	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

EUA	Estados Unidos da América
HCl	Ácido Clorídrico
HF	Ácido hidrófluorídrico
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MCT-CNPq	Ministério da Ciência e Tecnologia – Conselho Nacional de Pesquisa
UFMS	Universidade Federal do Mato Grosso do Sul
USA	Estados Unidos da América
ZPEI	zircônia parcialmente estabilizada por ítrio
MDP	Monômeros fosfatados
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio
TC	Ciclagem térmica (termociclagem)
Tab.	Tabela
EDX	Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X
SIE	Selective Infiltration Etching – Técnica de condicionamento e infiltração seletiva
CAD-CAM	Computer Aided Design/Computed Aided Manufactured, Projeto Assistido por Computador/ Fabricação Assistida por Computador. Sistema computadorizado de produção de cerâmica

LISTA DE SÍMBOLOS

x	Amplitude (número de aumento)
μm	Unidade de comprimento (micrometro)
$^{\circ}\text{C}$	Unidade de temperatura (graus Celsius)
$^{\circ}$	Unidade de angulação (graus)
mm	Unidade de comprimento (milímetro)
mm^2	Unidade de área (milímetro quadrado)
mm/min	Unidade de velocidade (milímetro por minuto)
min	Minutos
MPa	Unidade de resistência em geral – força / área (Mega Paschoal)
nm	Unidade de comprimento (nanômetro)
N	Unidade de força - carga aplicada (Newton)
N=	Número de amostras por grupo
kgf	Unidade de força – carga aplicada (quilograma força)
KN	Unidade de força - carga aplicada (quilonewton)
α	Nível de confiabilidade
%	Porcentagem
\pm	Mais ou menos
N ^o	Número
p	Probabilidade
s	Segundos
Fig.	Figura
h	Horas

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	23
2.1 Tratamentos de superfície em cerâmicas reforçadas	23
2.2 Teste de Resistência de união por microtração	37
3 OBJETIVOS	40
4 MATERIAL E MÉTODO	42
4.1 Estudo Piloto	42
4.1.1 Preparo do Substrato.....	42
4.1.2 Preparo da Suspensão.....	43
4.1.3 Aplicação dos Filmes.....	43
4.1.4 Mapeamento dos elementos de superfície.....	44
4.1.5 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura.....	44
4.2 Estudo Principal	44
4.2.1 Confeção dos corpos-de-prova.....	44
4.2.2 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura.....	49
4.2.3 Delineamento Estatístico.....	49
5 RESULTADOS	51
5.1 Estudo Piloto	51
5.2 Estudo Principal	55
5.2.1 Resistência adesiva à microtração	56
5.2.2 Microscopias Eletrônicas de Varredura.....	57
6 DISCUSSÃO	62
7 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	72
ANEXOS	79

1. INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O procedimento restaurador adesivo tem por objetivo associar as propriedades do material restaurador em uso, em razão da união química à estrutura dental, aproximando-se das condições ideais em termos funcionais e estéticos. Neste sentido, o desenvolvimento de técnicas que facilitem o processo adesivo dos materiais cerâmicos está em constante desenvolvimento (BLATZ *et al.*,2003; SOARES *et al.*,2005).

A união químico-mecânica aumenta consideravelmente a retenção e estabilidade da restauração ao preparo cavitário (BLATZ *et al.*,2003), sendo a efetividade deste procedimento restaurador diretamente relacionado ao tipo de cimento (OYAGUE *et al.*,2009a), e ao modo de preparo dos substratos (dentina/esmalte e superfície interna do material restaurador, e.g. cerâmica, compósito, etc) que serão submetidos à adesão (PAMEIJER *et al.*,1996). Dentre os materiais para fixação, o cimento resinoso tem proporcionado maior resistência às restaurações indiretas em cerâmica ou resina (BURKE,1999), sendo capaz de melhor distribuir as tensões geradas e, principalmente, pela união adesiva aos substratos possibilitando que o conjunto dente-cimento-restauração funcionem sob esforços mecânicos como corpo único (BURKE,1999; SOARES *et al.*,2005). Os cimentos resinosos são recomendados para todos os tipos de restaurações cerâmicas assegurando relativo sucesso clínico (BLATZ *et al.*,2003; SOARES *et al.*,2005), o qual depende, em longo prazo, do tipo do cimento resinoso (composição e técnica de uso), sua resistência químico-mecânica e durabilidade de adesão (OYAGUE *et al.*,2009b), além de outros fatores, tais como resistência do material restaurador, adaptação da restauração, e quantidade de remanescente dental (SEN *et al.*,2000). Por estes, além de outros motivos, é fundamental que a cerâmica esteja consistentemente aderida ao esmalte e à dentina (CAVALCANTI *et al.*,2009), prevenindo fraturas, descoloração marginal e cárie secundária.

Para que se alcance adequada resistência adesiva no uso dos cimentos resinosos em conjunto com sistemas cerâmicos, o tratamento superficial das restaurações é tido como essencial (DELLA BONA *et al.*,2007a; OYAGUE *et al.*,2009a). Esse tratamento superficial destina-se a dois propósitos fundamentais que podem ocorrer simultânea ou separadamente, dependendo do procedimento

adotado: criar microrretenções superficiais que serão infiltradas pelo cimento resinoso criando uma retenção do tipo micromecânica (BORGES *et al.*,2003), e ampliar a reatividade química da superfície com os produtos a serem aplicados para adesão química (BLATZ *et al.*,2003). Diversos métodos de tratamento superficial cerâmico têm sido relatados, destacando-se como mais comuns o condicionamento com ácido fluorídrico, silanização, jateamento com óxido de alumínio, jateamento com partículas diamantadas e jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica (BLATZ *et al.*,2003). É importante e fundamental que o tratamento superficial selecionado seja coerente com o sistema cerâmico empregado, pois deve ocorrer uma concordância entre a composição/microestrutura do material restaurador e a técnica de tratamento de superfície.

O desenvolvimento de novas cerâmicas baseadas em reforço com diferentes óxidos tem sido uma realidade, sendo cada vez mais utilizadas clinicamente (JANDA *et al.*,2003). O uso do trióxido de alumínio (Al_2O_3 - Alumina) e do dióxido de zircônio (ZrO_2) na composição das cerâmicas ampliou significativamente suas propriedades mecânicas, possibilitando o uso em diversas situações clínicas tais como pinos intra-radulares, coroas, próteses parciais fixas, implantes, etc... (HEIKKINEN *et al.*,2007). Com o desenvolvimento dos sistemas cerâmicos cristalinos a ação do condicionamento com ácido hidrófluorídrico tem sido posta em debate, visto que sua ação ocorre pela dissolução parcial da matriz vítrea (praticamente inexistente nestas cerâmicas), criando microrretenções e aumentando a energia de superfície que favorece a união química aos cimentos resinosos por meio do uso dos silanos (SOARES *et al.*,2005). O uso do condicionamento com ácido hidrófluorídrico em sistemas cerâmicos com alto conteúdo de alumina (Al_2O_3) ou zircônia nada altera em relação à rugosidade superficial na região condicionada (BORGES *et al.*,2003);(DELLA BONA *et al.*,2007b) e por isso não possibilita aumento da resistência adesiva (KERN e THOMPSON,1995; BLATZ *et al.*,2003; DELLA BONA *et al.*,2007a). Deste modo, outros métodos devem ser buscados para que se crie uma efetiva aspereza superficial. Embora no estudo de Cavalcanti *et al.* (2009) a seguinte afirmação deva ser tomada ao contrário, na maioria dos estudos o jateamento com óxido de alumínio dos materiais cerâmicos vem apresentando resultados insatisfatórios ao ser empregado com cimentos resinosos convencionais. Mediante a possibilidade de tornar as superfícies das cerâmicas reforçadas mais reativas à interação adesiva, os métodos de silicatização superficial têm ganhado

foco nas pesquisas. Em 1984 foi lançado o primeiro sistema de silicatização superficial (Silicoater), baseado na incidência de uma chama do gás butano contendo óxidos de silício que são então depositados na superfície “queimada” (JANDA *et al.*,2003). Posteriormente, em 1989 foi lançado o sistema laboratorial ROCATEC que realizava a silicatização de superfícies metálicas pelo jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, passando posteriormente a ser empregado em cerâmicas (KERN e THOMPSON, 1994). Este revestimento de sílica fica aderido à cerâmica jateada, produzindo melhoria na interação química adesiva (BLATZ *et al.*,2003; SOARES *et al.*,2005; AMARAL *et al.*,2006). Vários outros sistemas foram idealizados para estes propósitos, como a caneta Pyrosil (JANDA *et al.*,2003), o sistema COJET (SOARES *et al.*,2005) e outros. Em adição aos processos de silicatização, o desenvolvimento de novos monômeros resinosos que pudessem interagir melhor com a superfície de óxidos metálicos culminou com a performance melhorada dos cimentos contendo MDP (10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato) na resistência de união ao substrato de zircônia (KERN e WEGNER,1998; WOLFART *et al.*,2007; AMARAL *et al.*,2008; OYAGUE *et al.*,2009 a,b). Entretanto, pelo fato de poucos cimentos resinosos possuírem este monômero em sua composição, e nenhum estudo clínico controlado aleatorizado ter comprovado sua eficiência e eficácia, diversas pesquisas têm buscado novos métodos para tratamento superficial das cerâmicas densamente reforçadas.

As cerâmicas vítreas foram idealizadas inicialmente a partir do desenvolvimento dos vidros bioativos destinados a interações biológicas eficazes, sendo que sua interação com metais ou cerâmicas reforçadas foi aperfeiçoada com o tempo. Atualmente diversos tipos de cerâmicas vítreas, baseadas em vidros bioativos, estão disponíveis no mercado, sendo que a união com os óxidos de zircônio possibilita seu uso como cerâmica de recobrimento (HOLAND *et al.*,2006). Até o presente momento nenhum estudo foi realizado para promover o uso desses vidros bioativos na união da cerâmica reforçada com zircônia ao cimento resinoso. Apesar disto, pelo princípio do condicionamento e infiltração seletivos (*selective infiltration etching - SIE*) diferentes substâncias foram colocadas na superfície de cerâmica a base de zircônia, promovendo poros em escala nanométrica e rugosidade aumentada (CASUCCI *et al.*,2009), os quais permitiram a infiltração de cimento resinoso e resistência de união alta e durável (ABOUSHLIB *et al.*,2007,2008). Ao trabalhar com metodologia semelhante, Casucci *et al.* (2009)

demonstrou rugosidade superficial aumentada para o método SIE e também para o uso de condicionamento com ácido clorídrico aquecido, o que poderia ampliar a resistência adesiva por retenção micromecânica.

Os métodos normalmente empregados para avaliar resistência adesiva são os ensaios de tração e cisalhamento. Os testes de cisalhamento são menos confiáveis que os testes de tração quando se objetiva avaliar a resistência da interface adesiva (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995). Os testes de cisalhamento são norteados pela resistência coesiva do material de base, neste caso, cerâmica, sendo este fato um resultado inerente à geometria do ensaio. Em seu estudo, Della Bona e van Noort (1995) afirmam ainda que os resultados obtidos nos testes de cisalhamento são relacionados à resistência do material de base em suportar as tensões geradas, e não em função da resistência da interface adesiva. Em contrapartida, os testes de tração tendem a produzir fraturas na interface adesiva, gerando dados mais representativos em relação à área adesiva, do que em função do material de base. A metodologia de microtração, uma variação do teste de tração, desenvolvida por Sano *et al.* (1994) facilita a verificação da real magnitude da resistência e principalmente caracteriza de forma mais precisa o padrão de fratura, pois limita a ação das forças de tração em uma pequena área da interface adesiva.

Considerando fundamental a capacidade de gerar restaurações indiretas corretamente fixadas, e uma vez que não existem maiores informações a respeito da aplicação de vidro bioativo como tratamento de superfície das cerâmicas densamente reforçadas por zircônia, seria conveniente verificar a resistência adesiva de um cimento resinoso à mesma variando os tratamentos de superfície.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Tratamentos de superfície em cerâmicas reforçadas.

De acordo com Kern e Thompson (1994), a perda de volume de cerâmica através do jateamento (110 µm, 2,5 bars, 14s) realizado pelos sistemas Rocatec e Silicoater MD é 36 vezes menor para o In-Ceram, se comparado com a cerâmica IPS Empress (Ivoclar). Após a cobertura com o sistema Rocatec, uma camada de partículas de sílica permanece na superfície da cerâmica, elevando consideravelmente o conteúdo de sílica, em peso. O tratamento com o sistema Silicoater MD promove um menor conteúdo de sílica em comparação com o sistema Rocatec e a camada de sílica formada por esses sistemas é diferente, tanto morfológica quanto em espessura, o que pode resultar em diferentes valores de resistência de união. A deposição de sílica, também chamada de “silicatização”, com o sistema Rocatec aumenta efetivamente o conteúdo superficial de sílica (InCeram), promovendo uma base para os silanos aumentarem clinicamente a adesão dos cimentos resinosos.

Kern e Thompson (1995) realizaram um estudo para avaliar a resistência à tração entre a cerâmica aluminizada infiltrada de vidro In-Ceram® (Vita) e cimentos resinosos, com a confecção de blocos da cerâmica nos quais foram realizados diferentes tratamentos de superfície, como o microjateamento com óxido de alumínio de 110 µm, sistema Rocatec® (Espe), ácido sulfúrico 70% por 120s, associado com os cimentos resinosos Panavia EX® (Kuraray) ou Microfil-Pontic® (Heraeus-Kulzer). Os autores constataram que as amostras microjateadas e cimentadas com o cimento resinoso Panavia EX®, que apresenta monômeros fosfatados, obtiveram os maiores valores de resistência de união, sendo estáveis diante da termociclagem realizada. Das amostras unidas com o cimento resinoso Microfil-Pontic®, aquelas silicatizadas com o sistema Rocatec® apresentaram maiores valores de resistência de união e o tratamento com ácido sulfúrico a 70% não promoveu união estável.

Isidor *et al.* (1995) avaliaram a resistência de união entre cimentos resinosos e a cerâmica In-Ceram submetida a diferentes tratamentos. Pelo teste de tração, concluíram que a resistência de união obtida com a cerâmica In-Ceram associada

com Silicoater MD/ Twinlook, ou com microjateamento com Al_2O_3 / Panavia EX, foi similar à resistência adesiva conseguida com porcelanas feldspáticas condicionadas com ácido fluorídrico e agente silano.

Kern e Wegner (1998) observaram os piores resultados de resistência adesiva quando cerâmicas de zircônia estabilizada por Ítrio (ZPEI) foram somente jateadas previamente à cimentação adesiva, sendo que após 150 dias de imersão em água e 37.500 termociclos (entre 5 e 55°C) todas as amostras descolaram espontaneamente. Ao mesmo tempo uma série de outros autores, observaram baixos valores de resistência adesiva imediata ou após (3,14-17 dias). Entretanto, quando empregado o jateamento associado a um cimento contendo monômero fosfatado, os resultados passam a ser bem melhores, com alta resistência adesiva mantida inclusive após termociclagens diversas (3, 14, 15, 17-19 dias). Tal fato demonstra que a associação entre adesão química e micromecânica parece ser a mais vantajosa para as cerâmicas ZPEI.

Em 1999, Burke relatou que os estudos laboratoriais e dados preliminares clínicos têm demonstrado resistência à fratura satisfatória de todas as coroas de cerâmica colocadas através de cimentação adesiva. Portanto este estudo teve a intenção de investigar a resistência à fratura de coroas em uma cerâmica reforçada com leucita quando cimentadas adesivamente com cimento resinoso dual e comparar com a resistência à fratura de coroas de porcelana feldspática. Preparos cavitários padronizados foram realizados em 10 pré-molares saudáveis, não restaurados onde a largura média buco-palatal não variava mais de 2,5%. As coroas cerâmicas (Fortaleza; Chameleon Dental, KS, E.U.) foram construídas, sendo sua superfície condicionada com ácido fluorídrico e cimentada com o sistema de cimentação Mirage FLC (Chameleon Dental, KS, E.U.). Os dentes restaurados foram carregados em compressão a 1 mm/min e uma carga de fratura média de 0,88 kN foi registrada. Não houve diferença significativa na resistência à fratura média de dentes restaurados usando a cerâmica reforçada com leucita e os dentes restaurados com porcelana feldspática, significando que a cimentação adesiva amplia a resistência da cerâmica feldspática, igualando a leucita.

No estudo de Madani *et al.* (2000) foram comparadas as resistências ao cisalhamento de amostras de cerâmicas In-Ceram e feldspática cimentadas após tratamento superficial e aplicação de agente de união silano. Os autores concluíram que o cimento Panavia 21, associado à silanização, é capaz de promover uma

eficiente adesão entre um bloco de níquel-cromo jateado e a superfície do In-Ceram tratada com ácido fluorídrico a 5% ou jateada com partículas de óxido de alumínio.

Sen *et al.* (2000) relataram que os métodos de tratamento de superfície convencionais, baseado em cerâmicas dentais feldspáticas (alto conteúdo de sílica), não são confiáveis para as cerâmicas infiltradas por vidro com alto teor de alumina (In-Ceram). Portanto fizeram um estudo para desenvolver um tratamento de superfície alternativo de modo a melhorar a interação entre a cerâmica e o cimento resinoso, por meio do jateamento com partículas de diamante, observando a eficácia deste tratamento. Os corpos de prova em In-Ceram foram preparados e divididos em dois grupos. Todos os espécimes foram jateados com Al_2O_3 e jateadas com partículas de diamante e duas resinas adesivas foram aplicadas. Após a colagem e armazenamento em condições úmidas, os valores de resistência ao cisalhamento foram medidos com uma máquina universal de ensaios. A rugosidade da superfície e as interfaces de fratura foram caracterizadas com um perfilômetro e MEV. A maior resistência de união foi obtida nas amostras jateadas com partículas de diamante (grupo II). A diferença entre os dois grupos de cimentos resinosos foi estatisticamente significativa. O cimento Panavia Ex apresentou maior resistência adesiva que o cimento Super-Bond®. Força maior esta foi atribuída à ligação entre o óxido metálico da cerâmica e o grupamento éster do cimento, e também às propriedades mecânicas do cimento Panavia-Ex (Kuraray, Japão).

Em uma revisão da literatura sobre adesão a cerâmicas, Blatz *et al.*(2003) relataram que materiais cerâmicos oferecem ótimas propriedades ópticas para restaurações altamente estéticas. A fragilidade inerente a alguns materiais cerâmicos, modalidades de tratamento específico, e certas situações clínicas exigem cimentação resinosa da restauração concluída em cerâmica às estruturas dentais, de modo a garantir longo prazo de sucesso clínico. Embora a adesão para cerâmicas a base de sílica seja bem pesquisada e documentada, poucos estudos *in vitro* sobre a adesão de cerâmicas de alta resistência foram identificados na literatura. Os dados disponíveis sugerem que a adesão a esses materiais é menos previsível e requer métodos de ligação substancialmente diferentes do que as cerâmicas a base de sílica. Outros estudos *in vitro*, bem como ensaios clínicos controlados, são necessários.

Borges *et al.* (2003) avaliaram o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico ou com jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) na

microestrutura de diferentes cerâmicas odontológicas. Após análise dos resultados, observaram que o jateamento com Al_2O_3 nas superfícies da In-Ceram Alumina® e In-Ceram Zircônia® não é capaz de modificar as características morfológicas dessas superfícies, deixando-as semelhantes à superfície das amostras que não receberam tratamento superficial algum. Nas cerâmicas vítreas, foi observado que dependendo do tipo de reforço e sua concentração o tempo de condicionamento com ácido hidrófluorídrico pode ser reduzido.

Janda *et al.* (2003) avaliaram um novo método de tratamento superficial com o objetivo de obter uma elevada resistência adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso. Este método foi chamado de PyrosilPen – Technology (SurA Instruments, Germany) que é basicamente composto por uma pequena caneta de mão com chama jateadora contendo uma mistura de gás butano e silano. As vantagens apontadas pelos autores são de facilidade de manuseio, menor susceptibilidade a alterações e melhor custo/benefício. As superfícies cerâmicas são atacadas por poucos segundos pela chama e após o ataque é aplicado uma solução de silano e posteriormente o cimento resinoso é aplicado e cimentado a resina composta. As cerâmicas testadas foram a Empress II®, InCeram Alumina®, InCeram Zircônia® e Frialit® e divididas em 3 grupos: (1) jateada com PyrosilPen durante 2,5s; (2) jateada com PyrosilPen durante 5s; (3) jateada com PyrosilPen durante 10s/cm². Depois de aplicado o silano e o cimento resinoso, os grupos foram termociclados 5000 vezes entre 5°C e 55°C. Os resultados da resistência adesiva mostraram o tempo de 5 segundos sendo o melhor tempo de tratamento. Contudo, concluíram que o PyrosilPen é um método de fácil aplicação e efetivo no tratamento superficial de cerâmicas de silicato, óxido de alumínio e de zircônia para se obter uma boa união entre a cerâmica e o cimento resinoso. Entretanto, parece recomendável o jateamento superficial antes do uso do PyrosilPen.

Michida *et al.* (2003) avaliaram a resistência à microtração entre o cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Japão) e a cerâmica In-Ceram Alumina® submetida a três tratamentos de superfície. Foram confeccionados 12 blocos cerâmicos. As superfícies foram polidas e os blocos foram divididos em três grupos conforme o tratamento de superfície. No primeiro grupo foi aplicado o microjateamento com partículas de óxido de alumínio durante 20 segundos. No segundo grupo foi utilizado o sistema Rocatec (3M/ESPE), onde a superfície foi microjateada com partículas de óxido de alumínio durante 20 segundos e com partículas revestidas com sílica de

110µm, e posteriormente foi feita a aplicação do silano. No terceiro grupo foi utilizado o Sistema Cojet (3M/ESPE), que se diferencia do sistema Rocatec apenas pelo tamanho das partículas de sílica (30µm), seguindo as mesmas normas operatórias. Após os testes de microtração realizados na máquina de ensaio universal (EMIC®) e avaliação dos resultados, os autores concluíram que a resistência de união dos grupos em que a cerâmica foi silicatizada pelos sistemas Rocatec ou Cojet foi maior que a resistência de união da cerâmica tratada somente por meio do jateamento com óxido de alumínio. Os autores ainda afirmam, pela análise dos modos de falha em estereomicroscópio, que 100% das falhas foram do tipo adesiva na interface cimento resinoso/cerâmica.

Saygili e Sahmali (2003) propuseram avaliar a resistência adesiva entre os cimentos resinosos Panavia F(Kuraray) e Clearfil SE Bond (Kuraray) e as cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e IPS Empress (Ivoclar), por meio do teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que, com o cimento Clearfil SE Bond, obtiveram-se os maiores valores de adesão, independentemente da cerâmica empregada. Os autores observaram também que a superfície das cerâmicas apresentou-se mais rugosa após o uso das pontas diamantadas e que mais baixos valores foram encontrados com o tratamento com ácido fluorídrico. Ainda, ressaltaram a importância da seleção criteriosa da técnica de tratamento da superfície associada ao agente de cimentação.

Em uma revisão da literatura sobre tratamentos superficiais para restaurações indiretas, Soares *et al.* (2005) relataram que a longevidade clínica de restaurações indiretas de cerâmica ou resinas compostas indiretas depende do seu tratamento bem sucedido e cimentação. A técnica de cimentação é determinada pelo tipo de material restaurador, cerâmica ou resinas compostas indiretas; assim, o seu tratamento de superfície deve ser realizado de acordo com suas composições em particular. O objetivo da revisão da literatura foi definir protocolos de tratamento de superfície de diferentes materiais restauradores estéticos indiretos. Uma pesquisa do banco de dados PubMed® foi conduzida para estudos *in vitro* referentes aos protocolos de tratamento mais comuns. Os artigos que descreveram, pelo menos, o procedimento de tratamento de superfície, os seus efeitos sobre a adesão, a sua relação com a composição do material, os aspectos clínicos e longevidade esperada foram selecionados. A pesquisa foi limitada a artigos revisados, publicados em língua Inglesa, entre 1965 e 2004 em revistas odontológicas. Jateamento, técnicas

de asperização, e agentes silano são os procedimentos mais comuns com melhores resultados. Os materiais restauradores variam consideravelmente em composição e requerem diferentes protocolos de cimentação adesiva.

Amaral *et al.* (2006) avaliaram o efeito de três métodos de condicionamento de superfície na resistência à microtração entre cimento resinoso Panavia F e a cerâmica In-Ceram Zircônia: (1) abrasão com alumina 110 μ m + silanização; (2) revestimento de sílica com partículas 110 μ m (Rocatec Pré e Plus, 3M ESPE) + silanização; (3) revestimento de sílica com partículas 30 μ m (Cojet, 3M ESPE) + silanização. Como resultado relataram que a silicatização, independentemente do sistema utilizado, seguida de silanização, promoveu um aumento significativo na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso em comparação ao jateamento com óxido de alumínio.

Atsu *et al.* (2006) compararam os efeitos da abrasão de partículas no ar, silanização, silicatização triboquímica, e uma combinação de agente adesivo/silano na resistência de união da cerâmica Cercon, a base de Óxido de zircônio, empregando o cimento resinoso com MDP, Panavia F. Sessenta cubos (5x5x1,5mm) de cerâmica de óxido de zircônio (Cercon) e cilindros de resina composta (Z-250) (3x3x3mm) foram preparados. As superfícies cerâmicas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio (Al₂O₃) de 125 μ m e, em seguida, divididos em 6 grupos (n = 10), que foram posteriormente tratados da seguinte forma: Grupo C, sem tratamento (controle); Grupo SIL, silanizada com um agente silano (Clearfil Porcelain Bond Activator); Grupo BSIL, aplicação do adesivo 10-di-Metacrilóiloxidecil monômero fosfato (MDP) e adesivo (Clearfil Liner Bond 2V / Porcelain Bond Activator); Grupo SC, revestimento de sílica usando partículas 30 μ m de Al₂O₃ modificadas por sílica (Cojet System); Grupo CNSIL, revestimento de sílica e silanização (Cojet System) e Grupo SCBSIL, revestimento com sílica, silanização e agente adesivo contendo MDP. As resistências de união (média \pm DP; em MPa) dos grupos foram as seguintes: Grupo C, 15,7 \pm 2,9; Grupo SIL, 16,5 \pm 3,4; Grupo BSIL, 18,8 \pm 2,8; Grupo SC, 21,6 \pm 3,6; Grupo CNSIL, 21,9 \pm 3,9 e Grupo SCBSIL, 22,9 \pm 3,1. A resistência ao cisalhamento foi significativamente maior no grupo SCBSIL que nos Grupos C, SIL, e BSIL (P<0,001), mas não diferiram significativamente dos grupos SC e CNSIL. Os modos de falha foram principalmente adesiva na interface entre a zircônia e o agente cimentante nos grupos C e SIL, e principalmente mista ou coesiva nos Grupos de SC, CNSIL e SCBSIL. Os autores concluíram que a

silicatização pelo método COJET e a aplicação de um agente adesivo contendo MDP aumentou a resistência ao cisalhamento entre cerâmica de óxido de zircônio e agente resinoso (Panavia F).

Matinnila *et al.* (2006) avaliaram comparativamente o efeito de três agentes silanos na resistência de união de uma resina a base de Bis-GMA sem carga e um cimento resinoso a base de dimetacrilato a uma cerâmica de zircônia AllZircon Procera (Nobel Biocare, Goteborg, Suécia). Seis blocos quadrados em forma de amostras de zircônia foram usados para cada grupo de teste, com um total de 72 exemplares. As amostras de cada grupo foram jateadas com partículas de alumina seguido por sílica triboquímica e silanização com soluções a 1% vol de 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane, 3-acryloyloxypropyltrimethoxysilane, ou 3-isocyanatopropyltriethoxysilane em uma mistura de etanol e água. Após os tratamentos blocos de resina composta foram cimentados usando uma resina Bis-GMA/MMA/DMAEMA ou um cimento resinoso comercial (RelyX ARC, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha). Todos os espécimes foram testados a seco e após termo-ciclos (6000, 5-55 °C, 30s). A resistência ao cisalhamento foi medida em uma máquina universal de ensaios (velocidade constante de 1 mm/min). Em condições secas, a maior resistência ao cisalhamento foi de 9,7 MPa ($\pm 3,3$ MPa), e após termociclagem de 7,4 MPa ($\pm 2,4$ MPa), com o cimento RelyX ARC® e aplicação do silano convencional 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane. Em geral, a termo-ciclagem diminuiu a resistência adesiva significativamente para a resina Bis-GMA (ANOVA, $p < 0,005$). A resina, cimento e silanos diferiram significativamente (ANOVA, $p < 0,005$). Todas as amostras silanizadas com 3-de-isocyanatopropyltriethoxysilane falharam durante a termociclagem. As falhas pré-teste foram, predominantemente, devido à falha adesiva. A união da resina experimental e cimento comercial à zircônia revestida por sílica é eficaz com 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane ou 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane, mas não com 3-isocyanatopropyltriethoxysilane.

Aboushelib *et al* (2007) desenvolveram o método de condicionamento e infiltração seletiva (*“selective infiltration etching”*) para uso nas cerâmicas ZPEI. Seu estudo avaliou a resistência de união de zircônia-resina, e sua durabilidade, usando uma técnica de condicionamento e infiltração seletiva. Discos de cerâmica ZPEI foram jateados com partículas de óxido de alumínio (110 μ m) e divididos em 4 grupos (n = 18). Um grupo teste recebeu técnica de condicionamento e infiltração seletiva,

sendo cimentado com Panavia F ®, e os três outros grupos foram cimentados com Panavia F 2.0 ®, RelyX ARC ®, e Bistite II DC ®. Os ensaios de resistência à microtração foram realizados imediatamente, após 1, 2 e 3 semanas e, após 1 mês de armazenamento em água. Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para examinar os palitos fraturados. Houve diferenças significativas nos valores iniciais (MPa) entre as 4 técnicas de colagem ($P < 0.001$). Espécimes colados com Panavia F 2.0, RelyX ARC, ou Bistite II DC resultou em uma média de 23,3; 33,4; 31,3 MPa, respectivamente, enquanto a maior resistência da união de $49,8 \pm 2,7$ MPa foi conseguida para a técnica de condicionamento e infiltração seletiva com Panavia F 2.0 ®. Para os materiais utilizados neste estudo e nas mesmas condições de teste, a técnica de condicionamento e infiltração seletiva foi considerada um método confiável para o estabelecimento de um vínculo forte e durável com materiais à base de zircônia.

O estudo do efeito do tratamento de superfície de restaurações de cerâmica pura infiltradas por vidro do sistema In-Ceram Zircônia também foi testado por Della Bona *et al.* (2007a), que avaliaram a hipótese de que o sistema de silicatização (Cojet, 3M-ESPE) produz valores maiores de resistência adesiva do que os demais tratamentos de superfície utilizados. Para testar tal hipótese foram confeccionados corpos-de-prova ($n = 60$) de cerâmica In-Ceram Zircônia. Os espécimes foram divididos em três grupos ($n = 20$), de acordo com o tratamento de superfície aplicado: I - ácido hidrófluídrico a 9,5% por 1 minuto; II - jateamento com óxido de alumínio 25 μm por 10s; III - silicatização por 10s. Em seguida, foram aplicados silano e adesivo a fim de cimentar um cilindro resinoso. As amostras foram submetidas a testes mecânicos (cisalhamento e tração), que revelaram, após análise estatística dos resultados, que o grupo III (silicatização) demonstrou aumento significativo na média de resistência adesiva em ambos os testes, confirmando a hipótese inicial.

Della Bona *et al.* (2007b) realizaram a avaliação da estrutura topográfica da cerâmica In-Ceram Zircônia ®. Foram confeccionadas amostras experimentais de cerâmica In-Ceram Zircônia submetidas a diversos testes quantitativos e qualitativos, como microestrutura, composição e propriedades físicas. Os corpos-de-prova foram analisados em quatro situações distintas: polimento somente, condicionamento da superfície com ácido fluorídrico a 9,5% por 90s, jateamento com partículas de óxido de alumínio com 25 μm por 15s e jateamento com partículas de óxido de alumínio

modificadas por sílica com partículas de 30 µm por 15s. Os resultados da análise de rugosidade superficial demonstraram que essa rugosidade é maior quando é utilizado a silicatização ou jateamento óxido de alumínio do que quando realizado polimento somente ou condicionamento com ácido fluorídrico. Assim demonstrou-se que a cerâmica IZ é ácido resistente e que o jateamento da superfície da cerâmica com partículas abrasivas pode melhorar o mecanismo de adesão dos cimentos resinosos. Concluíram também que o jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica proporcionou um aumento de 76% do conteúdo de silício em comparação ao polimento somente, o que poderia beneficiar a união química resina/cerâmica por meio do agente silano.

Observando que alumina e zircônia são inertes ao condicionamento convencional, Heikkinen *et al.* (2007) avaliaram o efeito da operação de pressão de ar do método de silicatização triboquímica na resistência ao cisalhamento da resina composta aos substratos cerâmicos. Alumina (Procera Alumina, Nobel Biocare) e zircônia (LAVA; 3M ESPE Zircônia e Procera, Nobel Biocare) foram jateados por partículas de Al₂O₃ revestidas por sílica (Cojet; 3M ESPE) usando as pressões de ar disponíveis clinicamente de 150, 220, 300 e 450 kPa. As superfícies foram silanizadas com agente silano (ESPE Sil; 3M ESPE) e revestido com adesivo (Scotchbond Multiuso, 3M ESPE). Incrementos de resina composta (Z250, 3M ESPE) foram adicionados sobre a cerâmica e fotoativadas por 40 s. Os corpos de prova (n = 18/grupo) foram termociclados (6000 x 5-55 °C) e a resistência ao cisalhamento foi medida com velocidade constante de 1,0 mm/min. As superfícies fraturadas foram analisadas com MEV, e uma análise elementar (EDX) foi realizada para determinar o teor de sílica na superfície do substrato. Os maiores valores de resistência foram obtidos com o pico de pressão. O teste de ANOVA mostrou diferenças significativas na resistência de união entre as cerâmicas (p<0,05) e entre as amostras tratadas em diferentes pressões de ar (p<0,05). Clinicamente, a pressão do ar de funcionamento dos aparelhos para silicatização pode ter um efeito significativo na resistência de união a cerâmicas não condicionáveis.

Matinlinna *et al.* (2007) avaliaram o efeito de dois agentes silano e suas misturas com um *cross-linker* sobre a resistência de união de um cimento a base de dimetacrilato à superfície de zircônia condicionada. Um total de 40 amostras de zircônia foi usado por 8 grupos de teste. Após abrasão com partículas de alumina, seguido por revestimento com sílica triboquímica, os espécimes foram divididos

aleatoriamente em quatro métodos de silanização: com 1,0% vol 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane ou 1,0% vol 3-mercaptopropyltrimethoxysilane ou suas misturas com 1,0% vol 1,2-bis-(trietoxissilil) etano (todos em etanol / água). O cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE) foi polimerizado sobre as amostras tratadas de zircônia (n = 10/grupo). Quatro grupos experimentais foram testados sem armazenamento de água e 4 termociclados em 6000 ciclos (5 a 55°C), com um tempo de permanência de 30s. A resistência ao cisalhamento do cimento à zircônia foi medida utilizando uma máquina universal de ensaios com velocidade constante de 1 mm/min. Microscopia eletrônica de varredura foi empregada para geração de imagens da superfície de zircônia, após condicionamento e testes. O modo de falha foi avaliado visualmente. A análise química de superfície foi realizada com o sistema EDXA. A maior resistência ao cisalhamento foi $21,9 \pm 8,7$ MPa, obtidos com uma mistura de 3-mercaptopropyltrimethoxysilane e 1,2-bis-(trietoxissilil) etano (armazenamento a seco) e $16,0 \pm 1,5$ MPa, com 3 - methacryloyloxypropyltrimethoxysilane (termociclado). A termociclagem diminuiu a resistência adesiva significativamente (ANOVA, $p < 0,01$), e os silanos diferiram significativamente ($p < 0,005$). Alguns espécimes sofreram descolamento espontâneo durante termociclagem. A adesão do cimento resinoso a zircônia revestida com sílica pode ser obtida com 1,0% vol 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane e com uma mistura de 1,0% vol 3-mercaptopropyltrimethoxysilane e 1,0% vol 1,2-bis-(trietoxissilil) etano, necessitando de maiores estudos para provar esses achados.

Wolfart *et al.* (2007) avaliaram *in vitro* a resistência e a durabilidade adesiva de dois cimentos resinosos com uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio (Cercon Degudent, Hanau, Germany) após diferentes tratamentos de superfície. Concluíram que a resistência adesiva foi influenciada em ambos os diferentes métodos de condicionamento de superfície e as condições de armazenamento. Os espécimes jateados e cimentados com cimento resinoso contendo MDP (Panavia F®) mostraram as maiores resistências adesivas. Uma pequena diminuição da resistência adesiva foi observada acima de 150 dias de armazenagem e ciclos térmicos, porém, sem relevância estatística. O grupo éster fosfatado do monômero adesivo MDP une diretamente aos óxidos metálicos, portanto, sugerem uma união química entre MDP e os óxidos de alumínio e zircônia. De acordo com o estudo, esses achados indicam que não somente a limpeza, mas a asperização e a ativação

da superfície com o jateamento de partículas de óxido de alumínio previamente à união adesiva e o uso do cimento resinoso contendo MDP é necessário para se conseguir uma durável união das cerâmicas de zircônia densamente sinterizadas.

Aboushelib *et al.* (2008) avaliaram a resistência adesiva da interface resina/zircônia usando um tratamento superficial infiltrativo seletivo (SIE) e 5 novos agentes de ligação silano. Foram confeccionados discos de zircônia (Procera Zircônia, NobelBiocare, Goteborg, Sweden) e estes foram divididos em 2 grupos testes, em um deles usou-se a cerâmica controle sem tratamento e o outro que recebeu o SIE, que consiste no jateamento com óxidos inorgânicos. Após lavados e secos foram aplicados 5 diferentes tipos de agente silano de diferentes composições. Discos de resina composta (Tetric Ivo Ceram) foram cimentados aos discos com superfície tratada usando o cimento contendo MDP fosfato (Panavia F). Os blocos foram cortados em barras e submetidos a teste de tração. A análise dos dados revelou uma diferença significativa entre os dois tipos de tratamento superficial, os 5 tipos de agente silano e também da interação entre o tratamento superficial e o silano utilizado, sendo o grupo controle o de pior resistência adesiva. O microscópio eletrônico de varredura revelou que o tratamento superficial infiltrativo seletivo resultou na criação de uma superfície altamente retentiva e capaz de se aderir com o adesivo escolhido. Além da modificação superficial, a SIE modificou quimicamente a superfície da zircônia, deixando-a mais reativa para a aplicação do silano. A SIE resultou na criação de uma retenção nano-mecânica, resumem os autores.

Amaral *et al.* (2008) avaliaram a durabilidade da resistência de união entre um cimento resinoso e cerâmica aluminizada submetida a diferentes métodos de condicionamento da superfície. Vinte e quatro blocos ($5 \times 5 \times 4 \text{ mm}^3$) de uma cerâmica de alumina-zircônia infiltrada por vidro (In - Ceram Zircônia Classic ®) foram divididos aleatoriamente em três grupos de tratamento de superfície: ST1 – jateamento com partículas de Al_2O_3 $110\mu\text{m}$ + silanização; ST2- método laboratorial de revestimento triboquímico de sílica (Al_2O_3 - $110\mu\text{m}$, e Al_2O_3 - $110\mu\text{m}$ revestido por sílica) (Rocatec) + silanização; ST3- método clínico de revestimento triboquímico de sílica ($30\mu\text{m}$ -SiOx) (Cojet) + silanização. Cada bloco tratado de cerâmica foi colocado em um molde de silicone com a superfície tratada exposta. O cimento resinoso (Panavia F) foi preparado e injetado no molde sobre a superfície tratada. Os espécimes foram seccionados para obter amostras em forma de palito (N=14 /

bloco), que foram divididos aleatoriamente em duas condições: (a) Teste de microtração a seco após o corte, (b) A ciclagem térmica (TC) - (6,000x5-55°C) e armazenamento de água (150 dias). Assim, seis grupos experimentais foram obtidos (n = 50): GR1-ST1 + seca; Gr2-ST1 + TC; Gr3 ST2 + seca; Gr4 ST2 + TC; Gr5-ST3 + seca; GR6 - ST3 + TC. Após o teste de microtração, os tipos de falha foram anotados. Os grupos ST2 (25,1 ± 11) e ST3 (24,1±7,4) apresentou resistência de união estatisticamente superior (MPa) do que o ST1 (17,5±8), independentemente das condições de envelhecimento (p<0,0001). Enquanto Gr2 revelou os resultados mais baixos (13,3±6,4), os outros grupos (21,7±7.4-25. 9±9,1) mostraram-se estatisticamente sem diferenças significativas. A maioria das falhas foram mistas (82%) seguido por falhas adesivas (18%). Gr2 apresentaram incidência significativamente maior de falha adesiva (54%) do que nos outros grupos (p = 0,0001). Ambas as técnicas de revestimento por sílica mais silanização mostraram resistência de união duradoura. Após o envelhecimento, o jateamento com Al₂O₃-110µm + silanização apresentou o maior decréscimo. Os resultados do estudo demonstraram que os sistemas Rocatec e Cojet não diferem estatisticamente entre si, porém demonstraram resultados superiores ao microjateamento com Al₂O₃.

Cavalcanti *et al.* (2009) avaliaram a influência dos tratamentos de superfície e de *primers* metálicos na resistência adesiva de cimentos resinosos à zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (ZPEI) (Cercon Smart Ceramics, Degudent, Hanau, Germany). Duzentos e quarenta placas de cerâmica ZPEI foram divididos aleatoriamente em 24 grupos (n = 10) de acordo com a combinação do tratamento de superfície (controle, abrasão com partículas de Al₂O₃, Er: YAG), *primer* para metal (nenhum, Alloy Primer®, Metal Primer II ou Metaltite®) e cimento resinoso (Calibra [Bis-GMA] ou Panavia F2.0 [MDP]). Fragmentos de dentina (0,8 mm de diâmetro) foram fixados nas superfícies cerâmicas com os cimentos resinosos. Micro-cisalhamento foi realizado com 1mm/min de velocidade até a falha, e as superfícies cerâmicas foram analisadas após descolagem. Mudanças na topografia após tratamentos de superfície foram avaliadas com microscopia eletrônica de varredura. Os tratamentos de superfície alteraram significativamente a topografia da cerâmica ZPEI. Abrasão do ar resultou em aumento da resistência de união para ambos os cimentos resinosos. No entanto, o uso do *laser* ou jateamento resultou em maior resistência de união com o cimento a base de Bis-GMA do que com o cimento a base de MDP. Ambos os cimentos apresentaram comportamento semelhante em

superfícies sem tratamento. Os três *primers* para metal aumentaram significativamente a resistência de união, independentemente do tratamento de superfície e do cimento. Falhas adesivas foram as mais prevalentes. Abrasão a ar com partículas de Al_2O_3 e aplicação de *primers* metálicos gera maior resistência de união a ZPEI para ambos os cimentos resinosos.

Para avaliar o efeito de diferentes tratamentos químico-mecânicos na superfície de cerâmica de zircônia, Casucci *et al.* (2009) estabeleceram 4 grupos experimentais (1) abrasão com partículas Al_2O_3 com 125 μm ; (2) condicionamento ácido com HF 9,5%; (3) técnica de condicionamento e infiltração seletiva, (4) solução quente com HCl experimental aplicada por 10, 30 e 60min; (5) nenhum tratamento. Superfícies de discos de cerâmica foram analisadas por microscopia de força atômica, registrando-se medições da rugosidade média da superfície do substrato. Os dados foram analisados estatisticamente pelo teste de Kruskal-Wallis, análise de variância e teste de Mann-Whitney. Como resultado, os tratamentos de superfície de cerâmica influenciaram significativamente a topografia e rugosidade da superfície ($p < 0,001$). O condicionamento da zircônia com a solução quente experimental de HCl, e a técnica de SIE aumentaram a rugosidade de cerâmica e puderam melhorar a área de superfície disponível para adesão permitindo a formação de retenção micromecânica.

Oyague *et al.* (2009a) em um estudo *in vitro*, avaliaram o efeito do condicionamento superficial sobre a resistência adesiva de uma cerâmica de óxido de zircônia a um cimento resinoso dual e também a mudança da topografia de superfície e rugosidade superficial promovida pelos diferentes tratamentos. Dezoito blocos da cerâmica de óxido de zircônia (Cercon Zircônia, Dentsply) foram divididos em 3 grupos: (1) jateamento com partículas de óxido de alumínio de 125 μm ; (2) jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica de 50 μm ; (3) sem tratamento superficial. Cada cilindro cerâmico foi moldado com silicona e duplicado em resina composta Tetric Evo Ceram (Ivoclar-Vivadent). Os cilindros de resina composta foram cimentados com os cilindros condicionados usando os seguintes cimentos (1) Calibra (Dentsply); (2) Clearfil Esthetic Cement (Kuraray); (3) Rely X Unicem (3M ESPE). Após 24 horas, as espécimes foram cortadas e testadas sua resistência adesiva em máquina de ensaio universal até sua ruptura. Após análise dos dados, os autores concluíram que o jateamento produziu irregularidades superficiais significantes na superfície da zircônia, e que a resistência adesiva do

cimento Clearfil foi significativamente superior que o Rely X Unicem e o Calibra, independentemente do tratamento superficial. Portanto, a resistência adesiva foi influenciada pelo agente cimentante e não pelo tratamento superficial. Quando usado o Calibra, falhas prematuras ocorreram no grupo sem tratamento e no jateado por partículas de sílica. Com isso, os autores concluíram que o cimento Clearfil Esthetic cement parece ser o mais adaptado para a adesão a superfícies da cerâmica de zircônia e não requer qualquer tratamento superficial antes da cimentação. Entretanto, a durabilidade dessa união ainda precisa ser investigada e avaliada.

Em outro estudo *in vitro* de Oyague *et al.* (2009b), com o objetivo de se estudar a durabilidade da união de uma cerâmica Cercon Zircônia (Dentsply, Germany) cimentada com diferentes tipos de cimentos e tratamentos superficiais, após armazenamento em água, dezoito blocos de zircônia foram divididos aleatoriamente em 3 grupos: (1) sem tratamento superficial; (2) jateamento com alumina com partículas de 125 µm; (3) jateamento com alumina modificada por sílica 50µm. Esses grupos foram cimentados a discos de resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent) com os seguintes cimentos: (1) Clearfil Esthetic Cement (CEC, Kuraray); (2) Rely X Unicem (RXU, 3M ESPE); (3) Calibra (CAL, Dentsply). Os blocos cimentados foram testados em microtração, após 24 horas e 6 meses de armazenamento em água destilada a 37°C. Os resultados mostraram que após 24 horas a resistência adesiva do CEC foi significativamente maior que a do RXU e CAL, independentemente do tratamento superficial da cerâmica. Após 6 meses de armazenamento em água, a resistência adesiva do CEC decresceu significativamente e o RXU não alterou sua resistência adesiva com o decorrer do tempo de armazenagem. Concluíram então que a longevidade da união da interface resina-cerâmica depende da seleção do cimento associado ao tratamento superficial da cerâmica. CEC e RXU foram ambas indicadas para a cimentação de cerâmicas de zircônia, sendo o armazenamento em água uma parte importante na degradação da união cimento resinoso-cerâmica.

Piasek *et al.* (2009) objetivaram desenvolver um método prático para modificar quimicamente a superfície dental de uma cerâmica de alta resistência (zircônia) a fim de facilitar ou tornar viável, ligação adesiva utilizando silanos disponíveis comercialmente e cimentos resinosos. Esse trabalho teve foco em uma nova abordagem para tornar funcional a superfície de zircônia com uma camada de

óxido de sílica que promovesse a ligação química com silanos tradicionais. Blocos pré-sinterizados de zircônia e leucita (ZirCAD e PROCAD, Ivoclar – Vivadent) foram aderidos a um bloco de resina composta de dimensões semelhantes utilizando técnicas padrão projetadas para materiais que contenham sílica (silano e cimento resinoso). Os blocos de zircônia foram tratados com tetracloreto de sílica (SiCl_4) por deposição a vapor sob duas condições diferentes antes da colagem. Palitos para microtração foram preparados e submetidos a forças de tração a uma velocidade de 1mm/min e microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para analisar superfícies de fratura e determinar o modo de falha: coesiva (parcial ou completa falta de coesão dentro do composto) ou falha adesiva (parcial ou falha adesiva completa). Os resultados dos testes de microtração revelaram que zircônia com camada fina de 2.6 nm de óxido de sílica foi semelhante em resistência ao grupo de porcelana feldspática (controle). A análise do modo de falha dos grupos indicaram maiores percentagens de falhas em compósitos. Os outros grupos testados apresentaram os menores valores de resistência e características de falha adesiva. Os resultados deste trabalho suportam o uso de um gás-cloro-silano na fase de pré-tratamento para depositar uma ultra-fina camada de sílica que pode melhorar a adesão a zircônia usando silanização e técnicas de cimentação tradicionais. Essa tecnologia pode ter impacto clínico nos materiais odontológicos de alta resistência como são usados hoje.

2.2 Teste de Resistência de união por microtração

Em 1994, Sano *et al.* desenvolveram o teste de resistência de união por microtração. O objetivo de seu estudo foi testar a hipótese nula de que não havia relação entre a superfície da dentina e a resistência de união, à tração, de materiais adesivos. O esmalte foi removido da superfície oclusal de terceiros molares humanos extraídos, e toda a superfície plana foi coberto com resina composta unida por técnica adesiva. Vinte e quatro horas depois, os espécimes foram seccionados paralelamente, em 10-20 seções finas cuja parte superior era composta de resina composta com a metade inferior em dentina. Essas fatias foram aparadas com uma

broca de diamante de alta velocidade em uma forma de ampulheta, na interface adesiva. Essa área adesiva foi variada alterando a espessura da amostra e largura. Resistência à tração foi medida usando uma máquina universal de ensaios. A resistência à tração foi inversamente relacionada com a área de superfície aderida. Em áreas de superfície inferior a $0,4 \text{ mm}^2$, resultou resistência de 55 MPa para o Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray Co., Ltd.), 38 MPa para o Scotchbond MP (3M Dental Products), e 20 MPa para o Vitremer (3M Dental Products). Nessas áreas de pequena superfície, as falhas foram de natureza adesivas. Esse novo método permite medir alta resistência adesiva sem falha coesiva da dentina. Ele também permite múltiplas medidas dentro de um único dente.

Della Bona e van Noort (1995) analisaram as diferenças entre os testes que empregam cisalhamento e tração para avaliação de resistência adesiva. Pelo fato de que o modo de falha de compósitos unidos à cerâmica eram freqüentemente relatados como coesivos de cerâmica ou resina composta e não de separação na interface adesiva, esse estudo foi desenhado para questionar a validade dos testes de resistência ao cisalhamento. Três configurações do cilindro do disco foram produzidas para o ensaio de cisalhamento. Análise de tensões bi-dimensional por elementos finitos, foi realizado para determinar qualitativamente a distribuição de tensão para as três configurações. Um ensaio de resistência à tração foi desenvolvido e utilizado para avaliar dois sistemas de reparo de cerâmica, um com ácido fluorídrico (HF) e os outros com flúor fosfato acidulado (APF). Os resultados dos testes de resistência ao cisalhamento e FEA mostraram que esse teste específico tem como característica inerente a medição da resistência do material de base em vez da força da interface adesiva. No ensaio de tração, a falha sempre ocorreu na camada adesiva, com HF e APF mostrando uma capacidade similar para melhorar o vínculo da resina composta à cerâmica. Concluiu-se que o ensaio de resistência à tração é mais adequado para avaliar a capacidade adesiva de resinas compostas à cerâmica.

3. OBJETIVOS

3 OBJETIVOS

A-) Analisar a deposição de um filme vitrocerâmico em superfície de Y-TZP após diferentes tratamentos térmicos de 1200°C e 1400°C

B-) Comparar a resistência de união, por meio de ensaio de microtração, de um cimento resinoso a uma cerâmica Y-TZP

I - recoberta por filme vitrocerâmico (desenvolvido na proposição A)

II- jateado com partículas de Óxido de alumínio (Al_2O_3) e com partículas revestidas por sílica (SiO_2) (Sistema Rocatec, 3M-ESPE)

C-) Analisar qualitativamente a composição da superfície do filme vitrocerâmico aplicado sobre o substrato cerâmico de Y-TZP, por meio de EDX (Espectroscopia por dispersão de energia de raios x)

D-) Analisar morfologicamente e qualitativamente as superfícies de fratura, após ensaio de microtração, por meio de microscopia eletrônica de varredura

4. MATERIAL E MÉTODO

4 MATERIAL E MÉTODO

Para realização do estudo principal testes primordiais foram executados por meio de um estudo piloto, de modo a verificar a viabilidade de uso do vidro bioativo para formação de um filme vitrocerâmico depositado sobre a superfície da cerâmica VITA In-Ceram Zircônia Y-TZP CUBES for Inlab (VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Alemanha), a qual é composta por 91% de óxido de zircônia (ZrO_2), 5% de óxido de ítrio (Y_2O_3), 3% de óxido de háfnio, e menos de 1% de óxido de alumínio (Al_2O_3) e óxido de silício (SiO_2), segundo o fabricante.

4.1 Estudo piloto

4.1.1 Preparo do Substrato

Foram confeccionadas 6 placas nas dimensões de 15X6X1mm (Fig. 1) da cerâmica VITA In-Ceram Zircônia YZ CUBES for Inlab (VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Alemanha) por meio de cortes dos blocos cerâmicos pré-sinterizados, em máquina de precisão (Isomet 1000, Buehler, EUA). Em seguida, as superfícies cerâmicas foram polidas com lixas de carbetto de silício em água de granulações nº 400 e 600 (3M, St. Paul, USA) e limpas em banho ultra-sônico com água destilada durante 10 minutos para remoção de quaisquer resíduos dos processos anteriores. Para secagem, as placas foram armazenadas em estufa a 100°C durante 10 minutos.

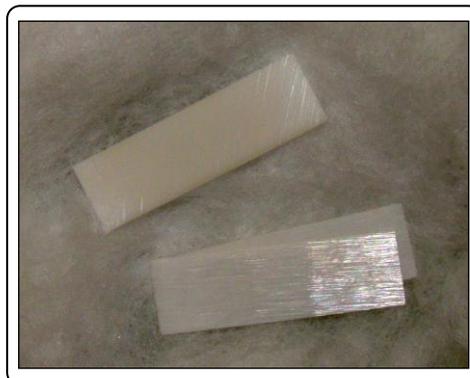


Figura 1 - Placas de In-Ceram Zircônia Y-TZP confeccionadas

4.1.2 Preparo da Suspensão

Foi feita uma suspensão coloidal estável com 2g de vidro bioativo (VBA) de composição $60\text{SiO}_2\text{-}36\text{CaO-}4\text{P}_2\text{O}_5$ em mol com 20ml de etileno glicol, colocadas em um pote de nalgene juntamente com 33g de esferas de zircônia de 1mm de raio, e então o conjunto levado para moer em moinho rotativo de baixa energia por um período de 20 horas. A partir dessa suspensão obteve-se, por diluição, a concentração 0,5g/10ml de VBA.

4.1.3 Aplicação dos Filmes

Após o período de secagem, aleatoriamente, as placas foram mergulhadas manualmente, com auxílio de uma pinça, na suspensão antes preparada até aproximadamente metade de seu comprimento num ângulo de 45° e retiradas imediatamente. As placas foram então colocadas sobre papel absorvente, com sua superfície tratada para cima para remoção de excessos da suspensão de VBA na superfície oposta à depositada (Fig.2).

As placas foram então colocadas novamente na estufa (Fanem Ltda 311CG– São Paulo) a 100°C durante 30 minutos para secagem do filme aplicado, e separadas aleatoriamente em dois grupos conforme o tratamento térmico a ser executado: 1200°C (grupo 1) e 1400°C (grupo 2). Cada grupo era composto por 3 placas que foram levadas ao forno de alta temperatura (Eurotherm 2404 - High Temperature Furnaces, Bloomfield N.J) nas respectivas temperaturas, durante 1 hora, com taxa de aumento de temperatura de 10°C por minuto, sendo posteriormente aguardado o resfriamento por 6 horas.

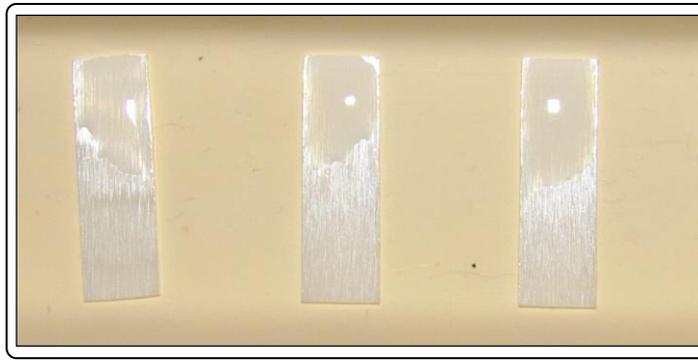


Figura 2 - Aplicação do filme de VBA

4.1.4 Mapeamento dos elementos de superfície

Foram feitas medidas de EDX (Espectroscopia por dispersão de energia de raios x) na superfície externa e no substrato do filme tratado a 1200°C e 1400°C, afim de mapear os elementos químicos na superfície da amostra e selecionar em qual temperatura o filme aplicado sob o substrato apresenta maior quantidade de sílica superficial, com o intuito de aumentar a adesão química com o cimento resinoso.

4.1.5 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura

Os espécimes empregados no teste piloto foram avaliados estruturalmente pelo Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL 6830LV, Jeol Ltd, Tokyo, Japão) de modo a conferir em qual temperatura (1200°C ou 1400°C) formaria um filme mais propício a interação adesiva posterior.

4.2 Estudo principal

4.2.1 Confeção dos corpos de prova

Para o presente estudo 3 blocos pré-sinterizados da cerâmica In-Ceram Zircônia YZ CUBES for Inlab (VITA Blocks Zahnfabrik, Bad Saackingen, Germany) foram utilizados. Os blocos originais foram montados em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, EUA) e seccionados de modo a produzir 12 blocos menores com dimensões de 5X6X6mm (Fig. 3), sendo então sinterizados no forno Vita ZYrcomat

(VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Germany) seguindo os protocolos descritos na Tab. 1, de acordo com as recomendações do fabricante.

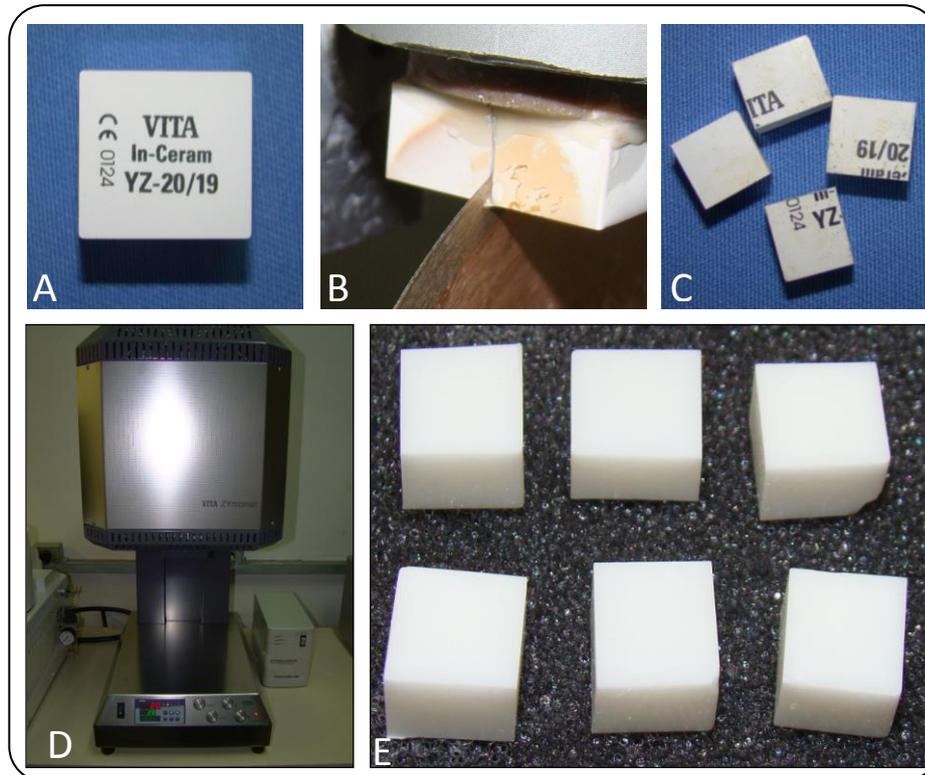


Figura 3 - A- Bloco cerâmico pré-sinterizado (In-Ceram Zircônia); B- Corte do bloco original em blocos menores; C- Blocos com dimensões 5x6x6mm após corte; D- Forno ZYrcomat para sinterização da cerâmica; E- blocos cerâmicos após sinterização final.

Tabela 1 - Ciclos de sinterização da cerâmica In-Ceram Zircônia YZ.

Sinterização	Temp. pré-secagem (°C)	Tempo pré-secagem	Tempo de elevação de temp.	Elevação de temp. (°C/min)	Temp. atingida (°C)	Manutenção da Temp.	Vácuo
Inicial (limpeza)	600	0:03	0:03	33	700	5.00	0.00
Final (Regeneração)	500	0.00	0:05	100	1000	15.00	0.00

Após o término dos ciclos de sinterização os blocos cerâmicos foram mantidos em bancada, à temperatura ambiente, por 6 horas para resfriamento. Posteriormente, as superfícies cerâmicas foram todas polidas em Politriz (Aropol E-

300, Arotec, São Paulo, SP) com lixas de carbeto de silício nas granulações nº600, 800 e 1200 (3M, St.Paul, USA) em água, e limpas durante 10 minutos num banho ultra-sônico contendo água destilada e secos a ar.

Cada bloco cerâmico foi duplicado em resina composta Filtek Z350 (3M/ESPE) usando um molde fabricado com material de impressão de silicone de adição Express (3M/ESPE). As camadas de resina composta foram incrementalmente (2mm) compactadas no molde até seu completo preenchimento e cada camada foi ativada por 40 segundos (XL 3000-3M/ESPE, St.Paul, USA; irradiância: 500mW/cm²). Cada bloco de resina composta foi fabricado para cada bloco cerâmico (Fig. 4).

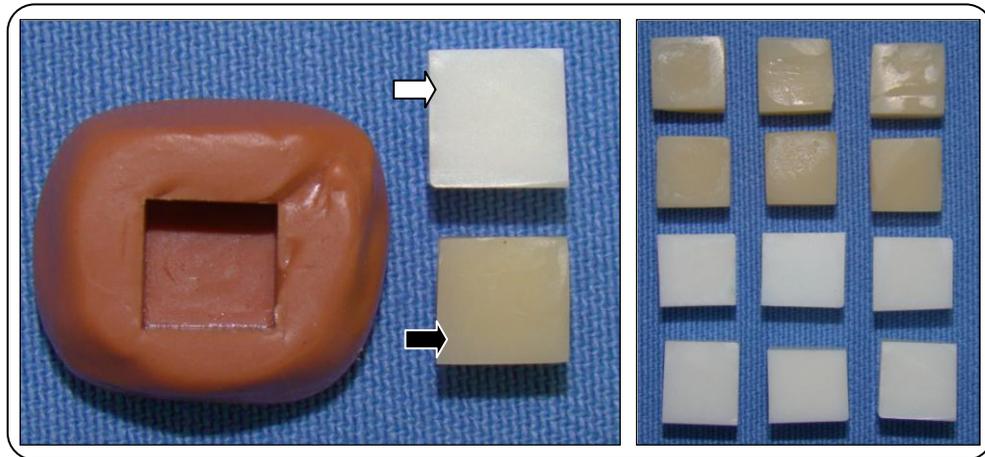


Figura 4 - Molde em silicone para duplicação dos blocos cerâmicos (seta branca) em resina composta (seta preta), e blocos duplicados.

Os blocos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em 2 grupos (6 blocos por grupo), de acordo com os tratamentos executados na superfície destinada a adesão:

- Grupo 1 (Controle): jateamento com partículas de Al₂O₃ de 110µm com ângulo de incidência perpendicular e a uma distância padrão de 10mm com uma pressão de 2.8 libras, durante 20 segundos em movimentos circulares. Posteriormente, foi feito a silicatização superficial com o sistema rocatec (3M/ESPE), por meio do jateamento de partículas especiais de sílica de 110µm nas mesmas condições anteriores. Por fim, aplicou-se o silano (ESPE/SIL) de acordo com as normas do fabricante.
- Grupo 2 (experimental): deposição de uma fina camada vítrea de vidro bioativo (VBA) com 0,5g/10ml de etilenoglicol através do método de submissão da superfície

cerâmica de zircônia. Preparou-se o VBA por sol-gel-emulsão. A microemulsão foi formada por uma fase óleo e uma fase aquosa, ambas preparadas separadamente e misturadas em ultra-som. Após aplicação do VBA na superfície de zircônia (Fig. 5) esta foi mantida em estufa durante 60 minutos numa temperatura de 100°C para secagem dos filmes. Após, foi feita a sinterização dos filmes na temperatura de 1200°C durante 1 hora, para incorporar o filme à superfície da zircônia. Na seqüência, foi feita a aplicação do agente silano à semelhança do grupo controle.

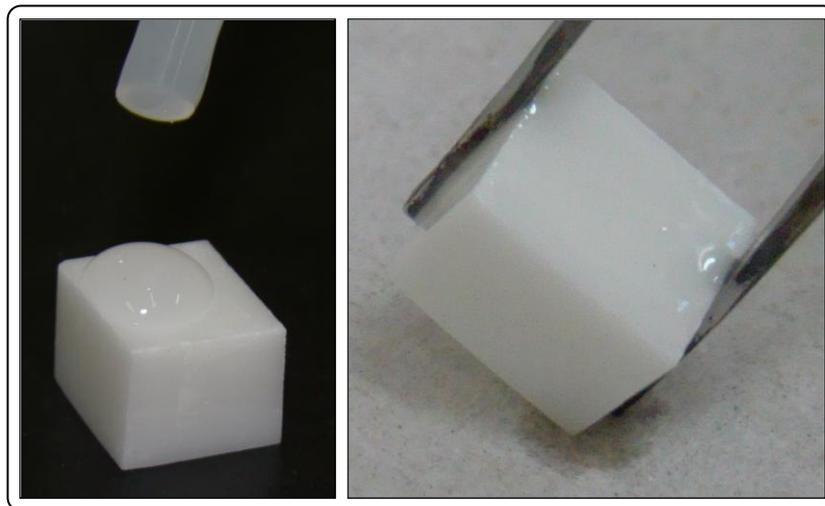


Figura 5 - Deposição do filme de VBA na superfície do bloco cerâmico.

Após os tratamentos realizados, os procedimentos para cimentação adesiva dos blocos de resina aos de cerâmica foram executados para ambos os grupos. Os blocos de resina foram jateados com partículas de óxido de alumínio (110µm, distância 10mm, pressão 2.8 libras, por 20 segundos) e silanizados. O cimento resinoso dual Panavia F (Kuraray CO, Japão) foi aplicado nas superfícies tratadas dos blocos cerâmicos e resinosos e o conjunto cerâmica-cimento-resina composta foi posicionados perpendicularmente em prensa com a interface adesiva, com carga vertical de 750g durante 10 minutos. Seguiu-se a remoção dos excessos, aplicação de Oxyguard e fotoativação por 40 segundos a 500mW/cm² (XL3000 – 3M/ESPE) em todas as margens das interfaces, totalizando 160 segundos de fotoativação. Após a fotoativação, os blocos foram lavados com jato de ar-água e armazenados em solução salina (NaCl 0,9%) a 37°C durante 7 dias. Os blocos foram então fixados com cola de cianoacrilato (Super Bonder gel, Loctite Ltda, São Paulo, Brasil) a uma base metálica que foi acoplada a máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, EUA). Foram obtidas fatias usando um disco diamantado em baixa velocidade sob

refrigeração. As fatias da periferia foram dispensadas, pois os resultados poderiam ser influenciados por excesso ou falta de cimento resinoso na interface. Seis fatias (0.8 ± 0.1 mm de espessura) foram obtidas em cada bloco. As fatias foram giradas em 90° e coladas novamente à base de metal, sendo novamente cortadas para produzir palitos (Fig. 6). Doze espécimes em palito (com aproximadamente 8mm de comprimento e 0.9 ± 0.1 mm² de área adesiva) foram obtidas por cada bloco. Os palitos da periferia foram novamente dispensados pelos mesmos motivos descritos acima.

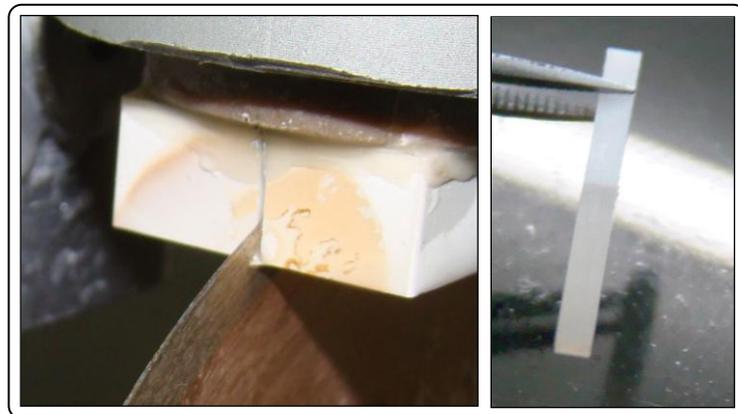


Figura 6 - Secção das amostras e palito pronto para teste de resistência adesiva à microtração.

Os palitos foram então fixados em dispositivo para ensaio de microtração acoplado à máquina de ensaios universais (Kratos, São José dos Pinhais, PR) e submetidos à tração com velocidade constante de 0,5mm/min até o rompimento da junta adesiva (Fig. 7). A força máxima à fratura foi registrada (em Newton) e utilizada para o cálculo da resistência adesiva. Após fratura, a área adesiva (mm²) de cada amostra foi mensurada por meio de um paquímetro digital e utilizada para cálculo da resistência adesiva em MPa (N/mm²).

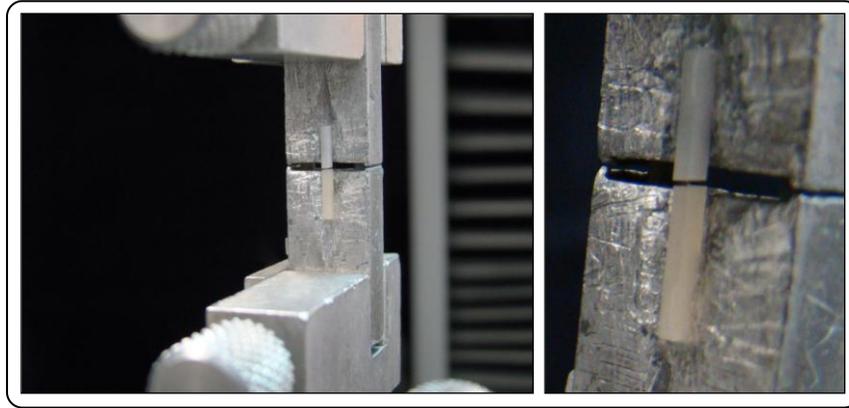


Figura 7 - Teste dos corpos de prova em máquina de ensaios universais

4.2.2 Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura

Após fraturados, os espécimes empregados no teste foram então, secos em recipiente contendo sílica gel por 12hs, e em seguida metalizados com uma fina camada de ouro a fim de tornar a superfície boa condutora elétrica, e então avaliados nas superfícies fraturadas pelo microscópio eletrônico de varredura (JEOL 6830LV, Jeol Ltd, Tokyo, Japão).

4.2.3 Delineamento estatístico.

As análises estatísticas empregadas no presente estudo foram realizadas no programa SPSS 17.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, USA). Os dados coletados referentes à resistência adesiva são quantitativos, sendo que sua distribuição normal e homogênea foram verificadas pelos testes de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk. Caso os dados possuíssem distribuição normal e homogênea seria utilizado o Teste T de student para observações independentes; entretanto caso os dados fossem considerados não-paramétricos o Teste de Mann-Whitney seria então empregado.

Para todos os testes estatísticos, foi adotado o nível de 5% de significância ($\alpha=0,05$).

5. RESULTADOS

5 RESULTADOS

Os resultados serão descritos em sub-capítulos referentes a cada estudo realizado.

5.1 Estudo piloto

Após as 20h de moagem da solução de VBA observou-se que as partículas em suspensão apresentaram uma distribuição bastante estreita de tamanhos em torno de no máximo 100nm. As microscopias eletrônicas de varredura demonstraram que os filmes de VBA apresentaram espessuras entre aproximadamente 5 e 20 μ m dependendo da posição sobre o substrato. Os filmes tratados em 1200 $^{\circ}$ C possuem estrutura de esponja na região central mais espessa (Fig. 8A). Aparentemente há uma “treliça” amorfa com grãos cristalinos dispersos sobre esta matriz em 1200 $^{\circ}$ C os quais assumem geometria hexagonal devido à cristalização induzida na interface (Fig. 8B) e percebe-se em algumas regiões a fusão entre cristais e substrato, indicando forte adesão com a Zircônia. Foram também feitas medidas em EDX na superfície externa e no substrato do filme tratado em 1200 $^{\circ}$ C(Fig.9). Observou-se que em ambas as regiões coexistem silício e zircônio, no entanto em maior quantidade quanto mais distante do substrato. Os resultados de EDX (fig. 10), nos pontos 1(Fig.10A) e 2(Fig.10B) demonstrados na figura 9, mostram a presença de cálcio, silício e zircônio em proporções distintas conforme a distância do substrato. Quanto mais próximo do substrato maior a quantidade medida de zircônio em relação à sílica. Disto resulta que o filme é abundante em cálcio e sílica e o zircônio pode ser tanto decorrente da difusão para dentro do filme quanto apenas do substrato que é detectado simultaneamente.

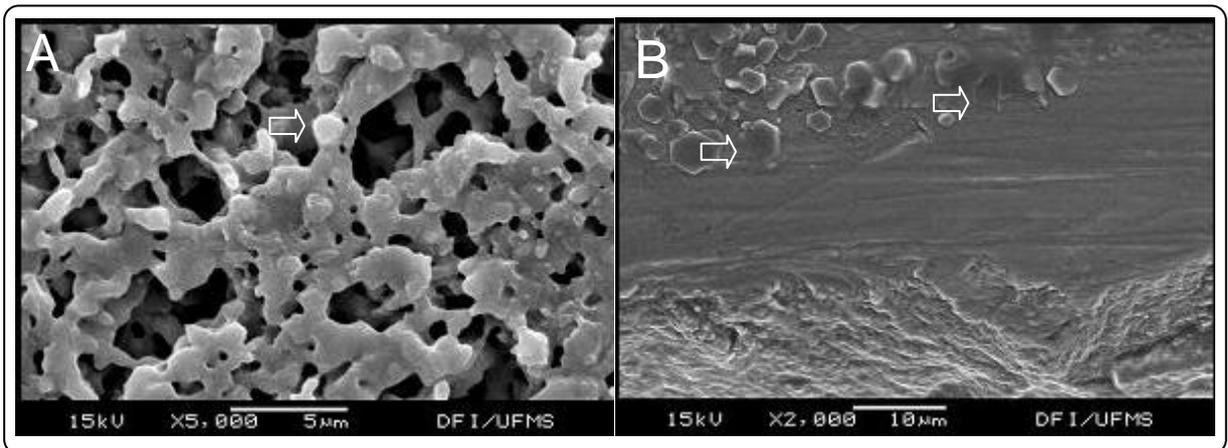


Figura 8 - Superfície das amostras tratadas com 0,5g/10ml VBA a 1200°C. A - Região central mais espessa da amostra com aspecto irregular e poroso, e presença de grãos cristalinos sob a matriz (setas) (5000x aumento); B-aspecto hexagonal dos cristais formados com regiões de fusão entre cristais e matriz (setas) (2000x aumento).

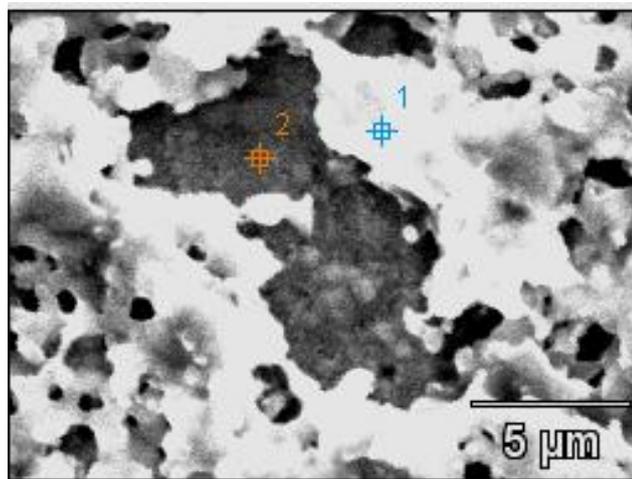


Figura 9 – Região Central indicando os pontos onde foram feitas medidas em EDX no filme de VBA a 1200°C. Ponto 1 (azul) mais distante do substrato cerâmico e Ponto 2 (Laranja) mais próximo ao substrato cerâmico

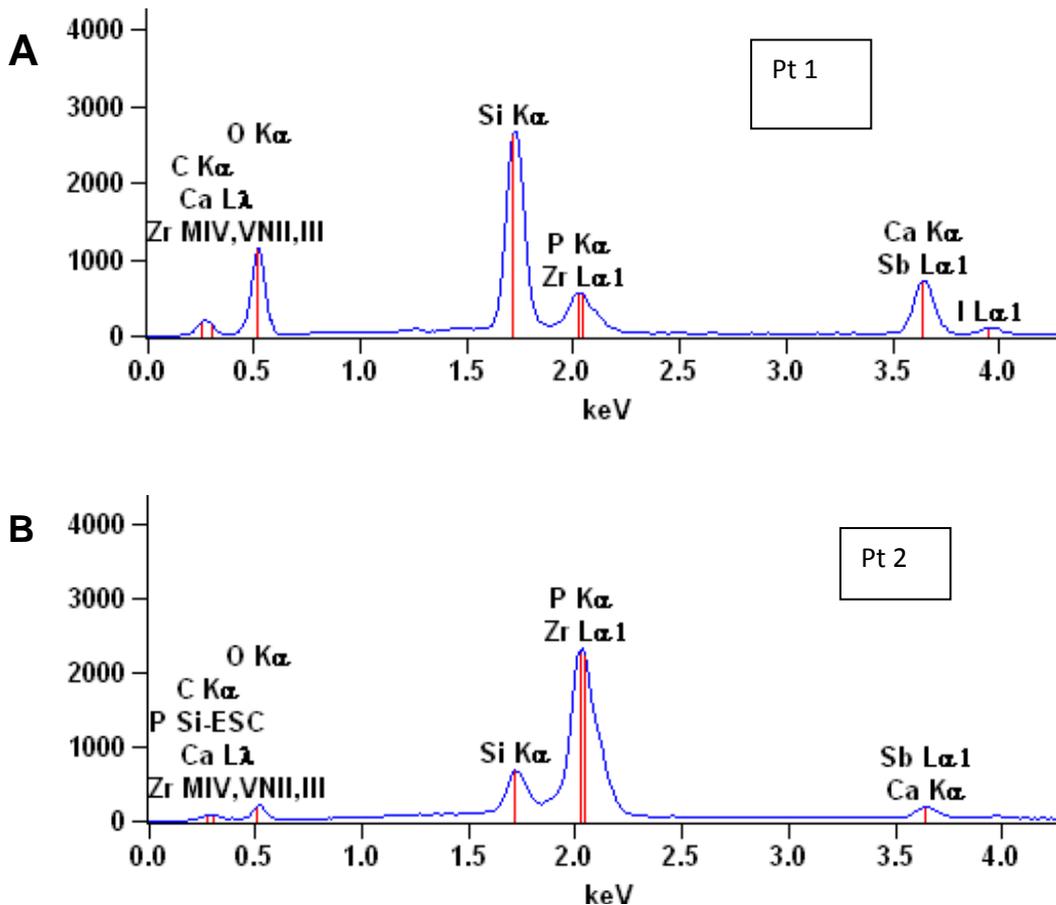


Figura 10 - Resultados do EDX para a presença de cálcio, silício e zircônio em proporções distintas conforme a distância do substrato. A – O filme de VBA apresenta abundância em cálcio e sílica; B – Menor presença de cálcio e sílica e elevada concentração de zircônio, podendo ser tanto decorrente da difusão para dentro do filme quanto apenas do substrato que é detectado simultaneamente.

Os filmes tratados em 1400°C formam um filme cerâmico composto de grãos esféricos submicrométricos (Fig. 11A) bastante homogêneo indicando a fusão e recristalização do filme (Fig. 11B). Nesse caso o VBA agiu como um agente infiltrante provocando SIE (selective infiltrante etching) e provocando porosidade submicrométrica. Foram também feitas medidas em EDX na superfície externa e no substrato do filme tratado em 1400°C (Fig. 12). Na figura 13, apresenta-se os resultados do EDX do ponto 1 (Fig. 13A) e do ponto 2 (Fig. 13B) e em ambos pontos foram encontradas baixa presença de cálcio e sílica e elevada concentração de zircônio superficial. O desaparecimento destes elementos pode ser atribuído à infiltração nos contornos de grão ou à evaporação simples. No entanto, resulta que há pouca presença de sílica na superfície da cerâmica, prejudicando a adesividade química do cimento resinoso.

Sendo assim, aparentemente a 1200°C e a 1400°C existem indicativos de alta adesividade do filme com a superfície da zircônia, embora na primeira temperatura a superfície heterogênea apresente elevado conteúdo de sílica; já nas amostras sinterizadas a 1400°C ocorreu uma interdifusão (mistura) do filme de VBA com a superfície de zircônia, resultando em uma superfície homogênea e com baixo conteúdo de sílica superficial, que é determinante para a união química com o cimento resinoso.

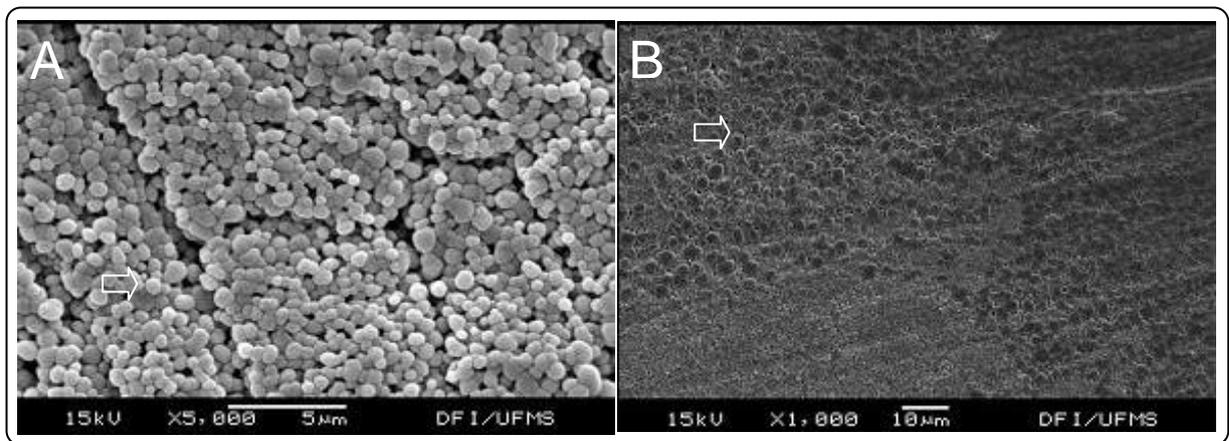


Figura 11 - Superfície das amostras tratadas com 0,5g/10ml VBA a 1400°C. A - Região central mais espessa da amostra com aspecto homogêneo com grãos esféricos (seta) (5000x aumento); B- aspecto esférico dos cristais formados (seta) com interdifusão na matriz (1000x aumento).

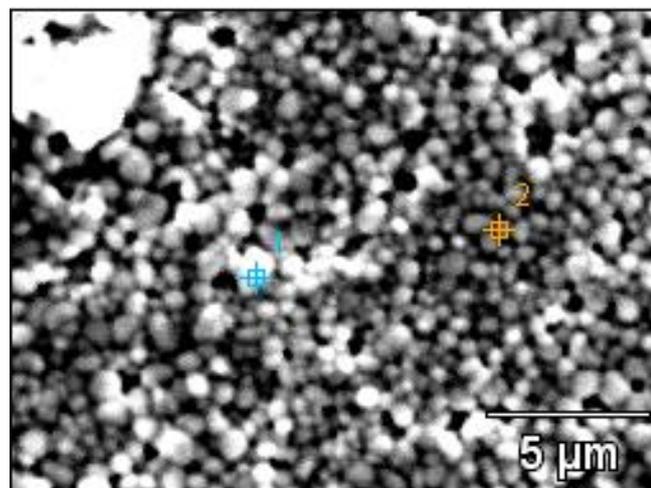


Figura 12 - Região Central indicando os pontos onde foram feitas medidas em EDX no filme de VBA a 1400°C.

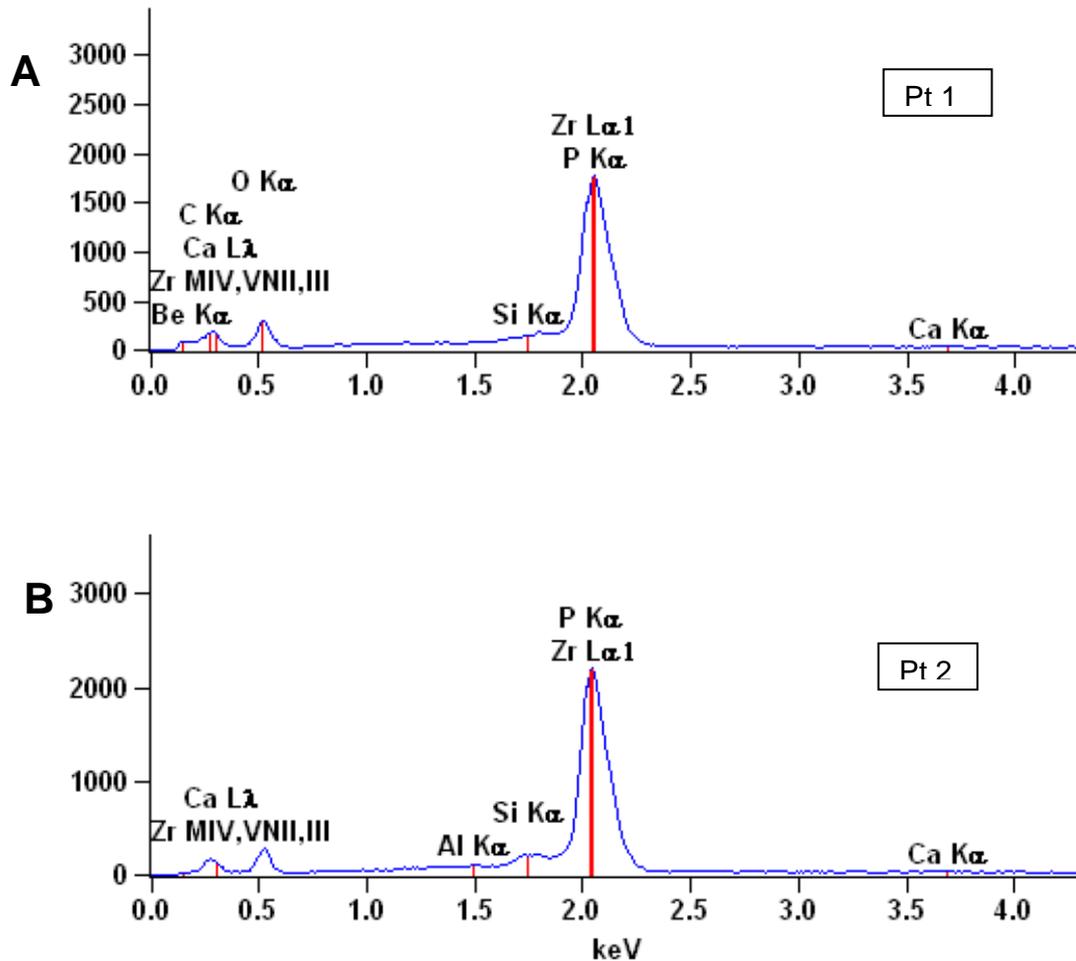


Figura 13 - Resultados do EDX para a presença de cálcio, silício e zircônio em proporções distintas conforme a distância do substrato. Em ambos os pontos baixa presença de cálcio e sílica e alto conteúdo de zircônio superficial

5.2 Estudo principal

Conforme demonstrado nos testes feitos no estudo piloto o emprego da concentração de 0,5g/10ml de VBA, sinterizado a temperatura de 1200°C, pareceu ser o mais conveniente para uso nos testes de adesão visto que promoveu uma superfície mais heterogênea propícia a penetração do agente cimentante e também demonstrou fusão dos cristais formados com a matriz de zircônia, além de

apresentar elevada concentração de sílica e cálcio superficial, elementos determinantes para união química com o cimento resinoso

5.2.1 Resistência adesiva a microtração.

A aplicação dos testes de normalidade resultou na constatação de dados paramétricos, com $p > 0,05$ pelo teste de Kolmogorov-Smirnov (Anexo A). Posteriormente, para discriminar a diferença entre os dois grupos estudados aplicou-se o teste-T de Student para amostras independentes (Anexo 1), o qual identificou haver diferença estatisticamente significativa entre grupos (Tabela 2).

Tabela 2 - Médias, desvio padrão e categorias estatísticas pelo teste-T de Student para Resistência Adesiva (MPa).

Grupos	N	Médias	Desvio Padrão	Categorias Estatísticas
Controle	31	13,3	6,8	b
Experimental	52	26,1	4,9	a

Letras diferentes demonstram diferença estatisticamente significativa com $p=0,001$.

Pelo gráfico (Figura 14) demonstra-se por meio de barras as médias de resistência de união dos grupos controle e experimental. Pode-se notar que a aplicação do filme de VBA ampliou a resistência adesiva de maneira significativa, conduzindo os valores de resistência ao dobro do grupo controle no qual somente a aplicação do jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica havia sido executada.

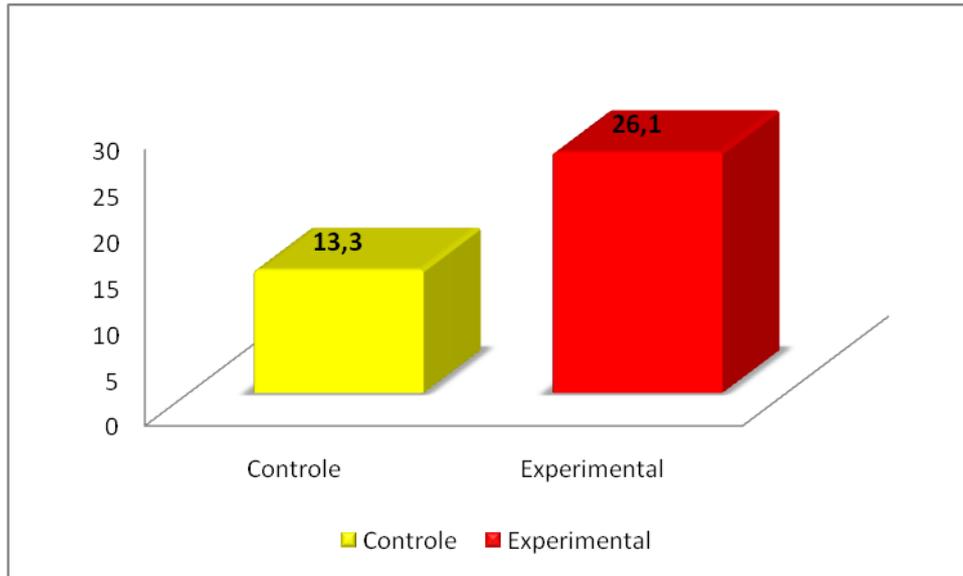


Figura 14 - Médias da Resistência Adesiva (MPa) para os grupos controle e experimental comparadas pelo teste-T de Student ($p=0,001$).

5.2.2 Microscopias Eletrônicas de Varredura.

A análise das amostras fraturadas em microscópio eletrônico de varredura revelou falhas homogêneas nos grupos controle, sem a presença de desvios importantes ou relevos que signifiquem a alteração do caminho da fratura (Fig. 15 A e B). Pelas imagens das superfícies fraturadas no lado da cerâmica pode-se verificar a aparência dos cristais (Fig. 15C e E, seta) entremeados com material de cimentação; já no lado da resina pode-se verificar a aparência do cimento resinoso que permaneceu aderido a mesma (Fig. 15 D e F), constituindo então falhas do tipo predominantemente adesiva entre o cimento e cerâmica. Essa aparência demonstra que o tratamento superficial feito com o sistema de silicatização promove boa interação com a cerâmica, mas não o suficiente para garantir melhores valores de resistência adesiva. No entanto ainda prevalece a interface cerâmica/cimento como elo fraco da união quando submetida a tensões de força de tração.

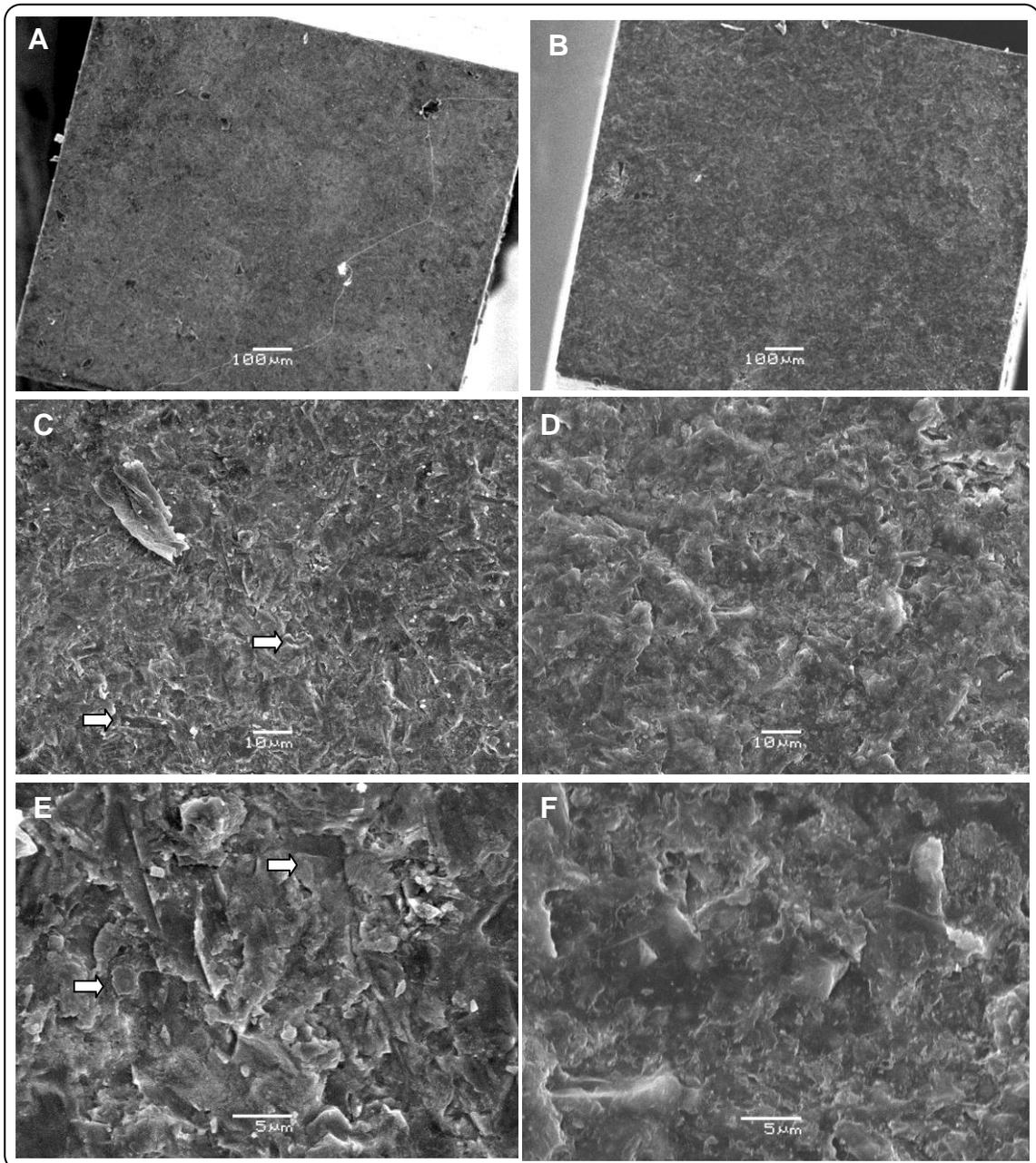


Figura 15 - Região fraturada dos palitos do grupo controle. A- fratura analisada no lado da cerâmica, sem aspectos de irregularidade (aumento 100x) e com grande exposição da cerâmica, o que denota fratura do tipo adesiva predominantemente; B- fratura analisada no lado da resina, sem aspectos de irregularidade (aumento 100x); C- fratura no lado da cerâmica destacando-se pontos com aparência dos cristais cerâmicos entremeados de material cimentante (setas) (aumento de 1000x); D- fratura no lado da resina com aparência do cimento resinoso sem expor a superfície do bloco de resina (aumento de 1000x); E- maior aumento da fratura no lado da cerâmica destacando-se os cristais e cimento resinoso ao redor (aumento de 3000x); F- maior aumento da fratura no lado da resina com visualização da matriz resinosa do cimento resinoso.

Já na amostras do grupo experimental pode-se verificar uma aparência muito heterogênea, com fraturas mistas e coesivas de cimento e do bloco de resina, com aparentes desvios do caminho de fratura (Fig. 16 A e B). Tanto no lado da cerâmica quanto no da resina é possível verificar a presença de fraturas adesivas, mistas e coesivas, o que denota a maior resistência mediante a aplicação do filme de VBA.

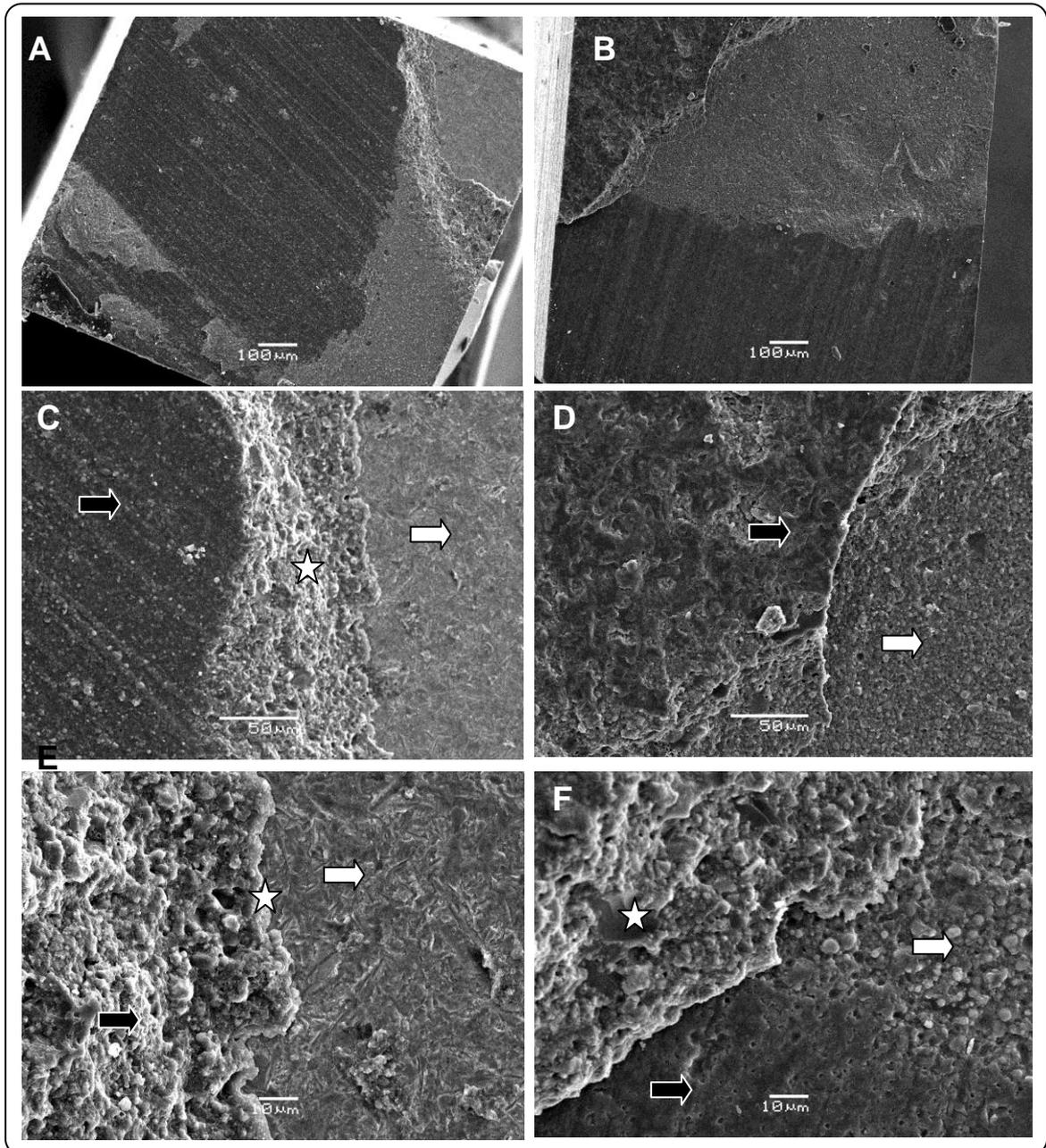


Figura 16 - Região fraturada dos palitos do grupo experimental. A- fratura analisada no lado da cerâmica, com aspectos de irregularidade e desvios da linha de fratura (aumento 100x); verificar que somente na parte superior direita a fratura é adesiva expondo superfície cerâmica; B- fratura analisada no lado da resina, com aspectos de irregularidade (aumento 100x); C- fratura no lado da cerâmica destacando-se o desvio da fratura com característica mista, expondo cerâmica do lado direito (seta branca) e cimento resinoso rompido (estrela) até a fratura adesiva

na união com resina, vista do lado esquerdo da imagem (seta preta) (aumento de 400x); D- fratura no lado da resina com rompimento coesivo da resina (seta branca) e cimento resinoso (seta preta) (aumento de 1000x); E- fratura no lado da cerâmica destacando-se o desvio da fratura com característica mista (estrela), envolvendo rompimento adesivo em parte da cerâmica (seta branca) e rompimento do cimento resinoso com fratura coesiva (seta preta) (aumento de 1000x); F- maior aumento da fratura no lado da resina com visualização de fratura mista com exposição da resina (seta branca) e cimento resinoso (estrela), sendo também aparente o rompimento adesivo na interface do cimento com resina (seta preta) (aumento de 1000x).

6. DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

A união química em interfaces é uma importante propriedade para os materiais dentários que garante melhorias mecânicas na interação com a estrutura dental, permite estabilidade nos procedimentos adesivos ao longo do tempo (LUTHY *et al.*,2006), minimiza os defeitos presentes na superfície interna das próteses reduzindo o risco de falhas, permite a redução dos níveis de desgaste dental durante a confecção dos preparos cavitários (MATINLINNA *et al.*,2006), amplia resistência a fratura e à fadiga, e dificulta microinfiltração (PIASCIK *et al.*,2009) . Além disso, a interação adesiva se tornou uma necessidade para as restaurações indiretas em cerâmica pura (JANDA *et al.*,2003) na medida em que a alta friabilidade de alguns sistemas poderia resultar em fraturas indesejáveis clinicamente.

Os procedimentos que garantem adesão resistente devem confiar simultaneamente na efetiva integração micromecânica e adesão química (PIASCIK *et al.*,2009), visto que estes dois processos promovem o mais íntimo contato entre material adesivo (cimento) e material aderente (cerâmica).

Entretanto, a retenção micromecânica e química gerada pelas técnicas de condicionamento com ácido hidrófluídrico e silanização requerem que a cerâmica utilizada contenha essencialmente óxido de silício em sua composição (JANDA *et al.*,2003). O desenvolvimento dos materiais cerâmicos mais resistentes a base de alumina e zircônia, estendeu as aplicações clínicas das próteses livres de metal, mas a capacidade de união química destes materiais é reduzida e impõe um desafio na odontologia moderna (SAYGILI e SAHMALI,2003). O objetivo deste trabalho foi buscar uma alternativa que amplie a capacidade adesiva de uma cerâmica pura a base de zircônia estabilizada por ítrio. Além das técnicas comuns para tratamento superficial de cerâmicas, como, asperização com pontas diamantadas, condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio (PIASCIK *et al.*,2009), várias outras técnicas têm sido tentadas, tais como: silicatização pelo jateamento com partículas de óxido de alumínio recobertas por sílica (Sistema Cojet e Sistema Rocatec – 3M-ESPE) (MICHIDA *et al.*,2003;

AMARAL *et al.*,2006,2008; HEIKKINEN *et al.*,2007, uso de primers zirconados (YOSHIDA *et al.*,2006), deposição de sílica por vapor (PIASCİK *et al.*,2009), deposição de sílica por gás comburentes (JANDA *et al.*,2003), emprego de cimentos a base de monômeros fosfatados (KERN e WEGNER,1998; LUTHY *et al.*,2006; WOLFART *et al.*,2007; AMARAL *et al.*,2008), uso de organosilanos (MATINLINNA *et al.*,2006,2007), condicionamento e infiltração seletiva (ABOUSHELİB *et al.*,2007,2008; CASUCCI *et al.*,2009), laser de Er:YAG (CAVALCANTI *et al.*,2009), sendo de especial destaque o processo de silicatização, o qual pode promover alta resistência adesiva e durabilidade dos procedimentos adesivos em cerâmicas reforçadas (MATINLINNA *et al.*,2006; AMARAL *et al.*,2008). Tal fato está relacionado à capacidade adesiva criada pelo processo de silicatização e também pelo fato de que os tratamentos que promovem superfícies mais ásperas nessas cerâmicas altamente reforçadas exigem métodos abrasivos altamente agressivos, os quais podem criar falhas superficiais indutoras de tensões indesejáveis (PIASCİK *et al.*,2009).

O presente estudo utilizou como comparação ao método de deposição do filme vitrocerâmico, o jateamento com partículas siliconizadas pelo sistema ROCATEC, haja visto que tal tratamento superficial tem sido relatado como benéfico para ampliação dos valores de adesão às cerâmicas reforçadas. O uso do jateamento com óxido de alumínio modificado por sílica possui dois grandes benefícios, que são relacionados à maior aspereza superficial e a incrustação de sílica na superfície, propiciando melhor adesão (HEIKKINEN *et al.*,2007). Entretanto, pelo fato da zircônia se tratar de um material mais dúctil que a alumina, Heikkinen *et al.* (2007) observou que diferentes pressões de jateamento formam padrões homogêneos de aspereza superficial, diferentemente dos formados nas amostras de alumina (Prodera Alumina). Portanto, o jato tem que ser aplicado em uma pressão maior para exercer algum benefício; mesmo que haja benefício no aumento da pressão do jato, este é mais significativo nas cerâmicas reforçadas por alumina. Outros fatos que dificultam a ação do jateamento é a possibilidade de alteração da forma cristalográfica da zircônia mediante a ação mecânica do jateamento (KOSMAC *et al.*,1999), o que certamente reduz o efeito do jateamento aplicado, a alta densidade da zircônia (6g/cm^3 – informação fornecida pelo fabricante) e o tamanho pequeno do cristal ($1\mu\text{m}$ - informação fornecida pelo fabricante) (KERN e WEGNER,1998). Apesar disto, Heikkinen *et al.* (2007) observou a presença de

maior quantidade de sílica, ao ampliar a pressão do jato, na superfície jateada de zircônia, fato que se torna também responsável pela melhoria da resistência de união; no mesmo ano, Wolfart *et al.* (2007) relataram alta resistência adesiva pelo emprego de jateamento de óxido de alumínio e uso de cimento resinoso fosfatado, em cerâmica reforçada com zircônia. Os trabalhos então apontam para o conceito de que a criação de interatividade química, associada às retenções micromecânicas, pode resultar em melhor resistência adesiva para as cerâmicas reforçadas com zircônia.

Na intenção de melhorar os resultados encontrados, as pesquisas têm buscado materiais que possam interagir quimicamente com melhor efetividade na superfície das cerâmicas a base de zircônia, tratadas ou não por meio do jateamento. Os materiais resinosos a base de monômeros fosfatados, particularmente o MDP (10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato), tem sido relatados como os melhores cimentos resinosos para cerâmicas contendo zircônia, visto que possuem capacidade de interação química com os óxidos de zircônio (WOLFART *et al.*,2007) e mesmo alumina (MADANI *et al.*,2000), mediada por um grupamento éster-fosfatado capaz de se ligar a íons metálicos (KERN e WEGNER,1998). Em um estudo sobre durabilidade de resistência adesiva, Luthy *et al.* (2006) demonstrou que a cimentação com cimento resinoso convencional sem a execução de nenhum tratamento superficial, ou mesmo pela silicatização com o sistema Rocatec, é estatisticamente inferior ao uso dos cimentos contendo MDP. Wolfart *et al.* (2007), estudaram o efeito do jateamento com óxido de alumínio e o tipo de cimento resinoso (contendo ou não MDP)e demonstraram, que os maiores e melhores valores de resistência adesiva foram obtidos após jateamento e cimentação com cimento a base de MDP. Questionando então a influência do tipo de cimento e do tratamento superficial executado, Oyague *et al.* (2009) demonstraram que a escolha do cimento é mais importante visto que o cimento Clearfil Esthetic Cement (que contém MDP) apresentou os mais alto valores de resistência adesiva, independentemente do tipo de tratamento superficial (controle, jateamento e jateamento com partículas revestidas por sílica). Entretanto, é importante que estas análises possam predizer a durabilidade do procedimento adesivo. Amaral *et al.* (2008), em análise imediata mostraram que para o cimento Panavia F (contém MDP) o jateamento com óxido de alumínio contendo ou não sílica resulta em semelhantes valores de resistência de união; entretanto, após termociclagem (6 ciclos entre 5-

55°C) e armazenagem em água por 150 dias a resistência de união do grupo que recebeu jateamento convencional foi estatisticamente pior que o uso do Cojet ou Rocatec, apesar de que a cerâmica usada em seu estudo foi a In-Ceram Zircônia, que tem somente 13% de zircônia e 67% de alumina.

Assim como no estudo de Piascik *et al.* (2009) o presente estudo demonstrou que em zircônia pura a deposição superficial de sílica amplia significativamente a resistência adesiva. Utilizando o método de deposição de cloreto de sílica por gás (23,6 MPa) os autores relataram melhoria significativa em relação ao grupo controle (sem nenhum tratamento superficial; 7,6MPa), e inclusive em relação ao grupo que empregou o sistema de silicatização Cojet (18,6MPa). Os resultados foram ainda mais promissores visto que a resistência adesiva alcançada por este método foi estatisticamente semelhante ao método convencional de condicionamento ácido (ácido hidrófluorídrico) e silanização em cerâmicas convencionais com alto conteúdo de sílica (25,3MPa). Da mesma maneira, o presente estudo demonstrou que a aplicação do filme vitrocerâmico produz alta resistência adesiva (26,1MPa), o que significa, comparativamente aos dados da literatura científica, que esse método apresenta-se como um dos mais eficazes. Pelo método inovador empregado no presente estudo espera-se alcançar quantidade maior de sílica na superfície tratada do que durante os tratamentos por jateamento de partículas revestidas por sílica, os quais deixam uma superfície com aproximadamente 11% de sílica (MATINLINNA *et al.*,2006,2007).

O uso do filme de VBA baseia-se na criação de uma superfície silicatizada que se mantém unida quimicamente, de maneira estável, à superfície da cerâmica reforçada por zircônia. Nos testes piloto realizados no presente estudo pôde-se verificar que durante o processo de sinterização do filme de VBA na superfície da zircônia a 1200°C os cristais assumiram geometria hexagonal devido à cristalização induzida na interface (Fig. 8B), sendo que foi possível observar em algumas regiões a fusão entre os cristais formados e o substrato, indicando forte adesão com a superfície de zircônia, formando uma camada vitrocerâmica sobre esta superfície. Esta adesão torna-se imprescindível visto que a durabilidade dos procedimentos adesivos estará ligada a minimização de falhas tanto na união do cimento resinoso com o filme vitrocerâmico, quanto entre este e o substrato de zircônia. Estudos prévios mostram que a deposição de sílica pelo método de silicatização Rocatec, amplia os resultados de resistência adesiva (MICHIDA *et al.*,2003), embora após um

regime de termociclagem em 37500 ciclos, de 5 a 55°C, por 150 dias, a resistência tenha caído pela metade (KERN e WEGNER,1998), o que pode sugerir a instabilidade da união obtida. Apesar disto, outros estudos não provam a instabilidade desse método (AMARAL *et al.*,2008). Desde que os resultados na literatura apresentam-se controversos, um novo método de deposição de sílica, mais estável é justificado. Quando o filme de VBA foi tratado a 1400°C formou-se um filme cerâmico composto de grãos esféricos submicrométricos (Fig. 9A) bastante homogêneo indicando a fusão e recristalização do filme (Fig. 9B). Sendo assim, aparentemente a 1200°C e a 1400°C existem indicativos de alta adesividade do filme com a superfície da zircônia, embora na primeira temperatura a superfície heterogênea apresente alto conteúdo de sílica; já nas amostras sinterizadas a 1400°C ocorreu uma interdifusão (mistura) do filme de VBA com a superfície de zircônia, resultando em uma superfície homogênea e com menor conteúdo de sílica.

A deposição de sílica em camadas extremamente finas parece ser mais vantajosa do que camadas mais grossas, devido à redução da resistência coesiva da mesma (PIASCNIK *et al.*,2009). Pelo método de deposição a gás em Zircônia pura, Piasnik *et al.* (2009) demonstraram que com 2,6nm de sílica produziu-se resistência adesiva a microtração de 23.2MPa e somente 15% das falhas foram adesivas, ao passo que a deposição de uma camada com espessura de 23nm produziu resistência adesiva de 16,2MPa e uma taxa de 50% de falhas adesivas. Conforme demonstrado nos testes feitos no estudo piloto o emprego da concentração de 0,5g/10ml de VBA, sinterizado a temperatura de 1200°C, pareceu ser o mais conveniente para uso nos testes de adesão visto que promoveu uma superfície fina (5µm), heterogênea e com cristais de sílica fundidos à matriz de zircônia.

O presente estudo empregou o cimento Panavia F, que contém MDP em sua composição. Apesar da inexistência de um grupo experimental empregando jateamento com óxido de alumina puro e aplicação do referido cimento, os resultados mostraram que o uso do Rocatec associado ao cimento contendo MDP produz resistência adesiva inferior à aplicação do filme vitrocerâmico. Essa associação (sistemas para silicatização e cimento com MDP) tem sido mostrada como mais benéfica do que o uso dos cimentos com MDP somente (BOTTINO *et al.*,2005; ATSU *et al.*,2006; AMARAL *et al.*,2008) pelo fato de que a superfície mais áspera criada pelo jateamento torna-se também propícia a adesão mediada pelo silano, o qual amplia a energia de superfície e se une quimicamente a mesma

(ATSU *et al.*,2006). Apesar disso, outros estudos têm demonstrado alta resistência adesiva em grupos tratados com jateamento com óxido de alumínio e Panavia F após 150 dias de armazenagem em água e 37.500 termociclos (KERN e WEGNER,1998; Wolfart *et al.*,2007); além disso, o jateamento com óxido de alumínio puro nas cerâmicas reforçadas com Zircônia não vem apresentando resultados promissores em vários estudos (KERN e WEGNER,1998; YOSHIDA *et al.*,2006; PIASCIK *et al.*,2009), e para essas cerâmicas, a durabilidade da resistência adesiva tem sido mais associada ao cimento escolhido (por permitir melhor interação química) do que à asperização superficial (KERN e WEGNER,1998; OYAGUE *et al.*,2009b).

Desde que nenhum tratamento asperizador foi executado nos blocos de cerâmica empregados neste estudo, e todos foram submetidos ao polimento com lixas de carbetto de silício espera-se que a melhoria na resistência adesiva observada tenha ocorrido unicamente pela interação adesiva, reduzindo assim a contribuição de uma interação micromecânica, assim como observado por Janda *et al.* (2003). Conforme observado nas figuras 11 e 12, o aumento da capacidade adesiva pela aplicação do filme vitrocerâmico reduz a proporção de falhas adesivas no lado da cerâmica (Fig. 12A), comprovando então sua efetividade aumentada. Já nos grupos controle houve a predominância de falhas homogêneas, sem a presença de desvios importantes ou relevos que signifiquem a alteração do caminho da fratura (Fig. 11 A e B). A alteração do caminho da fratura é um sinal claro da maior resistência proporcionada pelo tratamento superficial visto que a fratura tende a caminhar por onde é mais fácil sua progressão. Portanto, no grupo controle, as microscopias eletrônicas de varredura demonstraram que o tratamento superficial feito com o sistema de silicatização promove boa interação com a cerâmica, mas não o suficiente para garantir valores de resistência adesiva tão alta como os obtidos no grupo experimental, assim como demonstrado no trabalho de Atsu *et al.* (2006). Já na amostras do grupo experimental pode-se verificar uma aparência muito heterogênea, com fraturas mistas e coesivas de cimento e do bloco de resina, com aparentes desvios do caminho de fratura (Fig. 12 A e B). Foi possível identificar a presença de fraturas adesivas, mistas e coesivas, o que denota a mudança de caminho da fratura e possibilita a ocorrência conseqüente de maior resistência adesiva mediante a aplicação do filme vitrocerâmico, conforme observado nos testes mecânicos de resistência a microtração.

Clinicamente, a técnica de cimentação das restaurações indiretas cobertas com filme vitrocerâmico torna-se interessante visto que se volta a empregar a mesma técnica utilizada para as cerâmicas feldspáticas. Esse fato tem grande importância visto que o clínico pode confundir o tratamento superficial a ser executado mediante tantas opções disponíveis no mercado odontológico. Novos estudos demonstrando a aplicação do filme vitrocerâmico e a durabilidade dos procedimentos adesivos são necessários, além da investigação da quantidade e modo de deposição de sílica feitos por esse método. Mesmo assim, os resultados do presente estudo apontam para uma melhoria significativa na resistência adesiva, por um método simples e de esperado baixo custo, visto que o pó de VBA pode ser produzido industrialmente e disponibilizado para os laboratórios protéticos para aplicação na superfície interna das próteses em zircônia estabilizada por ítrio.

7. CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos e considerando-se todas as limitações do presente estudo, pode-se concluir:

1. A aplicação do filme vitrocerâmico na concentração de 0,5g/ml a 1200°C produz superfície heterogênea, com cristais de sílica fundidos adesivamente ao substrato de zircônia e apresenta elevado conteúdo de cálcio e sílica superficial na cerâmica VITA In-Ceram Zircônia Y-TZP.
2. A resistência adesiva a microtração mediante aplicação do filme vitrocerâmico é estatisticamente superior ao uso do método de silicatização Rocatec, estando esse fato correlacionado a melhor interação química mediada pelo processo de silanização comum na superfície da Zircônia modificada pelo filme vitrocerâmico.
3. As microscopias eletrônicas de varredura demonstram predominância de fraturas do tipo adesivas no grupo que empregou Rocatec ao passo que fraturas adesivas, mistas e coesivas foram observadas no grupo experimental em que se aplicou o filme vitrocerâmico.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

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; Nov.98(5):379-88.

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater.* 2008; Sept.24(9):1268-72.

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; Mar.22(3):283-90.

Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008; Apr.85(1):1-9.

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006; June.95(6):430-6.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003; Mar.89(3):268-74.

Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; May.89(5):479-88.

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont.* 2005; Jan-Feb.18(1):60-5.

Burke FJ. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns constructed in a leucite-reinforced ceramic. *Dent Mater.* 1999; Sept.15(5):359-62.

Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009; Nov.37(11):891-7.

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009; May-Jun.34(3):280-7.

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.* 2007a; Jan-Mar.21(1):10-5.

Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ, Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater.* 2007b; June.23(6):769-75.

Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995; Sept.74(9):1591-6.

Heikkinen TT, Lassila LV, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand.* 2007; Aug.65(4):241-8.

Holand W, Rheinberger V, Apel E, van 't Hoen C, Holand M, Dommann A, et al. Clinical applications of glass-ceramics in dentistry. *J Mater Sci Mater Med.* 2006; Nov.17(11):1037-42.

Isidor F, Stokholm R, Ravnholt G. Tensile bond strength of resin luting cement to glass infiltrated porous aluminium oxide cores (In-Ceram). *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 1995; Sept.3(5):199-202.

Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater.* 2003; Sept.19(6):567-73.

Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent.* 1995; Mar.73(3):240-9.

Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent.* 1994; May.71(5):453-61.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998; Jan.14(1):64-71.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999; Nov.15(6):426-33.

Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006; Feb.22(2):195-200.

Madani M, Chu FC, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent.* 2000; Jun.83(6):644-7.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater.* 2006; Sept.22(9):824-31.

Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand.* 2007; Feb.65(1):44-51.

Michida SMA, Valandro LF, Yoshiga S, Andreatta OD, Balducci I, Bottino MA. Efeito do tratamento de superfície de uma cerâmica aluminizada infiltrada de vidro sobre a resistência à microtração. *J Appl Oral Sci.* 2003;11(4):361-6.

Oyague 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 ceramic. *Dent Mater.* 2009a; Feb.25(2):172-9.

Oyague 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; Mar.25(3):392-9.

Pameijer CH, Louw NP, Fischer D. Repairing fractured porcelain: how surface preparation affects shear force resistance. *J Am Dent Assoc.* 1996; Feb.127(2):203-9.

Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater.* 2009; Sept.25(9):1116-21.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994; Jul.10(4):236-40.

Saygili G, Sahmali S. Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strengths of two resin luting agents to all-ceramic materials. *J Oral Rehabil.* 2003; July.30(7):758-64.

Sen D, Poyrazoglu E, Tuncelli B, Goller G. Shear bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminum oxide cores. *J Prosthet Dent.* 2000; Feb.83(2):210-5.

Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent.* 2005;17(4):224-35.

Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater.* 2007; Jan.23(1):45-50.

Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; Apr.77(1):28-33.

ANEXOS

ANEXOS

ANEXO A - Relatório Estatístico – Resistência Flexural. Elaborado pelo Programa SPSS 17.0 for Windows.

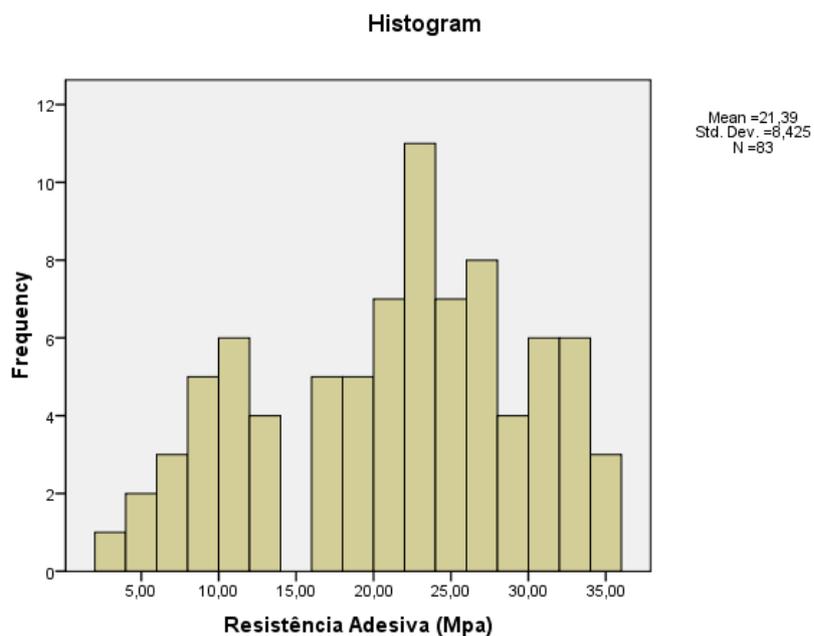
Teste de Normalidade da Distribuição dos Dados

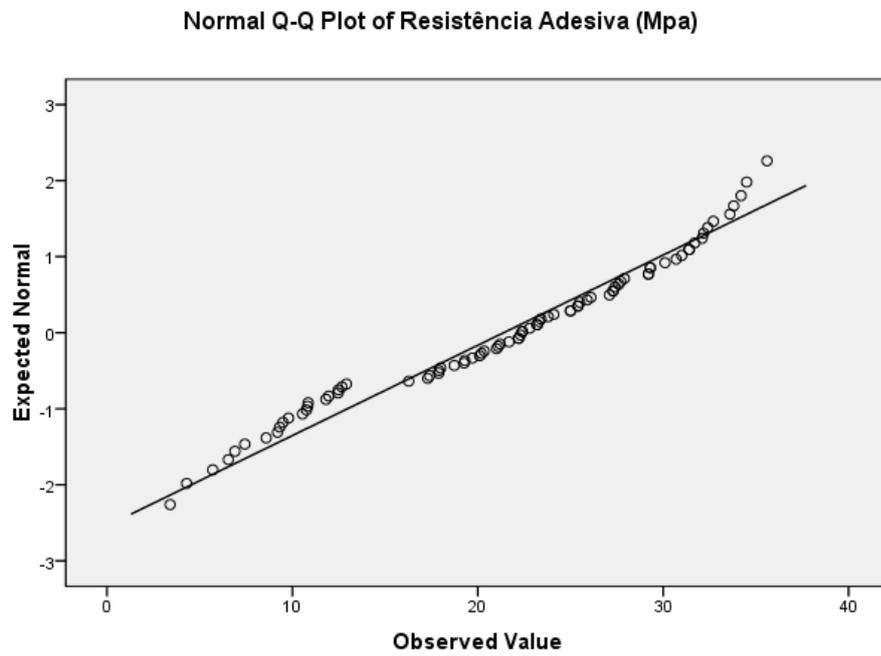
Tests of Normality

	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
	Statistic	DF	Sig.	Statistic	df	Sig.
Resistência Adesiva (Mpa)	,096	83	,057	,959	83	,009

a. Lilliefors Significance Correction

Resistência Adesiva (Mpa)





ANEXO B - Comparações entre os grupos controle x experimental pelo Teste-T.

Dados Descritivos

Grupos		N	Médias	Desvio Padrão
Resistência Adesiva (Mpa)	Controle	31	13,3980	6,80516
	Experimental	52	26,1596	4,98682

Teste-T

Independent Samples Test

		t-test for Equality of Means		
		df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference
Resistência Adesiva (Mpa)	Equal variances assumed	81	,000	-12,76162
	Equal variances not assumed	49,310	,000	-12,76162