

WALTER LEONARDO SIQUEIRA ZAIA

**RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

CAMPO GRANDE

2014

WALTER LEONARDO SIQUEIRA ZAIA

**RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Doutor.

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

CAMPO GRANDE

2014

FOLHA DE APROVAÇÃO

WALTER LEONARDO SIQUEIRA ZAIA

**RESISTÊNCIA ADESIVA DA ZIRCÔNIA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Doutor.

Resultado_____

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

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Túlio Marcos Kalife Coelho
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof. Dr. Paulo Zárate Pereira
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof. Dr. Pedro Gregol da Silva
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof. Dr. Igor Studart Medeiros
Universidade de São Paulo

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Walter Zaia e Creusa Siqueira Zaia, que não mediram esforços ao me apoiar, me incentivando constantemente e fazendo tudo por mim, para eu realizar este meu grande sonho. Amo vocês.

Ao meu orientador Professor Doutor José Luiz Guimarães de Figueiredo, que sempre acreditou em mim, me ajudando e ensinando nesta longa batalha.

Aos meus irmãos Alexandre Zaia, Rodrigo Zaia e Júlio Zaia, por me ajudarem sempre nos momentos difíceis que sempre precisei.

Aos meus sobrinhos Vitor Zaia e Gabriel Zaia, como incentivo aos estudos e à pesquisa, para que eles participem da grande evolução da vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus por ter me dado saúde, sabedoria, coragem e disposição para alcançar este meu sonho.

Ao meu orientador Professor Doutor José Luiz Guimarães de Figueiredo, por ter compartilhado comigo seu tempo e seus conhecimentos, por ter acreditado em mim, pelo seu desempenho na execução deste projeto. Professor José, pode ficar ciente disto, meu amigo irmão, minha história será marcada eternamente pela sua presença em meu coração, por gratidão, por tudo que fez por mim. Muito obrigado, com honra Professor José!

A minha amiga irmã Alessandra Satake, por ter auxiliado intensamente na execução deste projeto. Adoro você Alessandra. Obrigado por tudo!

A Ludmila Miranda, a quem aprendi a admirar pela sua dedicação e companheirismo. Muito obrigado pelo intenso auxílio na execução árdua deste trabalho.

Aos Professores Doutores Paulo Zárate, Túlio Marcos, Pedro Gregol, pela imensa contribuição e dedicação de seu tempo no auxílio final deste trabalho.

A Professora Doutora Margareth Coutinho, ao qual tenho maior respeito e admiração, pelo seu auxílio no decorrer deste percurso. Obrigado Professora Margareth!

Ao Professor Doutor Igor Studart Medeiros, que me recebeu com portas abertas no laboratório de Biomateriais e Biologia Oral da Universidade de São Paulo, para auxiliar na execução deste trabalho. Meu muito obrigado!

Ao Fernando Taddeo, que não mediu esforços para nos ajudar no laboratório da Universidade de São Paulo na execução desta pesquisa.

A todos os professores e funcionários da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul que contribuíram de forma direta e indireta nesta pesquisa para que a mesma se concretizasse. Muito obrigado.

Ao CAPES pelo apoio e incentivo a realização desta pesquisa.

As empresas JC Estética, Zircozhan e Heraeus Kulzer pelo incentivo a pesquisa e contribuição neste trabalho.

À Universidade Federal de Mato Grosso do Sul e ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste, pela disponibilização e viabilidade para à conquista desta pesquisa.

**A mente que se abre a uma nova ideia jamais
voltará ao seu tamanho original.**

Albert Einstein

RESUMO

ZAIA WLS. Resistência adesiva da zircônia submetida a diferentes tratamentos de superfície. Campo Grande; 2014. [Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união por cisalhamento de um recente sistema adesivo, quando utilizado na cimentação com a zircônia. Foram confeccionados 72 corpos de prova de zircônia (Zirconhan), divididos e randomizados em 3 grupos, conforme o tipo de tratamento de superfície: G1 sem tratamento + sistema adesivo; G2 jateado com óxido de alumínio + sistema adesivo; e G3 tratamento triboquímico (Rocatec Plus) + sistema adesivo. Metade de cada grupo (n=12) teve sua resistência adesiva avaliada em dois momentos, 24 horas após a cimentação, mantidos estocados em água destilada em temperatura a 37°C, sem termociclagem, e após termociclagem (5.000 ciclos; 5°C-55°C). Os dados foram tratados pelo teste estatístico ANOVA, com pós-teste de Tukey ($\alpha \leq 0,05$). No primeiro momento os grupos G1 e G3 apresentaram maior resistência adesiva ($8,64 \pm 3,43$ MPa e $6,55 \pm 2,27$ MPa) em relação ao G2, e sem diferença estatística significativa entre eles. Após termociclagem, o grupo G3 apresentou maior resistência adesiva ($7,70 \pm 1,82$ MPa). Concluiu-se que inicialmente apenas o sistema adesivo promove resistência adesiva superior, mas, após a termociclagem ele tem uma resistência de união diminuída, e o melhor tratamento para promover maior resistência de união à zircônia é associar o tratamento triboquímico com o sistema adesivo.

Palavras-chave: zircônia, tratamento de superfície, resistência adesiva, sistema adesivo, cimento resinoso, revestimento de sílica.

ABSTRACT

ZAIA WLS. Bond strength of zirconia subjected to different surface treatments. Campo Grande; 2014. [Doctoral Thesis submitted to the Graduate Program in Health and Development in the Midwest Region of the Federal University of Mato Grosso do Sul].

The objective of this study was to evaluate the shear bond strength of a new adhesive system, when used in cementing the zirconia. 72 specimens of zirconia (Zirconzhan), divided and randomized into 3 groups according to the type of surface treatment: G1 without treatment + adhesive system + G2 sandblasting with aluminum oxide + adhesive system, and G3 tribochemical treatment (Rocatec Plus) + adhesive system. Half of each group (n = 12) had his bond strength evaluated at two points, 24 hours after cementation, kept stored in distilled water at 37 ° C Temperature Range, without thermal cycling and after thermal cycling (5.000 cycles; 5oC-55oC). Data were treatment by ANOVA with Tukey post-test ($\alpha \leq 0.05$). At first the G1 and G3 showed higher bond strength (8.64 ± 3.43 MPa and 6.55 ± 2.27 MPa) compared to G2, with no statistically significant difference between them. After thermal cycling, the G3 group showed higher bond strength (7.70 ± 1.82 MPa). It was concluded that the system initially only promotes good adhesive bond strength, but after thermal cycling he has a decreased bond strength, and the best treatment to promote greater bond strength to zirconia is associate tribochemical treatment with the adhesive system.

Keywords: zirconia, surface treatment, bond strength, adhesive system, resin cement, silica-coating.

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 - Tabela com os valores médios (MPa) e desvio padrão (\pm) do cisalhamento dos cps..... | 49 |
| Tabela 2 - Frequência relativa (%) do tipo de fratura dos corpos de prova submetidos a diferentes tratamentos de superfície..... | 56 |

LISTA DE QUADROS

| | |
|--|----|
| Quadro 1 - Quadro dos materiais utilizados na pesquisa..... | 43 |
| Quadro 2- Distribuição dos grupos conforme tratamento de superfície..... | 46 |

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - Corpo de prova fixado no dispositivo para jateamento.....45
- Figura 2 - Aparelho para jateamento.....45
- Figura 3 - Figura 3 – Sistema adesivo para zircônia Signum Zirconia Bond I + II.....47
- Figura 4 - Visão aproximada do corpo de prova sendo cisalhado.....48
- Figura 5 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 17 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).....50
- Figura 6 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G2, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (fratura); R3 cimento resinoso (Aumento 15 x). (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x) e a seta azul mostrando a depressão causada pelo jateamento com óxido de alumínio; (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 na região fraturada (Aumento 750 x) e a seta azul mostrando grande quantidade do elemento químico silício. (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região R3 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).....51
- Figura 7 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G3, mostrando fratura mista; R1 zircônia; R2 cimento resinoso e a seta azul indica região de fratura entre zircônia/cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região de fratura apontada pela seta azul na Fotomicrografia (A) (Aumento 750 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região da zircônia R1; mostrando as irregularidades da superfície (Aumento 1.900 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região R2 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).....52
- Figura 8 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15

x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do grupo G1 mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do grupo G1 mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).....53

Figura 9 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G2, mostrando fratura adesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso apontado pela seta azul (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1. Observe as depressões causadas pelo jateamento de óxido de alumínio (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 150 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região de cimento resinoso (Aumento 1.900 x).....54

Figura 10 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G3, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região da zircônia (R1), com as depressões causadas pelo tratamento triboquímico (Aumento 1.900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região do cimento resinoso (R2), (Aumento 1.900 x).....55

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ZrO₂ - Dióxido de zircônio

MDP - 10-metacrilóiloxidecil diidrogeno fosfato

Bis-GMA - Bisfenol glicidil metacrilato

4-META - Metacrilóiloxietiltrimelitato anidro metil metacrilato

Y-TZP - Zircônia tetragonal estabilizada por ítria

Al₂O₃ - Óxido de alumínio

MEV - Microscopia eletrônica de varredura

MPS - Metaciloxipropiltrimetoxisilano

TC - Termociclado

Laser - Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation

Nd: Yag - Laser de neodímio dopado com granada de ítrio e alumínio

Er: Yag - Laser de érbio dopado com granada de ítrio e alumínio

CO₂ – Dióxido de carbono

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

ACPS - 3-acriloxipropiltrimetoxisilano

GPS - 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano

MPS - 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano

STYRX – stiretiltrimetoxisilano

ICS - 3-isocianatopropiltriétoxisilano

(MPS) - 3-trimetoxisililpropilmetacrilato

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

CAD-CAM - Computer Aided Design/Computed Aided Manufactured, Projeto Assistido por computador/Fabricação Assistido por Computador Sistema computadorizado de produção cerâmica.

EDX - Espectroscopia dispersiva por raio X

BPEDMA - Bisfenol-A-politoxidimetacrilato.

DMA - Dimetacrilato.

LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|--------------------|-------------------------------------|
| °C | Graus Celsius |
| mm | Milímetro |
| μm | Micrômetro |
| α | Nível de confiança |
| mm/min | Milímetro por minuto |
| mm ³ | Milímetro cúbico |
| MPa | Mega Pascal |
| mm ² | Milímetro quadrado |
| n | Número de amostra |
| bar(s) | Bar (s) - unidade de pressão |
| cp | Corpo de prova |
| cps | Corpos de prova |
| mw/cm ² | Miliwatt(s) por centímetro quadrado |
| N | Newton |
| kV | Quilovolt (s) |
| p | Probabilidade |
| A | Área |
| pH | Potencial hidrogeniônico |

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO..... | 17 |
| 2 REVISÃO DE LITERATURA..... | 20 |
| 3 OBJETIVOS..... | 41 |
| 4 MATERIAIS E MÉTODOS..... | 42 |
| 4.1 Confecção dos espécimes de zircônia..... | 42 |
| 4.2 Confecção dos discos de resina composta..... | 43 |
| 4.3 Tratamentos de superfície da zircônia..... | 43 |
| 4.4 Cimentação dos discos de resina composta sobre as cerâmicas em zircônia..... | 45 |
| 4.5 Teste de resistência adesiva por cisalhamento..... | 46 |
| 4.6 Análise do modo de fratura através de lupa estereoscópica e microscopia eletrônica de varredura (MEV)..... | 47 |
| 4.7 Análise estatística..... | 48 |
| 5 RESULTADOS..... | 49 |
| 5.1 Resultados para o cisalhamento..... | 49 |
| 5.2 Resultados na análise da microscopia eletrônica de varredura MEV..... | 49 |
| 5.3 Classificação do modo de fratura..... | 55 |
| 6 DISCUSSÃO..... | 57 |
| 7 CONCLUSÕES..... | 64 |
| REFERÊNCIAS..... | 65 |
| APÊNDICES..... | 68 |

1 INTRODUÇÃO

Há na Odontologia diversos materiais para restaurar os dentes devolvendo a função e estética na cavidade oral. Para a reabilitação de coroas totais e próteses parciais fixas anteriores quanto posteriores tem-se a opção de utilizar a Zircônia, que é o nome comum dado ao dióxido de zircônio (ZrO_2) neste meio. Esta coroa de zircônia possui vantagens em relação a outros tipos de materiais empregados como infraestrutura para estes tipos de restaurações, pois possuem biocompatibilidade, alta resistência flexural (em torno de 1.000 MPa), estabilidade química e características óticas favoráveis (de SOUZA *et al.*, 2010; AKYIL *et al.*, 2010; MOON *et al.*, 2011).

Uma das vantagens das coroas em zircônia comparada às coroas metalocerâmicas é a estética, pois estas podem, no decorrer de longos períodos, transparecer um halo escuro no contorno dental, enquanto a zircônia é livre de metal. Outra vantagem comparada às coroas de alumina e dissilicato de lítio é a alta dureza e maior resistência à fratura apresentada pela zircônia (ÖZCAN *et al.*, 2008).

Na odontologia, a zircônia tipicamente utilizada é a que está na fase cristalina tetragonal, parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP), porque a zircônia pura é instável para o uso odontológico (AKYIL *et al.*, 2010). Uma das desvantagens da zircônia é a degradação por envelhecimento a baixas temperaturas e degradação em meio aquoso. Por isso, a necessidade de um agente de ligação ser fortemente aderido a ela quando este material é cimentado na cavidade oral (SATAKE, 2012). Além disso, pela zircônia ser tetragonal policristalina estabilizada por ítria ela se torna ácido resistente a alguns ácidos utilizados para cimentação (PASSOS *et al.*, 2010; ÖZCAN *et al.*, 2011).

Diversos fabricantes e pesquisadores têm desenvolvido materiais adesivos e técnicas de condicionamento de superfície cerâmica para cimentação destas restaurações em zircônia que propiciam uma cimentação com alta resistência adesiva.

Autores têm relatado que a melhor resistência adesiva promovida na cimentação entre zircônia e agentes cimentantes, é obtida por cimentos que possuem em sua composição monômeros fosfatados (KOIZUMI *et al.*, 2012).

O sistema adesivo utilizado para cimentação de zircônia que contém monômero fosfatado possui uma molécula monomérica fosfatada bifuncional, ou seja, uma cadeia orgânica polimerizável que reage com materiais restauradores; e um grupo hidrofílico fosfatado que reagem com a superfície da zircônia. Os cimentos mais potentes para cimentação de zircônia são baseados em Bis-GMA, 4-META metil metacrilato ou monômeros fosfatados (ÖZCAN *et al.*, 2011).

Estudos têm mostrado que o jateamento com óxido de alumínio e revestimento com sílica seguido de silanização pode ser usado para aumentar a resistência adesiva das cerâmicas de alumina infiltrada por vidro e em zircônia. Este tratamento com partículas de alumina revestida com sílica cria um efeito triboquímico na superfície cerâmica (PASSOS *et al.*, 2010; CRISTOFORIDES *et al.*, 2012; AMARAL *et al.*, 2014).

Estas abordagens de modificações na superfície da zircônia usando a partícula abrasiva a ar, tal como o tratamento triboquímico seguido de silanização ou com partículas de óxido de alumínio seguido por aplicação de *primer* cerâmico com um grupo funcional químico de monômeros fosfatados (MDP) aumentam a resistência adesiva de cimentação (ÖZCAN *et al.*, 2011).

Recentemente foi lançado no mercado um sistema adesivo indicado para uso em zircônia classificado como convencional de 3 passos que contém em sua composição química MDP.

Contudo, ainda não há um consenso na literatura quanto ao melhor e mais efetivo sistema adesivo que promova melhor resistência de união quando em contato com a zircônia, este trabalho propõe utilizar este novo sistema adesivo e modificar os passos clínicos preconizados pelo fabricante, analisando qual o melhor resultado.

Espera-se que a utilização apenas do sistema adesivo isoladamente sem a associação com diferentes tratamentos de superfície indicados para zircônia proporcione maior resistência de adesão.

Ainda é necessário estipular um protocolo clínico eficiente disponível com resistência adesiva suficiente para cimentação da zircônia promovendo segurança para sua utilização.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Matinlinna *et al.*, em 2007, avaliaram o efeito de 2 agentes de ligação silanos e a sua mistura na ligação cruzada de um silano na resistência adesiva de um cimento resinoso com base em dimetacrilato na superfície condicionada de zircônia. Um total de 140 espécimes de zircônia foram usados para 8 grupos testados. Após a abrasão com partículas de alumina, seguido do tratamento triboquímico (revestimento por sílica), os espécimes foram randomizados e atribuídos em 4 silanizações: com 1,0% volume 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano ou 1,0% volume 3-mercaptopropiltrimetoxissilano ou a mistura deles com 1,0% volume 1,2-bis-(trietoxiisilil) etano (todos em água/álcool). Os cilindros do compósito resinoso utilizado (RelyX Arc, 3M Espe) (n=10) foram polimerizados nas superfícies dos espécimes de zircônia. Os 4 grupos foram testados sem estocagem em água e termociclados com 6.000 ciclos (5 a 55°C), com tempo de imersão de 30 segundos. A resistência adesiva ao cisalhamento dos cilindros de cimento resinoso na zircônia foram testados usando uma máquina de teste com uma velocidade de 1 mm/min. Foi usado MEV para imagem da superfície da zircônia após a silanização e o cisalhamento. O modo de fratura foi analisado. A análise química da superfície foi realizada com o sistema EDX (espectroscopia dispersiva por raio X). A alta resistência adesiva ao cisalhamento foi de $21,9 \pm 8,7$ MPa, obtido com a mistura do 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano e 1,2-bis-(trietoxiisilil) etano (sem estocagem), e $16,0 \pm 1,5$ MPa, com 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano (termociclado). A termociclagem diminuiu a resistência adesiva significativamente (ANOVA, $p < 0,01$), e os silanos tiveram diferenças significativas ($p < 0,005$). Alguns espécimes descolaram espontaneamente durante a termociclagem. A adesão do cimento resinoso pode ser promovida para zircônia revestida por sílica com 1,0% volume 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano e com a mistura de 1,0% volume 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano e 1,0% volume 1,2-bis-(trietoxiisilil) etano.

Özcan *et al.*, em 2008, avaliaram a resistência adesiva de 4 materiais com várias composições químicas, e testaram a durabilidade em condições secas e envelhecidas, termocicladas quando ligadas em zircônia. Os materiais foram manipulados seguindo a orientação dos fabricantes. Foram utilizados 4 tipos de cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (Kuraray), Multilink (Ivoclar), Super Bond (Sun Medical) e Quadrant Posterior Dense (Cavex). Os cimentos foram dispostos na

superfície cerâmica de zircônia (Lava 3M, Espe) usando moldes de polietileno e polimerizados. Os espécimes foram randomizados e divididos em 2 grupos conforme suas condições: secos e ciclados. Enquanto o grupo seco foi testado imediatamente após a fixação do cimento resinoso, os outros espécimes foram submetidos à termociclagem (6.000 ciclos, 5°C a 55°C). A resistência adesiva ao cisalhamento foi significativamente afetada pela condição de estocagem ($p < 0,001$) e o tipo de resina ($p < 0,001$). Panavia F 2.0 mostrou maior resistência adesiva em condições seca ($9,6 \pm 4,1$ MPa). Com a cimentação resinoso seguida das orientações do fabricante após a ciclagem térmica, nenhuma adesão foi alcançada (0 MPa) na zircônia incluindo o Panavia F 2.0.

Blatz *et al.*, em 2007, avaliaram a curto e longo prazo, a resistência adesiva ao cisalhamento de 4 agentes cimentantes para zircônia seguido de diferentes tratamentos de superfície. Os espécimes cerâmicos de óxido de zircônia (Lava, 3M Espe) ($n = 320$) foram fabricados e randomizados em 4 grupos: não tratado (NOT), jateados com partículas abrasivas (SND), triboquímico Rocatec revestido com sílica/silano (ROC), lixados e polidos (GRD). Cilindros de resina composta foram colados nos espécimes de zircônia com compósito cimentante resinoso Rely X ARC (ARC), compósito resinoso adesivo Rely X Unicem (UNI), monômero adesivo fosfatado (PAN), e cimento de ionômero de vidro Rely X Luting (LUT). Foram estocados 10 espécimes em água destilada a 37°C por 3 dias (ST) ou estocados por 180 dias e termociclados por 12.000 ciclos (LT/TC), antes do teste de resistência adesiva ao cisalhamento. Análise estatística foi realizada pelo teste Kruskal-Willis. A resistência adesiva em curto prazo foi maior com ROC do que SND, e ambos foram melhores do que GRD e NOT. O grupo UNI revelou maior resistência adesiva do que PAN, ARC e LUT. LT/TC diminuiu os valores de resistência adesiva. GRD e NOT produziram resistência adesiva mais baixa. Ao longo prazo, ROC teve maior resistência adesiva ao cisalhamento, especialmente com UNI, PAN e ARC. Esses foram semelhantes para SND e PAN, que revelaram maior resistência adesiva ao cisalhamento. O envelhecimento artificial reduz a resistência adesiva. O jateamento com partículas abrasivas combinada com compósito resinoso contendo monômero adesivo fosfatado e com a superfície com tratamento triboquímico combinado com revestimento sílica/silano com qualquer agente de cimentação resinoso fornece superior resistência adesiva aos valores de cisalhamento.

Lindgren *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito de vários tratamentos e o envelhecimento em água quente sob pressão, na resistência adesiva da zircônia estabilizada por ítria. Espécimes de cerâmica à base de zircônia (Denzir) foram randomizadas e divididas em 3 grupos (n=10). Grupo 1, os espécimes foram cimentados com cimento resinoso (RelyX Unicem), Grupo 2 foram cimentados com RelyX Unicem e um metal *primer* – Metal Primer II, e o Grupo 3, cimentado com RelyX Unicem e *primer* cerâmica – Ceramic Primer. Os espécimes foram submetidos à força de cisalhamento antes e após o jateamento, e antes e após o envelhecimento, com água por 180 dias. Antes do envelhecimento, não houve diferenças significantes ($p>0,05$); não foi visto diferenças entre os grupos, antes e após o jateamento. O jateamento e o tratamento com os *primers* metal ($p<0,01$) ou cerâmica ($p<0,01$) tiveram um aumento significativo na resistência adesiva, comparado aos espécimes não tratados. Após o envelhecimento, a resistência adesiva dos espécimes jateados com metal *primer* ($p<0,01$) foi significativamente maior do que dos espécimes jateados com *ceramic primer* ($p<0,01$). Para os espécimes que foram jateados e tratados com metal *primer*, a resistência adesiva não foi significante afetada antes do envelhecimento ($p>0,05$), enquanto que, para os espécimes com *primer ceramic* ($p<0,01$) e sem primer ($p<0,05$), a resistência adesiva diminuiu. Assim, a abrasão a ar e tratamento com metal *primer* mostraram ser um método apropriado para melhorar a resistência adesiva.

Özcan *et al.*, em 2008, avaliaram métodos de condicionamento de superfície tradicional e laboratoriais na adesão do cimento resinoso dual com monômero funcional MDP para cerâmica a base de zircônia, após termociclagem. Discos de cerâmica Y-TZP (Lava, 3M Espe) com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram confeccionados. Os espécimes foram randomizados e divididos em 4 grupos (n=10), de acordo com o condicionamento de superfície: Grupo 1 – jateamento com partículas abrasivas com 50 μm de Al_2O_3 + Alloy Primer (Kuraray); Grupo 2 - jateamento com partículas abrasivas com 50 μm de Al_2O_3 + Cesead II Opaque Primer (Kuraray); Grupo 3 - jateamento com partículas abrasivas com 50 μm de Al_2O_3 + Silano Pen + agente de união (Bredent); Grupo 4 – tratamento triboquímico com revestimento de sílica (110 μm Al_2O_3 + 110 μm SiO_2) (Rocatec) + agente de união (Espe-Sil). O cimento adesivo Panavia F 2.0 (Kuraray) foi aderido na superfície cerâmica usando um molde de polietileno (3,6 mm de diâmetro e 5 mm de

altura). Todos os espécimes foram termociclados (5°C a 55°C, 6.000 ciclos) e submetidos ao teste de resistência adesiva ao cisalhamento (1mm/min). Os dados foram estatisticamente analisados (ANOVA um via, $\alpha=0,05$), e nenhuma diferença significativa foi encontrada entre os grupos ($8,43 \pm 1,3$, $8,98 \pm 3,6$, $12,02 \pm 6,7$, e $8,23 \pm 3,8$) ($p=0,1357$). Por conseguinte, o desempenho de métodos de condicionamento tradicionais usados foi igual com a alternativa do testada em laboratório.

Amaral *et al.*, em 2008, avaliaram a durabilidade da resistência adesiva entre o cimento resinoso e cerâmica aluminizada submetida a vários métodos de condicionamentos de superfície. Foram confeccionados 24 blocos ($5 \times 5 \times 4 \text{ mm}^3$) de cerâmica com vidro infiltrado zircônia-alumina (In Ceran Zirconia Classic) foram randomizadas e divididas em 3 grupos com diferentes tratamentos de superfície: ST1 - abrasão a ar com partículas de Al_2O_3 (110- μm) + silanização; ST2 - tratamento triboquímico com método com revestimento de sílica (110- μm Al_2O_3 , 110- μm sílica) (Rocatec) + silanização; ST3 – triboquímico método com revestimento de sílica (30- μm SiO_2) (Cojet) + silanização. Cada bloco de cerâmica foi colocado num molde de silicone com o tratamento de superfície exposto. O cimento resinoso (Panavia F 2.0, Kuraray) foi preparado e injetado até o final do molde sobre a superfície tratada. Os espécimes foram cortados e divididos em grupos randomizados em duas condições: (a) micro tração seco após o corte, (b) termociclado (TC) – (6.000 ciclos, 5°C a 55°C) e estocagem em água por 150 dias. Obteve-se 6 grupos experimentais ($n=50$): Gr1 ST1+seco; Gr2 ST1+TC; Gr3 ST2 + SECO; Gr4 ST2 + TC; Gr5 ST3 + SECO; Gr6 ST3 + TC. Após o teste de micro tração os tipos de fraturas foram analisados. ST2 ($25,1 \pm 11,0$) e ST3 ($24,1 \pm 7,4$) apresentaram maior resistência adesiva (MPa) do que ST1 ($17,5 \pm 8,0$) independente das condições de envelhecimento. Enquanto o Gr2 mostrou resultados menores ($13,3 \pm 6,4$), os outros grupos ($21,7 \pm 7,4 - 25,9 \pm 9,1$) não mostraram diferença estatística significativa. (ANOVA dois vias e teste de Tukey). A maioria das fraturas foi mista 82%, seguida das fraturas adesivas 18%. Gr2 apresentou alta incidência de fratura adesiva 54% maior que os outros grupos ($p=0,0001$). Ambos os tratamentos triboquímicos mostraram resistência adesiva durável no cimento resinoso para a cerâmica com vidro infiltrado zircônia-alumínio.

Komine *et al.*, em 2009, avaliaram a resistência adesiva ao cisalhamento entre compósito indireto e dióxido de zircônia (cerâmica à base de zircônia) após termociclagem. Um total de 80 discos de zircônia (Katana) foram divididos em 5

grupos e aderidos com os seguintes agentes iniciadores: All Bond 2 Primer B (ABB), Alloy Primer (ALP), AZ Primer (AZP), Estenia Opaque Primer (EOP) e Porcelain Liner M Liquid A (PLA). O material compósito indireto (Estenia C&B) foi ligado ao iniciador na zircônia. Metade dos espécimes (n=8) de cada grupo foram estocados em água destilada a 37°C, por 24 horas. Os espécimes remanescentes foram termociclados 5.000 ciclos antes do teste de resistência adesiva ao cisalhamento. A resistência adesiva antes da termociclagem variou de 10,1 a 15,6 MPa; a resistência adesiva após a ciclagem variou de 4,3 a 17,6 MPa. O grupo ALP teve maior resistência após ciclagem, não havendo diferença significativa entre o PLA, AZP, EOP e ALP que não diminuíram após a termociclagem. A aplicação de um monômero que contém ácido carboxílico funcional anidro (4-META), ácido fosfônico (6 MHPA), ou monômero fosfatado (MDP) promove uma resistência de união duradoura entre Estenia C&S e zircônia Katana.

Oyagüe *et al.*, em 2009, avaliaram a estabilidade hidrolítica em diferentes cimentos resinosos duais quando cimentados em cerâmica à base de zircônia. Foram confeccionados 18 cilindros de zircônia (Cercon Zirconia, Dentsply): Grupo 1 – nenhum tratamento; Grupo 2 – jateamento (125 µm partículas de Al₂O₃); Grupo 3 – triboquímico, revestimento com sílica (50 µm partículas de Al₂O₃ com sílica modificada). Blocos de cerâmica foram duplicados em resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent). Discos de resina composta foram cimentados nas superfícies cerâmicas pré-tratadas usando: 1 – Clearfil Esthetic Cement (CEC, Kuraray); 2 – Rely X Unicem (RXU, 3M Espe); 3 – Calibra (CAL, Dentsply Caulk). Após 24 horas da cimentação estas foram cortadas em palitos de 1 mm². Metade dos palitos foi submetida à tração até fratura (velocidade de 0,5 mm/min). A outra metade foi testada após 6 meses em estocagem em água a 37°C. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA três vias e teste de Tukey (p<0,05). Análises por MEV foram realizadas. Após 24 horas, resistência adesiva CEC para zircônia foi significativamente maior do que RXU e CAL, independente do pré-tratamento realizado na cerâmica (p<0,001). Usando CAL, todas as amostras falharam prematuramente, exceto quando foi jateado a superfície. Após 6 meses o envelhecimento em água, a resistência adesiva do CEC diminuíram significativamente. Em RXU não alterou a resistência adesiva. Os espécimes cimentados com CAL que foram jateados se soltaram antes do tempo final. Alterações micro morfológicas foram evidentes após a estocagem em água. A

longevidade da interface resina-cerâmica depende mais da seleção do cimento do que do pré-tratamento da superfície. CEC e RXU, ambos foram adequados para cimentação da zircônia. O envelhecimento em água desempenha um papel importante na durabilidade da adesão química do compósito e zircônia.

Yun *et al.*, em 2010, avaliaram o efeito do jateamento e metal *primers* na resistência adesiva ao cisalhamento de 3 cimentos resinosos comerciais para cerâmica zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP). Foram confeccionados 120 cilindros de cerâmica (7 mm x 12 mm). Os espécimes foram divididos e randomizados em 12 grupos (n=10), de acordo com o tratamento de superfície (controle; somente jateamento; somente metal *primer*; jateamento + metal *primer*) e cimento resinoso metal *primer* (Alloy Primer – Panavia F 2.0, V-primer - Superbond C&B, Metaltite – M bond). O cimento resinoso foi misturado e colocados dentro de moldes (3 mm x 3 mm) sobre a superfície de zircônia tratada. Todos espécimes foram termociclados (5°C a 55°C, 5.000 ciclos) e submetidos ao cisalhamento para teste de resistente adesiva com uma velocidade 0,5 mm/min. Todos os dados foram estatisticamente analisados usando ANOVA de duas vias e múltipla comparação com o teste Scheffé ($\alpha=0,05$), e imagens por MEV das áreas de fraturas foram usadas para avaliar o modo de fratura. No Panavia F 2.0, a resistência adesiva dos espécimes tratados com jateamento e metal *primer* (Alloy Primer) foi significativamente maior do que nos outros subgrupos. Em Superbond C&B e M bond, o jateamento aumentou significativamente a resistência adesiva ao cisalhamento, mas o efeito do metal *primer* (V-primer e Metaltite) não foi significativo e houve discordância na interação. Metal *primer* adesividade entre cerâmica Y-TZP e cimento resinoso. Apesar do metal *primer* não ser suficiente se usado sozinho, a aplicação combinada com jateamento parece ser um tratamento apropriado para melhorar a resistência adesiva do cimento resinoso com a cerâmica Y-TZP, especialmente no Panavia F 2.0.

May *et al.*, em 2010, avaliaram a influência do revestimento com sílica e MDP *primer* na durabilidade de ligação de um cimento resinoso à base de MDP com uma cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP). Foram confeccionadas 96 guias de Y-TZP foram embutidas em resina acrílica com superfícies livres para adesão (5 x 5 mm²) finalizados e randomizados em 4 grupos (n=24) de acordo com as condições da superfície cerâmica: (1) limpo com isopropanol (ALC); (2) ALC + ácido fosfórico + aplicação *primer* base-MDP (MDP-

primer); (3) revestimento com sílica + 3-MPS agente de aplicação de acoplamento ($\text{SiO}_2 + \text{MPS-Sil}$); e (4) $\text{SiO}_2 + \text{MDP-primer}$. O cimento resinoso à base de MDP foi aplicado na superfície tratada usando um molde cilíndrico (3 mm de diâmetro). Metade dos espécimes de cada grupo foram estocados em água destilada (37°C, 24 horas) antes do teste. Outra metade dos espécimes foram estocados por 90 dias e termociclados 12.000 ciclos (90 dias/TC). O teste de resistência adesiva ao cisalhamento foi realizado a uma velocidade 0,5 mm/min. Dois fatores compuseram o projeto experimental: estratégia do condicionamento cerâmico (em 4 níveis) e condições de estocagem (em 2 níveis), totalizando 8 grupos. Após 90 dias/TC (Tukey $p < 0,05$), $\text{SiO}_2 + \text{MDP-primer}$ (24,4 MPa) promoveram maior resistência ao cisalhamento. Os grupos ALC e *MDP-primer* soltaram-se espontaneamente durante 90 dias/TC. O revestimento com sílica seguido do uso do agente de união MDP-base foi a melhor opção entre as alternativas testadas para unir a Y-YZP ao cimento resinoso MDP-base. O revestimento com sílica apresentou uma relevante influência sobre a resistência adesiva e durabilidade adesiva.

Passos *et al.*, em 2010, avaliaram a qualidade adesiva de um autoadesivo simplificado e outro convencional para zircônia Y-TZP em condições secas e após termociclagem. Foram confeccionados 192 blocos de cerâmica (Vita) Y-TZP de 5 x 5 x 2 mm onde os mesmos foram embutidos em resina acrílica divididos e randomizados em 2 grupos baseado nas condições de tratamento de superfícies: isopropanol 96% e tratamento triboquímico (Cojet, 3M) com revestimento de sílica e silanização. De acordo com as superfícies, as mesmas foram divididas em 4 grupos e receberam os seguintes cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (Kuraray), Variolink II (Ivoclar), RelyX 100 (3M Espe) e Maxcem (Kerr). Após 24 horas metade das amostras $n=12$, foram submetidas ao teste de cisalhamento (0,5 mm/min.). O restante dos espécimes foi armazenado 90 dias em água destilada a 37°C e após receberam 12.000 ciclos térmicos (5°C a 55°C). Foram então avaliados os tipos de falhas. Os dados foram analisados usando ANOVA de três vias e teste de pós-teste de Tukey ($\alpha=0.05$). Efeitos significativos foram observados no condicionamento, tipo de cimento e condições de estocagem $p < 0,0001$. Os grupos limpos com álcool mostraram baixos valores de resistência adesiva onde foi reduzido drasticamente após a ciclagem térmica. Os grupos condicionados com o revestimento de sílica e silanização mostraram alta resistência adesiva em ambas às condições sem ciclagem e com ciclagem. Um alto número de amostras falhou prematuramente

antes do teste quando foram limpos com isopropanol 96%. Em geral o tratamento triboquímico promove superior resistência de união independente do cimento resinoso utilizado, a limpeza com álcool resultou em forças de união baixas e instáveis, independente do tipo de cimento utilizado e a longevidade da interface resina-Y-YZP depende do tipo do agente de cimentação.

Akyil *et al.*, em 2010, avaliaram a resistência ao cisalhamento de cimento resinoso com cerâmica a base de zircônia estabilizada com ítria com diferentes tratamentos de superfície: abrasão a ar, revestimento com sílica, irradiação a Laser (CO₂, Er-YAG, Nd-YAG) e irradiação a Laser após os tratamentos de superfície com abrasão a ar e revestimento com sílica. Espécimes (n=12) foram irradiados com Laser em diferentes parâmetros e examinados por MEV para determinar quais seriam utilizados no estudo. Foram confeccionados 141 discos de zircônia estabilizada por ítria, com 8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura e distribuídos em 9 grupos randomizados: nenhum tratamento de superfície (C), abrasão a ar (AA), revestimento com sílica (CJ), Laser Er:YAG (ER), Laser Nd-YAG (ND), Laser CO₂ (CO), abrasão a ar + Laser Er-YAG (AA+ER), abrasão a ar + Laser Nd-YAG (AA+ND), abrasão a ar + Laser de CO₂ (AA+CO). Todos os grupos foram lavados com lavadora ultrassônica e limpos com isopropanol 96% por 3 minutos e secos com ar antes dos tratamentos de superfície. Os discos de resina composta foram confeccionados. Após os tratamentos de superfícies os espécimes foram silanizados (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray) e cimentados discos de resina composta com cimento resinoso (Clearfil Esthetic Cement, Kuraray). As amostras foram estocadas 24 horas em água destilada a 37°C. Os espécimes foram termociclados entre 5°C e 55°C por 500 ciclos com tempo de 30 segundos em cada imersão. A resistência ao cisalhamento foi determinada com a máquina de ensaio (Instron) com uma velocidade de 0,5 mm/min até a ruptura. Todas as amostras foram analisadas por um microscópio óptico para análise do tipo de fratura. A análise estatística foi realizada pelo teste ANOVA uma via ($\alpha=0.05$) e pós-teste de Duncan. A maior resistência de união ao cisalhamento foi obtida pelo grupo AA e foi semelhante ao grupo CJ. Nos grupos C, ER, CO, ND, AA+ND e AA+CO, a resistência de união ao cisalhamento foram similar em cada um de acordo com os resultados dos testes de Duncan. A superfície com abrasão a ar e revestimento com sílica foram os métodos mais efetivos para melhorar a resistência adesiva entre o cimento resinoso e a

zircônia estabilizada com ítria; ambas irradiações dos Laseres Er:YAG e CO₂ aumentaram a resistência adesiva; a irradiação com o Laser Nd:YAG também aumentaram a resistência adesiva e após a irradiação com o Laser CO₂ e o Laser Er:YAG foi aumentada a resistência adesiva, mas o Laser Nd:YAG diminuiu a resistência adesiva.

de Souza *et al.*, em 2010, avaliaram o efeito dos *primers*, sistemas de cimentação e ciclagem térmica na resistência adesiva de substratos de zircônia estabilizada por ítria (Lava - 3M). Foram confeccionados 18 discos de zircônia (19,5 x 4 mm) e suas superfícies foram polidas e tratadas (n=3) com o *primer* MDP (Md) ou MDP e VBATDT (MV). No grupo controle (n=3) nenhum tratamento químico foi realizado. As amostras receberam limpeza em cuba ultrassônica por 10 minutos. Também foram confeccionados também discos de resina composta (Z-100 Universal, 3M), estas amostras de resinas foram cimentadas nos discos de zircônia com os cimentos Panavia F (kuraray) (Pa) e Rely X Unicem (3M) (RU). Após a randomização dos espécimes em 6 grupos (n=3) e após 24 horas as amostras foram seccionadas pelo teste de micro tração e retornado em água destilada a 37 °C por 2 diferentes períodos antes dos testes: 72 horas; 60 dias e mais termociclagem (5°C a 55 °C, 5.000 ciclos). O teste de resistência adesiva foi realizada com 1 mm/min. Os valores em MPa foram analisados através do teste ANOVA e pós-teste de Tukey (p>0,05). A aplicação do *primer* MV resultou numa alta resistência adesiva (22,77 MPa), estatisticamente superior do que o *primer* Md (12,78 MPa) e o grupo controle apresentou baixo valor de resistência adesiva (9,17 MPa). Quando os sistemas de cimentação foram comparados RU promoveu alta resistência adesiva (16,07 MPa) em comparação com Pa (13,75 MPa). A média da resistência adesiva diminuiu após a ciclagem térmica (9,35 MPa) quando comparado com os valores iniciais (20,46 MPa). Os resultados apresentados por este estudo *in vitro* concluíram que o tratamento químico da superfície baseada em MDP e VBATDT combinados, melhora a resistência adesiva entre a zircônia e o sistema de cimentação e sem nenhum prévio tratamento mecânico realizado depende do sistema de cimentação utilizado. Esse tratamento químico resultou em uma alternativa confiável para alcançar adequada e durável resistência adesiva.

Behr *et al.*, em 2011, investigaram a resistência adesiva ao cisalhamento (SBS) e a resistência adesiva a tração (TBS) da interface resina e zircônia usando

diferentes cimentos para união. Foram fabricados espécimes de zircônia mensurando 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura. Todas as áreas que seriam ligadas foram jateadas com 110 μm Al_2O_3 (0,28 MPa, 10 segundos). SBS E TBS após 24 horas e 90 dias após estocagem em água receberam 12.000 ciclos térmicos (5°C a 55°C). Os conceitos adesivos consistiram na aplicação de um agente de união para ligação, triboquímico - revestimento sílica (Rocatec system 3M, Espe), cimentos ou *primers* contendo fosfato, mono-fosfato, ou di-fosfato e uma combinação de revestimento com sílica com *primer*. A resistência adesiva acima de 10 MPa foi considerada clinicamente suficiente alta. No cisalhamento cada conceito adesivo superou este valor exceto MaxCem após 90 dias. A aplicação do agente de ligação silano sozinho mostrou valor muito baixo nos testes de tração. Revestimento com sílica foi somente suficiente após 90 dias em estocagem em água e quando combinado com ésteres fosfatados ou *primers* contendo fosfato. Os agentes adesivos baseados em di-fosfato ou fosfato mostrou valor estável na tração menor do que 10 MPa em diferentes condições de envelhecimento. O modo predominante de fratura foi à adesiva na superfície cerâmica. Nenhum dos conceitos adesivos investigados para a interface zircônia/resina forneceu clinicamente resistência adesiva a tração suficiente. Os valores de cisalhamento foram inadequados para a classificação.

Smith *et al.* (2011) compararam a resistência adesiva da zircônia por micro tração a longo prazo, um novo tratamento de modificação de superfície, ao atual método de condicionamento de superfície para zircônia, quando cimentadas com compósito resinosos. Foram utilizados para a pesquisa 2 blocos (18 mm x 14 mm x 12 mm) (Pro-Cad – Ivoclar, Lava 3M, ESPE) de cerâmica de zircônia e sinterizados conforme orientações do fabricante. Foram fabricados 12 compósitos de resina (Herculite XRV) com as mesmas dimensões. As superfícies dos blocos foram polidas com lixa carbureto (1200 μm) e abrasão a ar com 50 μm alumina, 0,28 MPa por 20 segundos. Os blocos foram separados em 6 grupos: (1) porcelana (controle), (2) tratamento com ácido fluorídrico/silano, (3) ZrO_2 e tratamento com *primer*, (4) ZrO_2 novo modelo modificado com uma camada de 3,2 μm de sílica/silano, (5) ZrO_2 novo modelo modificado com uma camada de 5,8 μm de sílica/silano, (6) ZrO_2 novo modelo modificado com uma camada de 30,4 μm de sílica/silano. Os blocos foram cimentados (Clearfil Esthetic) estocados em água destilada a 37°C, por 24 horas,

cortados para micro tração, depois resistência adesiva foi mensurada por uma máquina de teste universal no intervalo de 0, 1, 3, e 6 meses. Todos os grupos foram analisados pelo teste ANOVA, Tukey, $p < 0.05$. Após o envelhecimento todos os espécimes com a camada de sílica exibiram resistência adesiva por micro tração semelhante aos espécimes Cojet, mas menos do que a porcelana modificada por silano. A deposição de uma camada de sílica sobre a zircônia resulta em similar ou superior resistência adesiva por longo prazo quando comparada a silanização tradicional e a técnicas adesivas para zircônia, mas, menor do que o tratamento com silano para porcelana dental.

Matinlinna e Lassila, em 2011, avaliaram o efeito de 5 monômeros silano iniciadores *in vitro* na resistência adesiva ao cisalhamento do cimento resinoso com éster fosfatado ligado a zircônia silicatizada. Um total de 144 espécimes de zircônia (Procera AllZircon) foram submetidos ao tratamento triboquímico, randomizados e divididos em 12 grupos ($n=12$), e silanizados com 1,0 % de soluções ativadas de ACPS, 3-GPS, 3-MPS, STYRX, e 3-ICS, que tinham sido preparados com álcool 95% (pH 4.5). Uma leitura foi realizada para usar o 3-MPS (RelyX Unicem) foi usado como controle. Cada espécime foi cimentado em zircônia silicatizada e silanizada. Metades dos espécimes dos grupos foram testadas a secos e a outra metade foram termociclados com 6.000 ciclos entre 5°C a 55°C, com tempo de imersão de 30 segundos. A resistência adesiva ao cisalhamento do cimento aderido a zircônia foram mensurados usando uma máquina universal de teste a uma velocidade de 1mm/min. A ativação do silano iniciador foi avaliada usando espectroscopia infravermelho de Fourier. A alta resistência adesiva foi obtida por 3-ACPS em estocagem seca, 11,7 MPa e após termociclagem 17,6 MPa para 3-GPS. O baixo valor de resistência adesiva ao cisalhamento foi obtido com o silano controle: em estocagem seca 4,5 MPa, após termociclagem 6,5 MPa. A termociclagem aumentou a resistência adesiva significativamente (ANOVA, $p < 0.001$) e diferentemente para cada tipo de silano. A silanização com os 5 iniciadores silanos experimentais *in vitro* produziram significativamente ótima resistência adesiva ao cisalhamento do que o silano controle pronto para o uso.

Moon *et al.*, em 2011, tiveram como proposta do estudo avaliar o efeito da ordem no preparo da estrutura cristalina da zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria e a resistência adesiva com o cimento resinoso. Foram preparados 150 cilindros de Y-TZP pré-sinterizados (9 mm x 13.5 mm) e divididos

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

Özcan *et al.*, em 2011, avaliaram o efeito de 2 silanos (MPS) e (MPS/4-META) na adesão de 2 cimentos resinosos (SuperBond e Panavia F 2.0) a cerâmica Y-TZP. Discos de cerâmica Y-TZP (Lava, 3M ESPE) foram divididos em 6 grupos experimentais (n=10) e tratados da seguinte forma: (1) revestimento de sílica (SC) + silano MPS + SuperBond, (2) SC + silano MPS/4-META + SuperBond, (3) SC + silano MPS + Panavia F 2.0, (4) SC + silano MPS/4-META + Panavia F 2.0, (5) nenhum condicionamento + silano MPS/4-META + SuperBond (instruções do fabricante), (6) condicionamento com 50 μm Al_2O_3 + Panavia F 2.0 (instruções do fabricante). Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento após estocagem em água a 37°C em ambiente escuro, por 3 meses. Os dados foram analisados por análise variância e teste Tukey. Após o revestimento de sílica a

resistência adesiva do cimento SuperBond não teve diferença significativa entre MPS e o silano MPS/4-META, mas a resistência adesiva no Panavia F 2.0 foi significante maior com o silano MPS do que com o silano MPS/4-META ($p < 0.001$). Usando apenas as recomendações do fabricante no SuperBond resultou-se em maior resistência adesiva do que Panavia F 2.0. Quando o revestimento de sílica e a silanização foram utilizados, os cimentos SuperBond e Panavia F 2.0 demonstraram maior resistência adesiva comparado ao que se utilizou apenas as instruções do fabricante. Com SuperBond e o uso dos silanos MPS ou MPS/4-META resultaram em nenhuma diferença significativa quando a superfície cerâmica foi revestida por sílica, mas o Panavia F 2.0 com o uso do silano MPS resultou em maior resistência adesiva do que o silano MPS/4-META. A utilização do revestimento de sílica e a silanização para a superfície da zircônia melhora a adesão comparando com os protocolos de cimentação indicados pelos fabricantes dos cimentos SuperBond e Panavia 2.0 F.

Ural *et al.*, 2011, avaliaram o efeito de diferentes iniciadores na resistência adesiva de cimento resinoso para a superfície da zircônia *in vitro*. Discos de zircônia (Ice Zirkon) ($10 \times 2 \text{ mm}^2$) foram divididos em 3 grupos iguais para aplicação de diferentes *primers*: Monobond-S, Clearfil Ceramic Primer e Signum Zirconia Bond. E mais 10 espécimes serviram como controle. 40 blocos de resina composta foram cimentados ($6 \times 2 \text{ mm}^2$) (Panavia F 2.0) nos espécimes de zircônia. A resistência adesiva ao cisalhamento foi mensurada. As superfícies cerâmicas da zircônia foram examinadas por MEV. O teste ANOVA, mostrou que as diferentes aplicações de *primers* afetou a resistência adesiva no cimento resinoso adesivo e na zircônia. Os maiores valores obtidos foram encontrados na aplicação do Signum Zirconia Bond ($54,9 \text{ MPa} \pm 9,4 \text{ MPa}$), e menores valores foram encontrados no grupo controle. O Signum Zirconia Bond é efetivo para aumentar a resistência adesiva entre o cimento resinoso e a zircônia.

Koizumi *et al.*, em 2012, avaliou e comparou as características adesivas de agentes cimentantes resinosos e em especial os *primers* cerâmicos para zircônia. Confeccionou-se 242 amostras em forma de discos com cerâmica à base de dióxido de zircônia (Katana) e aderidos com 4 cimentos resinosos sem *primers*. Além disso, a zircônia foi aderida com combinações de 7 sistemas adesivos de 3 agentes *primers* e 3 cimentos resinosos, 2 dos cimentos foram à base de resina e 2 agentes

de iniciação de síntese de cerâmica continham um monômero adesivo idêntico MDP, no próprio material ou no *primer*. Resistência adesiva ao cisalhamento foi determinada a partir de 20.000 ciclos após a termociclagem. O teste Kruskal-Wallis foi realizado para ambos, pré e pós termociclagem. Foi avaliada a diferença nos grupos entre o *primer* e o agente de cimentação. Baseado no teste Kruskal-Wallis e nas comparações múltiplas Steel-Dwass foram ainda realizados os testes para comparar a diferença entre 4 agentes cimentantes e as 7 combinações de 3 *primers* e 3 agentes cimentantes para ambas condições pré e pós ciclagem. Obtiveram-se os seguintes resultados: Clearfil SA Cement (5,8 MPa) e Panavia F 2.0 (6,7 MPa) estes mostraram uma resistência adesiva estatisticamente maior do que os outros materiais (0,1 MPa) ($p > 0,05$). Entre as 7 combinações *primer/cimento*, Clearfil Ceramic Primer combinado com Clearfil Esthetic Cement exibiram a maior resistência adesiva após a termociclagem (7,5 MPa) seguido por 2 grupos com Monobond Plus (4,0 – 4,6 MPa) ($p > 0,05$). A aplicação do cimento resinoso e primer contendo o monômero adesivo MDP fornece melhor resistência adesiva para a zircônia do que os outros sistemas.

Silva *et al.*, em 2012, avaliaram o efeito de diferentes estratégias com fornecimento de calor a um *primer* cerâmico avaliando a resistência adesiva através de cisalhamento entre um cimento resinoso contendo MDP e zircônia estabilizada por ítria. Cubos pré-sinterizados medindo entre 4.5 x 3.5 x 4.5 mm³ foram produzido com Y-TZP e foram embebidos em PMMA (polimetil metacrilato). Os espécimes receberam acabamento e foram limpos em cuba ultrassônica com água destilada e randomizados em 10 grupos experimentais (n=14) de acordo com o tratamento de calor que o *primer* cerâmico recebeu e a condição de envelhecimento. A estratégia para os grupos experimentais foram: CG (controle), sem *primer*; G20 aplicação de *primer* em temperatura ambiente (20°C); G45 aplicação de *primer* mais tratamento de calor a (45°C); G79 aplicação de *primer* mais tratamento de calor a (79°C); G100 aplicação de *primer* mais fornecimento de calor a (100°C). Após 24 horas os espécimes foram ciclados (6.000 ciclos, 5°C a 55°C, 30 segundos por imersão). Foi confeccionado sobre a superfície cerâmica em cada espécime de cada grupo um cilindro de cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0) e estocados por 24 horas em água destilada a 37°C. Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência adesiva por cisalhamento. Os dados foram estatisticamente analisados pelo teste de ANOVA dois-vias e pós-teste de Tukey ($\alpha = 0.05$). O grupo G79 sem

ciclagem térmica ($7,23 \pm 2,87$ MPa) apresentou o maior valor do que os outros grupos sem envelhecimento, (GC: $2,81 \pm 1,5$ MPa; G20: $3,38 \pm 2,21$ MPa; G100: $3,96 \pm 1,57$ MPa), mostrando apenas diferenças não significativas para o grupo G45 (G45: $6,0 \pm 3,63$ MPa) obtiveram resistência adesiva zero. O tratamento com calor para o sistema *primer* metal/zircônia melhora a resistência adesiva apenas em condição inicial, mas, não promove estabilidade adesiva após a ciclagem térmica.

Cura *et al.*, em 2012, afirmaram que as cerâmicas à base de zircônia oferecem restaurações resistentes, mas a resistência adesiva entre cimento resinoso e a zircônia não é boa. Este estudo avaliou a resistência de união do sistema/silano, adesivo/cimento resinoso e *primer* zircônia/cimento resinoso, combinados com superfícies de zircônias não glazeadas e glazeadas, antes e após envelhecimento. Foram confeccionados 80 discos de zircônia (Zirkonzahn, Itália) com 8mm de diâmetro e 2 mm de espessura (n=10) que foram sinterizados conforme instruções do fabricante. Os espécimes foram randomizados e divididos em 2 grupos; metade recebeu um revestimento com glaze cerâmico, e a outra metade não. Os espécimes glazeados foram condicionados com ácido fluorídrico a 9,5% por 60 segundos, lavados com água por 90 segundos e neutralizados. Os espécimes glazeados e não-glazeados foram divididos em 2 grupos. Cada grupo foi cimentado com o cimento resinoso Variolink II e o Multilink Automix e foram aderidos nas superfícies de zircônia com os seus sistemas adesivos correspondentes. No grupo de Variolink II, a superfície de zircônia foi silanizada com o Monobond-S, e o adesivo resinoso Heliobond foram aplicados e polimerizados. No grupo do Multilink Automix um revestimento de zircônia/metal *primer* foi aplicado com *microbrush*, e aguardou-se a reação por 180 segundos, e foram secos com ar livre de óleo. Metade dos espécimes de cada grupo foi submetida à termociclagem por 5.000 ciclos (5°C a 55°C) e a outra metade mantidos em 24 horas em estufa a 37°C antes do teste. Os espécimes foram montados na máquina de teste de cisalhamento e as forças foram aplicadas na interface cimento e cerâmica até a ocorrência da fratura (1mm/min.) Depois da fratura todos os espécimes foram analisados por microscopia eletrônica de varredura e os tipos de fratura foram analisados. Os dados foram avaliados pelo teste ANOVA de três-vias e pós-teste de Dunnett-T3. A aplicação da camada de glaze melhorou significativamente a resistência adesiva no silano/adesivo/Variolink II ($p < 0,05$), mas não foi encontrado efeito significativo no grupo zircônia *primer*/Multilink Automix ($p > 0,05$). A termociclagem não aumentou significativamente os resultados

em nenhum dos grupos ($p > 0.05$). A análise das fraturas revelou exclusivamente fratura adesiva no grupo não glazeado, mas predominantemente fratura mista no grupo glazeado. O silano (Monobond S)/adesivo (Heliobond)/cimento resinoso Variolink II combinados com o glaze beneficiaram a superfície da zircônia, mas a zircônia *primer*/cimento resinoso Multilink Automix sozinho também promoveram resistência adesiva suficiente para a zircônia.

Cristoforides *et al.*, 2012, avaliaram diferentes abordagens para a ligação de compósitos à superfície cerâmica à base de zircônia estabilizada com ítria Y-TZP (Vita, Alemanha). Foram realizados 100 blocos de cerâmicas $7.5 \times 7.5 \times 2.5 \text{ mm}^3$ e embutidas em resina acrílica, que tiveram suas superfícies livres polidas e foram randomizadas em 10 grupos ($n=10$). As abordagens testadas incluíram 4 tratamentos de superfícies: triboquímico revestimento com sílica (TBS), MDP revestimento de *primer*/silano, jateamento e *primer*/metal para zircônia. O álcool foi utilizado para limpar a superfície dos espécimes do grupo controle. O tratamento foi seguido pela aplicação, ou não, do MDP contido no cimento resinoso. Subsequente uma resina composta foi aplicada na superfície cerâmica usando um modelo cilíndrico (4 mm de diâmetro). Após 60 dias em estocagem em água e 6.000 ciclos térmicos os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. Análise de variância e teste de Tukey foram utilizados para análise estatística. Considerando as abordagens avaliadas o TBS mostrou ser o melhor tratamento de superfície para Y-TZP. O uso do MDP contido no cimento entre o compósito e a superfície Y-TZP não é efetivo.

Chen *et al.*, em 2012, avaliaram as propriedades de um cimento resinoso contendo MDP com cerâmica em zircônia, utilizando uma técnica experimental com revestimento de sílica-zircônia com diferentes condições de *primer*. Foram divididos em 2 grupos 18 discos de cerâmica à base de zircônia (Cercon): grupo controle e o grupo experimental com revestimento de sílica-zircônia. As amostras de cada grupo foram divididos em 3 subgrupos ($n=3$) de acordo com os *primers*: sem *primer*, um *primer* contendo MDP (ED *primer* II) ou um *primer* com silano acoplado (RelyXTM Ceramic Primer). Discos de resina composta (FiltekTM Z250) foram cimentados com a superfície tratada com cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0). As amostras foram cortadas e divididas aleatoriamente para cada grupo, metade foi estocada a 37°C por 24 horas e a outra metade estocada por 30 dias. Após a estocagem em água as amostras foram submetidas ao teste de resistência adesiva

à micro tração. Os resultados foram analisados pelo teste ANOVA, enquanto a fratura de superfície foi observada no MEV. Após 24 horas de estocagem, o revestimento de sílica-zircônia mostrou valor alto a micro tração ($p < 0,001$) 45,0 e 10,9 MPa. O efeito da estocagem em água afetou ($p < 0,05$) no grupo controle (24,1-30,3 MPa para 2,8 - 3,1 MPa), mas apenas parcialmente o grupo com revestimento sílica-zircônia (20,0 – 45,1 MPa para 17,4 – 25,9 MPa). A análise no MEV revelou mudanças no modo de fratura após estocagem em água. A combinação do revestimento sílica-zircônia com o silano acoplado pode aumentar a adesividade do cimento resinoso para a zircônia.

Komine *et al.*, em 2012, verificaram o efeito de vários tratamentos de superfícies em cerâmicas à base de zircônia e a resistência adesiva ao cisalhamento entre materiais compósitos indiretos e zircônia. Investigaram o cisalhamento após a termociclagem (20.000 ciclos). Foram randomizados 176 discos de cerâmicas à base de zircônia (Katana) e divididos em 8 grupos ($n=22$) de acordo com o tratamento de superfície: grupo CON (espécimes com a superfície cerâmica moída), grupo GRD (espécimes que foram lixados com papel abrasivo carbureto 600 μm) e grupos com 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 e 0.6 MPa (espécimes que receberam desgaste com partículas abrasivas a ar – Alumina 50 μm) por 20 segundos a uma distância de 10 mm da superfície, e o grupo HF (ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto). A resistência adesiva ao cisalhamento foi mensurada em metade dos espécimes após 24 horas de imersão em água destilada. O restante dos espécimes foram submetidos à termociclagem antes do teste de cisalhamento. Entre os 8 grupos 0.1, 0.2, 0.4 e 0.6 MPa dos grupos de desgaste com partículas abrasivas a ar, tiveram significativamente maior resistência adesiva antes e após a termociclagem. O teste Mann-Whitney não revelou diferença significativa na resistência adesiva ao cisalhamento entre os grupos não termociclados e termociclados exceto no grupo 0.2 MPa ($p=0,013$). O uso de partículas abrasivas a ar a uma pressão de 0.1 MPa ou maior promove um aumento inicial e durabilidade na resistência adesiva entre material compósito indireto e cerâmica à base de zircônia.

Aboushelib em 2012, avaliou a influência da fusão precipitada do dióxido de zircônia sobre a zircônia-resina através da resistência adesiva por micro tração após estocagem em água por 6 meses. Discos de zircônia receberam os seguintes tratamentos de superfície: abrasão com partículas de óxido de alumínio (50 μm) ou

pulverização para fusão, enquanto os espécimes sinterizados serviram como controle. Os discos de zircônia preparados (Lava Zirconia) foram cimentados em discos de compósitos (Filtek Z250) usando monômero fosfatado contendo cimento resino (Rely X Unicem). Os espécimes foram seccionados em (1 x 1 x 6 mm) e testados imediatamente ou 6 meses após estocagem em água (n=25) e foram analisados em MEV. Os dados foram analisados usando o teste ANOVA duas vias ($\alpha=0.05$). Os espécimes com partículas abrasivas obtiveram (33,1 MPa), pulverização para fusão (42,5 MPa) produziram maiores valores significantes para resistência adesiva por micro tração após 6 meses de estocagem em água, enquanto os espécimes sem tratamento (12,4 MPa) demonstraram uma redução significativa na resistência adesiva após estocagem em água (2,9 MPa). Análise em MEV indicou que o resultado da pulverização resultou na criação de retenção na superfície tratada da zircônia, que aprimora a retenção micromecânica com a resina adesiva e impedindo a falha interfacial.

Papia *et al.*, em 2012, descreveram um novo método para produzir espécimes de dióxido de zircônia que permita uma superfície de cimentação com técnica de cimentação adesiva, observou a estrutura de superfície e avaliou a resistência adesiva. Foram fabricados 48 pares de espécimes e cimento adesivo junto. Testou-se 3 diferentes superfícies: grânulos de vidro usados para criar superfície com impacção modificada (G), grânulos de polímero usado para criar superfície com impacção modificada (P) e nenhuma modificação, superfície controle (C). Utilizou-se 2 sistemas adesivos, Variolink II (VA) e Panavia F 2.0 (PA). Todos os grupos foram termociclados e submetidos ao teste de resistência adesiva por cisalhamento. Os grupos com a superfície com cimentação modificada mostraram significativamente maior resistência adesiva ao cisalhamento: 34,9 MPa (VA-G), 30,0 MPa (VA-P), 29,6 (PA-P) MPa e 26,1 MPa (PA-G) comparado ao grupo controle: 20,5 MPa (VA-C) e 17,8 MPa (PA-C). Os grupos com o tratamento de superfície modificado mostraram estrutura de superfície rugosa e significativamente menos fratura entre o cimento e o dióxido de zircônia comparado com o controle onde todas as fraturas foram adesivas. A modificação com uma impacção a média pressão na superfície de cimentação do dióxido de zircônia pode ser usado como adicional na combinação da produção da técnica de confecção para aumentar a resistência adesiva. Ambas as

técnicas de modificação descritas no estudo resultaram numa estrutura de superfície rugosa e alta resistência adesiva ao cisalhamento comparada ao grupo controle.

de Castro *et al.*, em 2012, avaliaram a resistência adesiva de sistemas de cimentos resinosos (RXA – RelyX ARC; RXU – RelyX U100; e PF – Panavia F), na dentina e Y-TZP depois de diferentes tratamentos de superfície e envelhecimento. Foi exposta a dentina oclusal de 54 molares humanos e condicionados seguindo orientação do fabricante. Foram sinterizados 54 blocos de Y-TZP e divididos em 2 grupos de acordo com o tratamento de superfície: PA - jateamento com partículas abrasiva, e SC - triboquímico, revestimento com sílica. Todos os blocos de Y-TZP tratados foram cimentados em dentina usando um dos sistemas de cimentação (RXA, RXU E PF) seguindo a recomendação dos fabricantes, que incluem seus agentes silanos. Os blocos de cerâmica/cimento/dente foram estocados em água destilada a 37°C por 24 horas, antes do corte dos espécimes (área adesiva, $A=1\pm 0.1\text{mm}^2$). Estes (n=12) foram distribuídos nas seguintes condições: N – nenhuma estocagem; W – estocados em água destilada a 37°C por 60 dias; e TC – termociclado (5°C a 55°C, 10.000 ciclos). Os espécimes foram submetidos a tensão (F) até a fratura. A F/A foi calculada e os dados foram analisados estatisticamente usando o teste ANOVA e Tukey ($\alpha=0,05$). As superfícies fraturadas foram examinadas para determinar o modo de fratura. RXA-SC e PF-PA mostraram maiores valores (13,9 e 13,0 MPa respectivamente) e TC (12,9 e 14,8 respectivamente). O tratamento de superfície SC mostrou melhores valores significativos do que o tratamento PA nos espécimes YZ após W. Independente do cimento usado, W e TC não reduziram significativamente a adesão do tratamento SC na dentina.

Lung *et al.*, em 2012, compararam 3 novos agentes de ligação: 2-hidroxietil metacrilato, ácido itacônico e ácido oleico para 2 agentes de ligação silano, um produto comercial silano, e 3-ACPS na durabilidade adesiva do compósito resinoso para a zircônia. Amostras de zircônia foram abrasionadas a ar e revestidas por sílica e cada agente de ligação foi aplicado nos 5 grupos teste. Os cilindros de compósito resinoso foram cimentados nas superfícies das zircônias condicionadas. As amostras foram estocadas: estocagem seca, 30 dias em água e termocicladas. A resistência adesiva ao cisalhamento foi determinada usando a máquina de teste universal e os dados analisados por ANOVA duas vias e Tukey ($p<0,05$) com a

resistência adesiva ao cisalhamento como variável dependente na condição de estocagem e iniciadores como variáveis independentes. A formação adesiva dos 5 agentes de ligação para zircônia foi analisada por espectroscopia fotoeletrônica de raio X (XPS). Houve diferença significativa para os diferentes iniciadores ($p < 0,05$) e diferença nas condições de estocagem ($p < 0,05$) nos valores mensurados de resistência adesiva ao cisalhamento. A análise XPS mostrou uma mudança de energia de ligação para 0 segundos, após a ativação os 5 agentes de ligação revelaram diferentes formações de ligação relacionadas com os grupos funcionais do agente de ligação. Os valores da resistência adesiva ao cisalhamento para todos agentes de ligação após estocagem em água e termociclagem excederam o valor de resistência ao cisalhamento mínima de 5 MPa estabelecido pela ISO. O agente de ligação do silano 3-ACPS, mostrou a força de união mais elevada das 3 condições de armazenamento.

Han *et al.*, em 2013, compararam o efeito de 3 sistemas de reparo intra oral da zircônia na resistência adesiva entre resina composta e zircônia. 30 espécimes de zircônia foram divididos em 3 grupos de acordo com o método de reparo: grupo I – CoJet™ Repair System (3M ESPE), revestimento com sílica com 30 μm de SiO_2 + silanização + adesivo; grupo II – Ceramic Repair System (Ivoclar Vivadent), condicionamento com ácido fosfórico 37% + Zirconia *primer* + adesivo; grupo III – Signum Zirconia Bond (Heraeus) Signum Zirconia Bond I + Signum Zirconia Bond II. A resina composta foi polimerizada em cada um dos espécimes condicionados. A resistência adesiva ao cisalhamento foi testada usando uma máquina de teste universal, e o local das fraturas foram examinados com MEV. A morfologia e a molhabilidade dos tratamentos de superfície foram examinados adicionalmente. Os dados da resistência adesiva foram estatisticamente analisados com ANOVA um via e Tamhane ($\alpha = 0,05$). O aumento da rugosidade de superfície e a alta molhabilidade foram observados nos espécimes do grupo CoJet. Os espécimes tratados com ácido fosfórico 37% e Signum Zirconia Bond I não mostraram melhoria da irregularidade da superfície, e baixa molhabilidade também foi encontrado nos espécimes do tratamento com ácido fosfórico 37%. Não houve diferença significativa na resistência adesiva entre grupo I ($7,80 \pm 0,76$ MPa) e III ($8,98 \pm 1,39$ MPa). O grupo II ($3,21 \pm 0,78$ MPa) mostrou uma diferença significativa entre os outros grupos ($p < 0,05$). O uso do sistema de revestimento com sílica intra oral e aplicação do Signum Zirconia

Bond são efetivos para aumentar a resistência adesiva de resina composta na zircônia.

Amaral *et al.*, em 2014, investigaram o potencial adesivo de um novo *primer*/zircônia e um adesivo universal para substratos de zircônia com superfícies tratadas. Foram confeccionadas zircônias (3.0 mm x 3.0 mm x 9.0 mm) e receberam os seguintes tratamentos de superfície: nenhum tratamento (C), abrasão a ar com partícula de alumínio 35 µm (S), abrasão a ar com partículas de sílica 30 µm usando um dos 2 sistemas (Rocatec ou SilJet) e glaze (G). Os grupos C e S foram tratados com um dos *primers* ou adesivos: ZP (Z Prime Plus), AZ (AZ Primer); MP (Monobond Plus); SU (ScotchBond Universal) e; EA (um adesivo experimental). Os grupos Rocatec e SilJet foram previamente silanizados para cimentação. As amostras do grupo G ainda acidificadas e silanizadas. O cimento (Multilink) foi inserido sobre as amostras cerâmicas silicatizadas num ângulo de 90°, foram termocicladas (2.500 ciclos, 5 a 55°C, com imersão de 30 segundos) e receberam o teste de resistência à tração. A análise da fratura foi realizada nos espécimes para mensurar a área de ligação e origem da trinca. Os espécimes do grupo C não resistiram a termociclagem, enquanto os grupos CMP, CSU e CEA resistiram a termociclagem, mas obtiveram baixos valores de resistência adesiva. Todos os *primers* apresentaram melhores adesividade após abrasão com partículas de Al₂O₃. SilJet foi similar ao Rocatec, ambos apresentaram melhores resultados de resistência adesiva, juntamente com SMP, SSU e CEA. G promoveu valores de resistência adesiva intermediária. O modo de fratura predominante na superfície da zircônia foi adesiva, combinada com coesiva do agente cimentante. Os adesivos universais (MU, SU, EA) podem ser alternativa considerável para cimentação de zircônia, mas a abrasão a ar previa é requerida. A abrasão a ar seguida das partículas de sílica e aplicação do silano apresentou maior valor de resistência adesiva.

3 OBJETIVOS

Geral

1 - Avaliar a resistência de união por cisalhamento entre um sistema adesivo com MDP com a cerâmica à base de zircônia com diferentes tratamentos de superfície.

Específico

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

3 - Avaliar a morfologia de superfície de fratura por microscopia eletrônica de varredura MEV.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Previamente a este trabalho foi realizado por Satake, em 2012, uma revisão sistemática sobre cimentação adesiva para zircônia, determinado padrões para a seleção dos artigos e técnicas a serem seguidos nesta pesquisa.

Os corpos de prova foram fabricados seguindo as normas 10477 ISO para testes em cerâmica.

Os materiais utilizados na pesquisa estão dispostos no Quadro 1.

1 – Quadro dos materiais utilizados na pesquisa.

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

4.1 Confecção do espécime de zircônia.

Foi confeccionado a partir de uma matriz plástica PVC (policloreto de polivinila), com dimensões de 3 mm de diâmetro x 3 mm de altura, um modelo em resina acrílica Duralay (Reliance, Co Worth, IL, Estados Unidos) o qual foi reproduzido em gesso especial Durone (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), para posterior confecção dos discos de zircônia.

A partir do modelo de gesso foram confeccionados 72 discos (3 mm de diâmetro x 3 mm de altura) de zircônia estabilizada por ítria (Zirconzhan, Bousano, Itália) pelo sistema CAD-CAM e sinterizados conforme as recomendações do fabricante.

Estes discos de zircônia foram embutidos em resina epóxi (Redelease, São Paulo, SP, Brasil), ficando apenas uma superfície livre, que recebeu acabamento com lixa abrasiva com granulação de 280 μm (3M Espe, São Paulo, Brasil), refrigerada a água na lixadeira Politriz Metalográfica (Teclago, São Paulo, Brasil). Após o polimento, os corpos de prova foram limpos com água destilada em cuba ultrassônica (Cristófoli, Paraná, Brasil) por 5 minutos a uma temperatura de 70°C (CRISTOFORIDES *et al.*, 2012).

4.2 Confeções do disco de resina composta.

Os discos de zircônia foram moldados com silicone de condensação (Zetaplus, Labordental, São Paulo, Brasil), que serviu como molde para confecção dos discos de resina composta. Foram confeccionados 72 discos de resina compostas com 3 mm diâmetro x 3 mm altura, cor A2 dentina (Charisma, Heraeus Kulzer, Henau, Alemanha), em incrementos e fotopolimerizados (Radii-cal, SDI, Victoria, Austrália) por 40 segundos cada incremento, a uma intensidade de 1200 mW/cm^2 . Estes discos de resina composta foram cimentados sobre a superfície cerâmica em zircônia, para posterior teste de cisalhamento.

4.3 Tratamentos de superfície da zircônia.

Os corpos de prova foram randomizados e divididos em 3 grupos conforme o tratamento de superfície recebido: G1 – sem tratamento de superfície; G2 – jateamento com óxido de alumínio Al_2O_3 com partículas abrasivas com tamanho de 110 μm (Polidental, São Paulo, Brasil); G3 – tratamento triboquímico, jateamento com óxido de alumínio Al_2O_3 com tamanho de 110 μm (Polidental, São Paulo) + silicatização SiO_2 (Rocatec Plus, 3M Espe, MA, Estados Unidos). No tratamento de jateamento nos grupos 2 e 3, os corpos de prova foram fixados num dispositivo da

máquina de jateamento confeccionada pela Universidade de São Paulo (USP) ao qual eram lançadas partículas de Al_2O_3 a uma distância de 10 mm com uma pressão a 2.8 bars por 10 segundos, e uma inclinação a 45° , realizando movimentos horizontais e verticais. No grupo 3, além do jateamento com Al_2O_3 , receberam também o jateamento com silicatização. Figuras 1 e 2.

Figura1 – Corpo de prova fixado no dispositivo para jateamento.

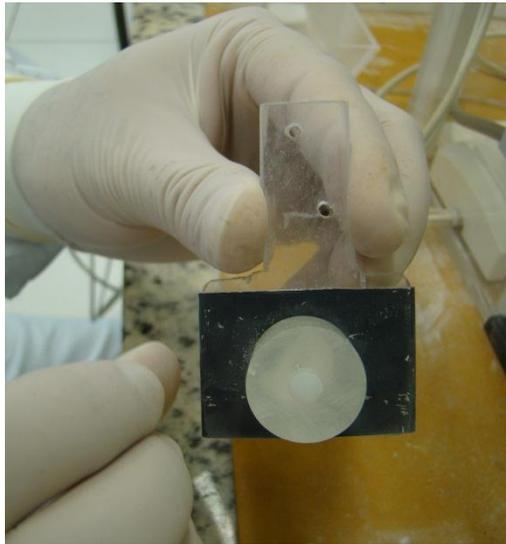


Figura. 2 – Aparelho para jateamento.



Cada grupo foi subdividido em 2 subgrupos (n=12) e metade sofreu cisalhamento após a cimentação adesiva depois de imersos em água destilada a

37°C por 24 horas. A outra metade ficou armazenada por 15 dias também em água destilada a 37°C e depois termociclados por 5.000 ciclos em banhos térmicos com temperatura de 5°C a 55°C (± 3) com um tempo de imersão de 30 e tempo de transferência de 2 segundos. Quadro 2.

Quadro 2 – Distribuição dos grupos conforme tratamento de superfície.

| Grupos (n=12) | Tratamento de superfície | |
|--------------------------|--|--|
| G1 | Sem tratamento | Sem tratamento |
| G2 | Jateamento com partículas abrasivas de Al_2O_3 (110 μm) | Jateamento com partículas abrasivas de Al_2O_3 (110 μm) |
| G3 | Jateamento com partículas abrasivas de $Al_2O_3 + SiO_2$ (Rocatec Plus) (110 μm) | Jateamento com partículas abrasivas de $Al_2O_3 + SiO_2$ (Rocatec Plus) (110 μm) |

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

Após o tratamento de superfície os espécimes cerâmicos em zircônia receberam aplicação do sistema adesivo Signum Zirconia Bond I + II (Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha), Figura 3. Inicialmente, foi aplicado com auxílio de *microbrush* o adesivo do frasco, Bond I e seco com um breve jato de ar, em seguida aplicou-se o Bond II e fotopolimerizou por 40 segundos com o aparelho Rádi-cal.

Figura 3 – Sistema adesivo para zircônia Signum Zirconia Bond I + II.



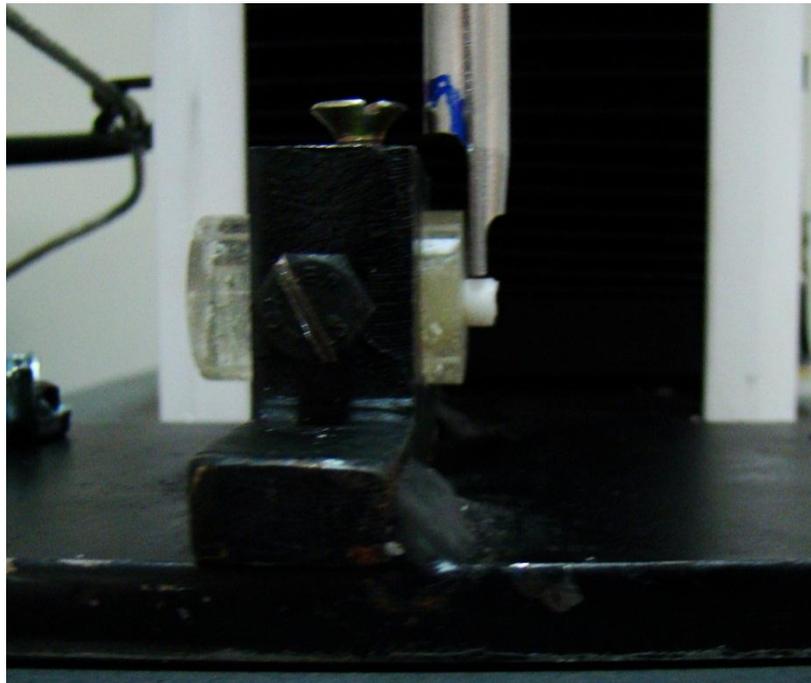
Sobre os discos de resina composta foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico 37% Condac (FGM, SC, Brasil) durante 30 segundos, lavados pelo mesmo tempo e secos com papel absorvente. Em seguida, foi misturado o Ed primer (líquido A) com o (líquido B) do cimento Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão) e aplicado na superfície da resina composta. A seguir, foi misturada num bloco de papel com espátula, a pasta base com a pasta catalisadora do Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão), por um tempo de 20 segundos, e colocado sobre a superfície de zircônia. O disco que teve a superfície preparada com o sistema adesivo foi posicionado sobre o cimento e colocado um peso de 500 gramas sobre o conjunto zircônia/cimento/resina, por 20 segundos, e foram removidos com sonda exploradora e *microbrush*, os excessos de cimento resinoso. Foi realizado a fotopolimerização por 20 segundos de cada lado dos espécimes, logo depois de aplicado o Oxyguard II do *kit* do Panavia F 2.0 (Kuraray, Okayama, Japão) por 3 minutos e, em seguida, foram lavados água corrente.

Após a cimentação dos espécimes metade foram estocados em água destilada a 37°C por 24 horas a outra metade estocada por 15 dias e depois de submetidos à termociclagem.

4.5 Teste de resistência adesiva por cisalhamento.

As amostras foram montadas em um dispositivo da máquina universal de teste (Instron, MA, Estados Unidos). A carga constante de força aplicada na cruzeta uma velocidade de 1,0 mm/min, até a fratura ocorrer. A célula de carga fornecia uma força de até 500 N até a fratura. A resistência de união ao cisalhamento foi calculada dividindo a carga máxima de fratura pela área circular de cimentação. Os resultados foram expressos em MPa. Figura 4.

Figura 4 – Visão aproximada do corpo de prova sendo cisalhado.



4.6 Análise do modo de fratura através de lupa estereoscópica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Após o cisalhamento, os corpos de prova tiveram sua morfologia observada na lupa estereoscópica (Coleman) para contagem na falha do modo de fratura em: adesiva, coesiva ou mista.

A classificação no modo de fratura foi atribuída da seguinte forma: adesiva (quando havia menos de 1/3 do remanescente do material de cimentação), coesiva (quando havia mais de 2/3 do remanescente do material de cimentação), mista

(quando havia mais de 1/3 do remanescente do material de cimentação e menos de 2/3) LUNG *et al.*, 2012.-.

Após a quantificação da falha da junta de união na lupa estereoscópica uma amostra de cada grupo escolhida aleatoriamente foi submetidas à microscopia eletrônica de varredura pelo (MEV) (JOEL, JSM-638OLV, Japão). Para a análise em MEV, todas as superfícies de fratura receberam uma pulverização catódica de ouro pela técnica de Sputtering, com auxílio do aparelho Denton Vacuum (Estados Unidos). A espectroscopia de energia dispersiva de raio X (EDX) foi utilizada para determinar a composição elementar de cada superfície dos corpos de prova fraturados.

4.7 Análise Estatística.

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

5 RESULTADOS

5.1 Resultados para o cisalhamento.

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

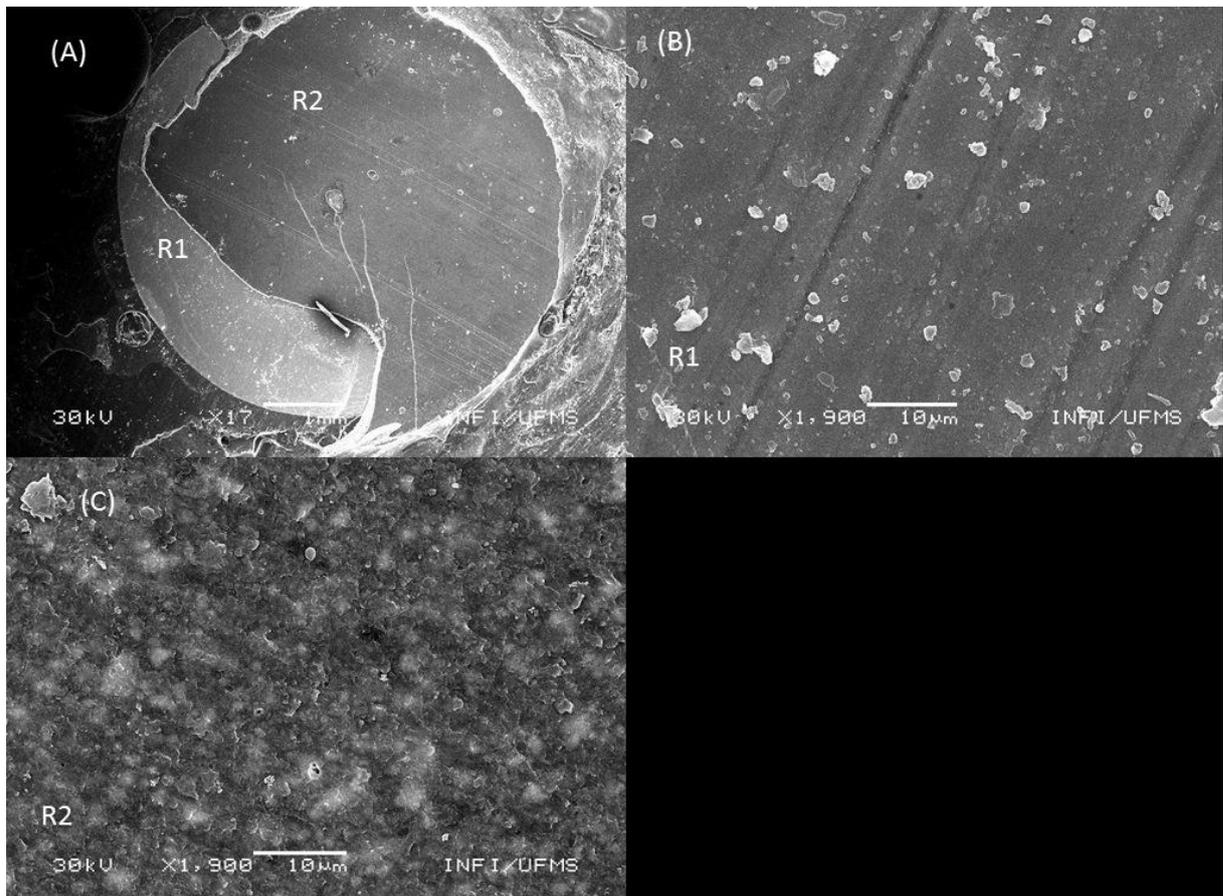
| Tempo | CISALHAMENTO POR GRUPOS (n=12) | | |
|-------------------|--------------------------------|---------------------------|----------------------------|
| | G1 | G2 | G3 |
| Sem termociclagem | 8,64 \pm 3,43 Aa | 5,74 \pm 1,32 Ba | 6,55 \pm 2,27 ABa |
| Termociclados | 5,22 \pm 1,70 Bb | 5,61 \pm 1,89 Ba | 7,70 \pm 1,82 Aa |

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

5.2 Resultados na análise da microscopia eletrônica de varredura MEV.

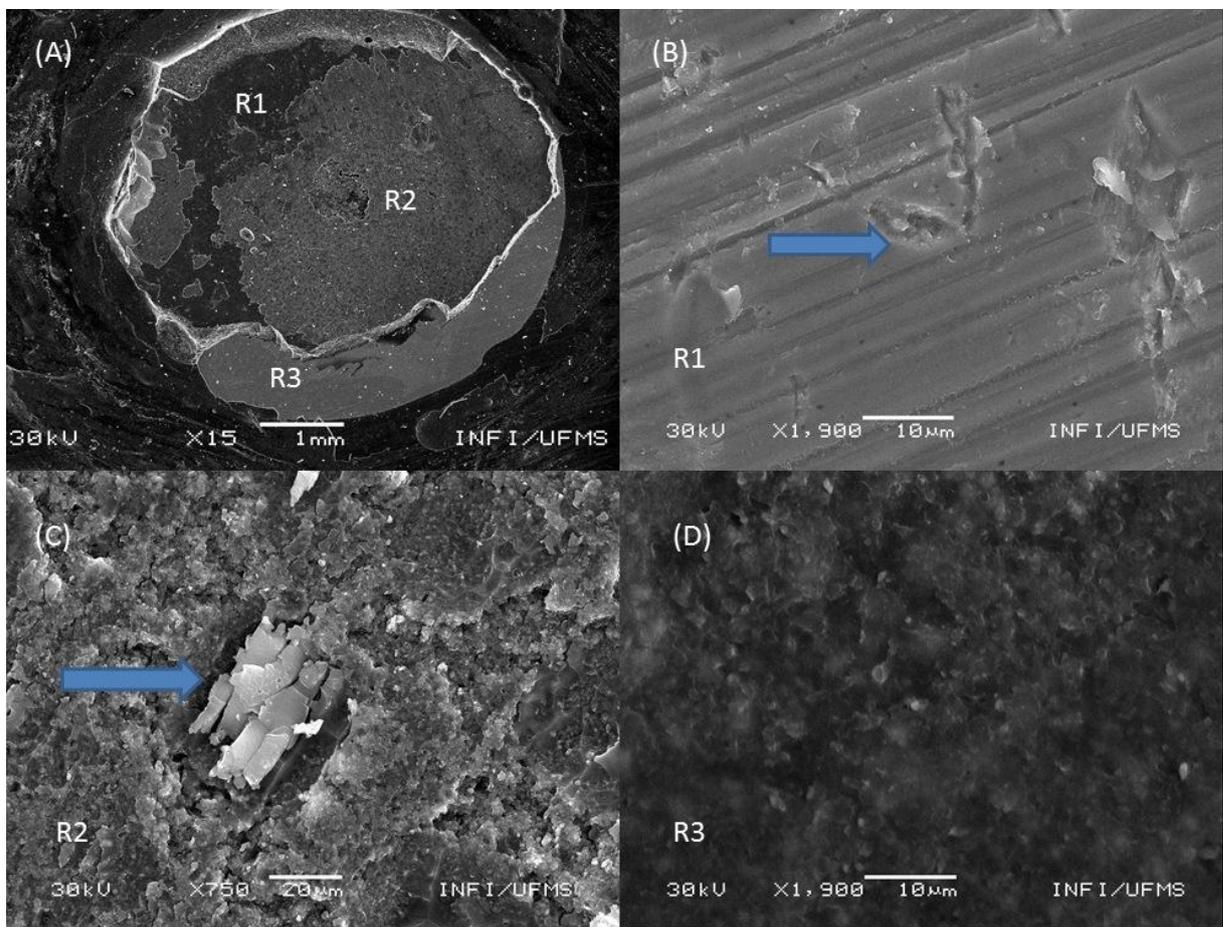
A MEV sem termociclagem mostrou na imagem topográfica da amostra do Grupo G1, um tipo de fratura coesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 90,53 % do peso de átomo de zircônio; 5,69 % de ítrio; 3,31%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

Figura 5 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 17 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).



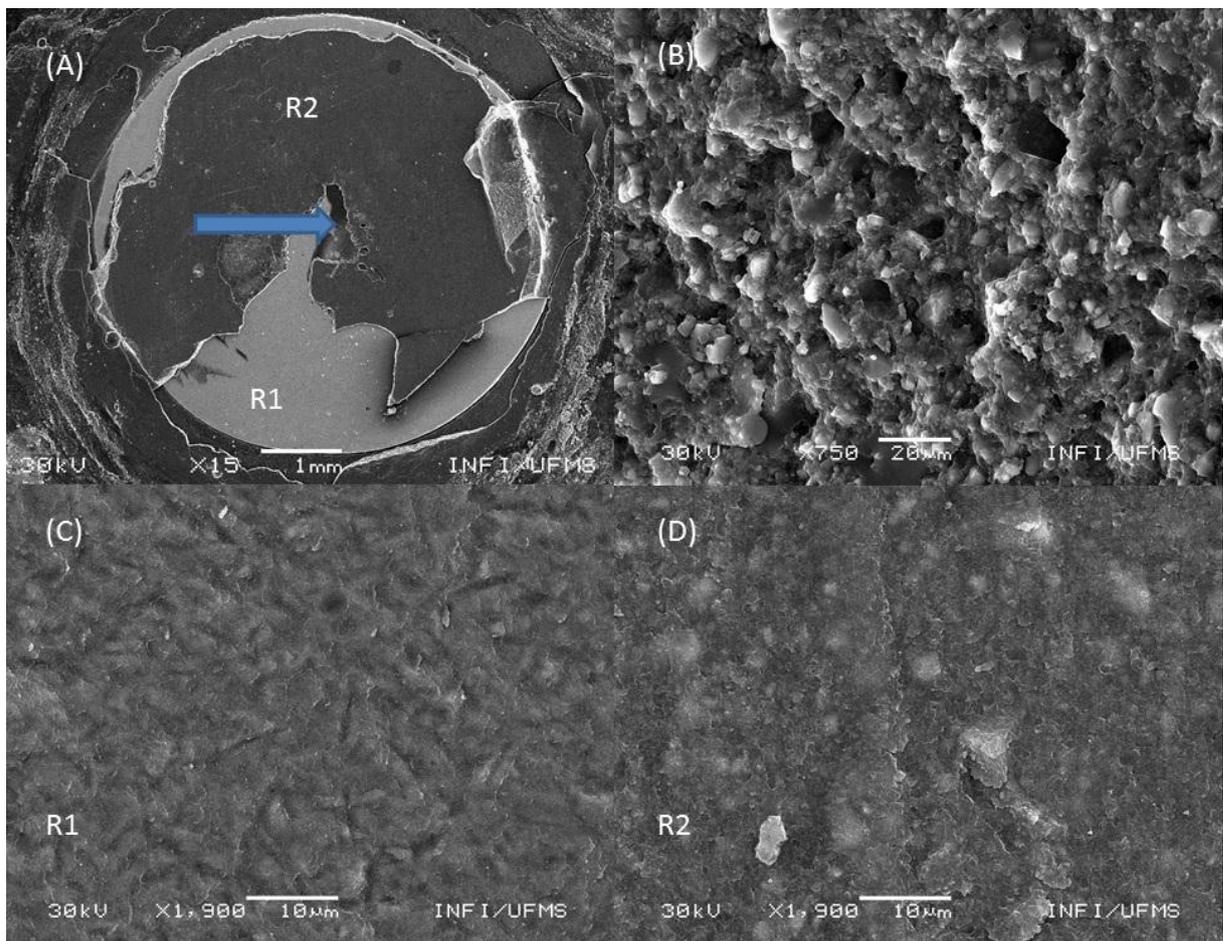
A imagem do MEV do corpo de prova Grupo do G2 (fratura coesiva) sem termociclagem mostrou na região mais escura a zircônia (R1); a imagem na região com cor intermediária (R2), e mais clara, mostrou cimento resinoso (R3). O EDX revelou na região mais escura, 93,41% de zircônio e 5,67% de ítria. Na região intermediária, revelou 45,57% de silício; 39,09% de bário; alumínio; ouro e sódio com menor porcentagem. A região mais clara revelou 62,60% de silício; 20,32% de bário; alumínio; ouro e sódio com porcentagem mais baixa. Figura 6.

Figura 6 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G2, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (fratura); R3 cimento resinoso (Aumento 15 x). (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x) e a seta azul mostrando a depressão causada pelo jateamento com óxido de alumínio; (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 na região fraturada (Aumento 750 x) e a seta azul mostrando grande quantidade do elemento químico silício. (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região R3 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).



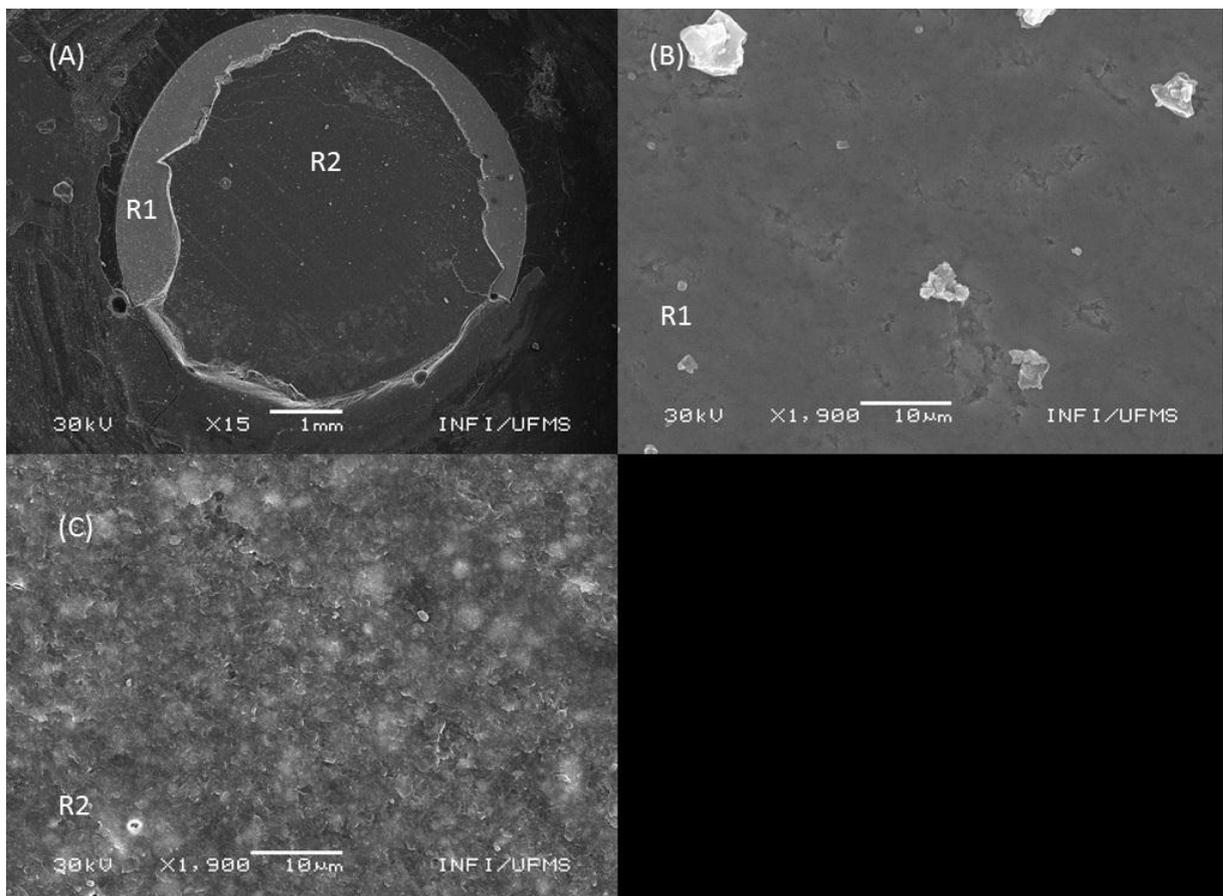
A imagem do MEV do corpo de prova do Grupo G3 (fratura mista), sem termociclagem, mostrou na região mais clara a zircônia (R1); a imagem na região escura mostrou o cimento resinoso (R2). O EDX revelou na região mais clara, 91,36% de zircônio e 3,45% de ítrio. A região mais escura revelou 69,85% de silício; 17,77% de bário; alumínio; ouro e sódio com porcentagem mais baixa. Figura 7.

Figura 7 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova sem termociclagem do Grupo G3, mostrando fratura mista; R1 zircônia; R2 cimento resinoso e a seta azul indica região de fratura entre zircônia/cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região de fratura apontada pela seta azul na Fotomicrografia (A) (Aumento 750 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região da zircônia R1; mostrando as irregularidades da superfície (Aumento 1.900 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região R2 (cimento resinoso) (Aumento 1.900 x).



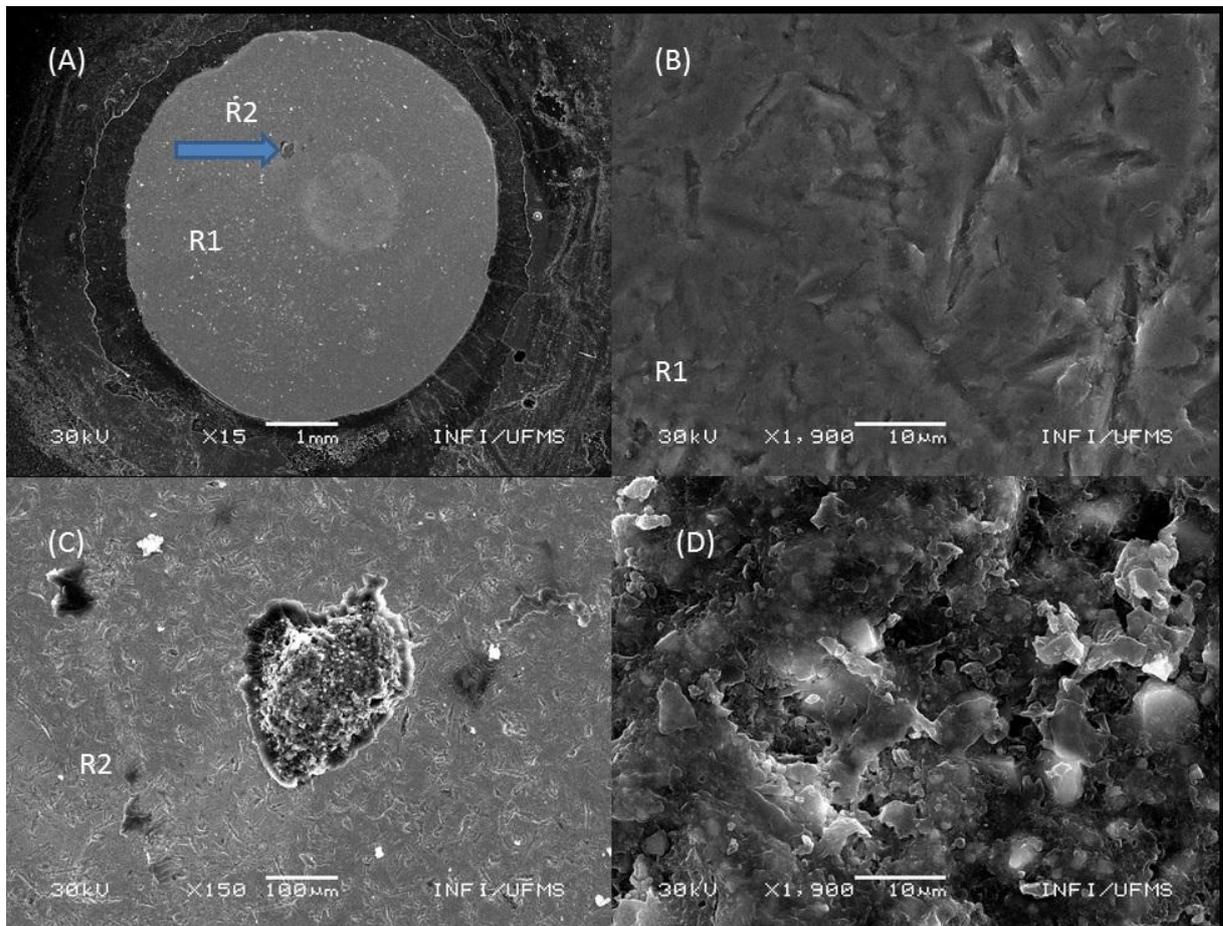
Após a termociclagem o MEV mostrou na imagem topográfica da amostra do Grupo G1 um tipo de fratura coesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 93,43 % do peso de átomo de zircônio, 5,94 % de ítrio e na região escura 69,18% de silício; 20,97% de bário. Figura 8.

Figura 8 - (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G1, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região da zircônia R1 (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G1, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 1900 x).



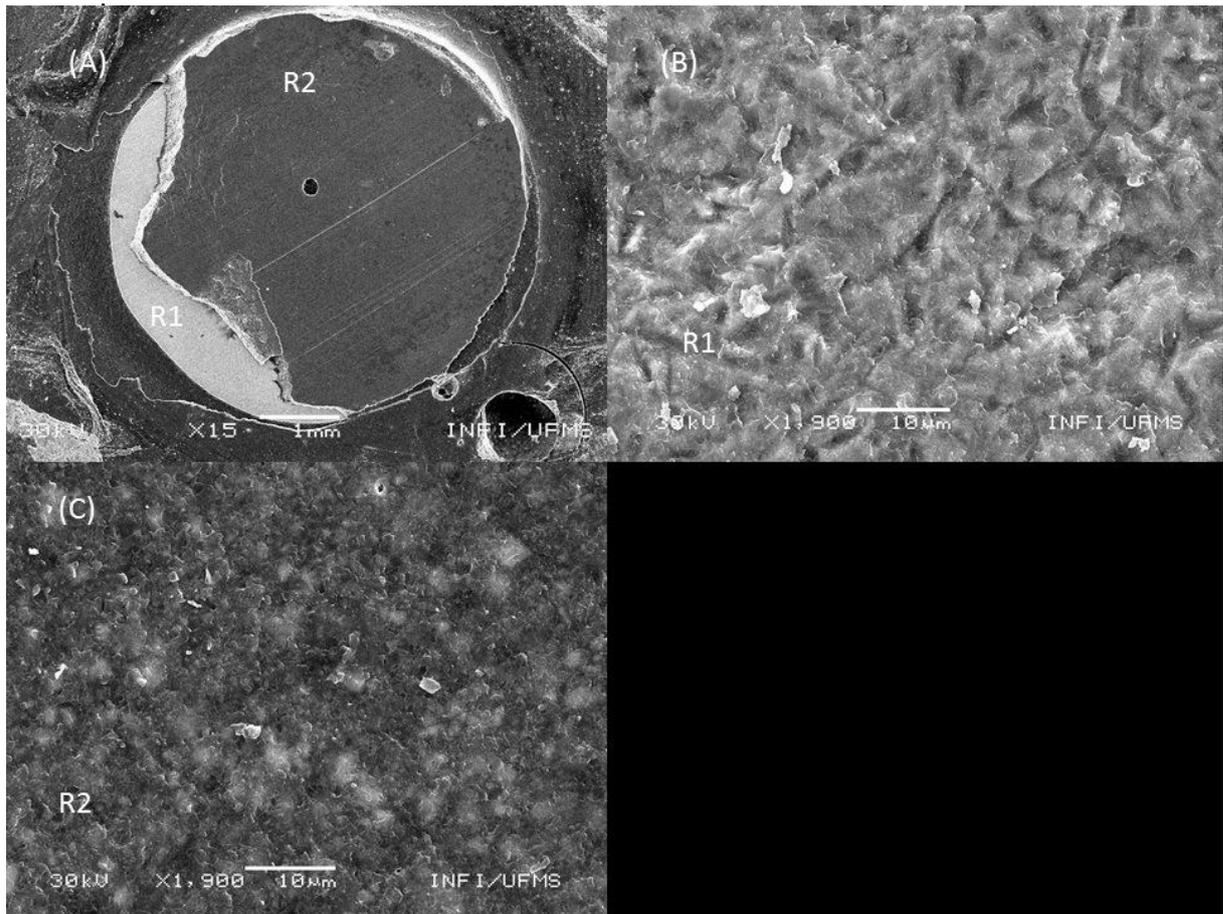
No grupo G2, após a termociclagem, foi observado um tipo de fratura adesiva onde a região clara mostra a zircônia (R1), e a região escura o cimento resinoso (R2). No EDX a região clara revelou uma composição de 92,55 % do peso de átomo de zircônio; 6,16 % de ítrio e na região escura 62,39% de silício; 22,10% de bário. Figura 9.

Figura 9 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G2, mostrando fratura adesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso apontado pela seta azul (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região da zircônia R1. Observe as depressões causadas pelo jateamento de óxido de alumínio (Aumento 1900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região do cimento resinoso R2 (Aumento 150 x); (D) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G2, mostrando a região de cimento resinoso (Aumento 1.900 x).



No grupo G3, após a termociclagem, foi observado um tipo de fratura coesiva onde a região clara mostra a zircônia e a região escura o cimento resinoso. No EDX, a região clara revelou uma composição de 93,22 % do peso de átomo de zircônio; 5,32 % de ítrio e na região escura 63,02% de silício; 25,15% de bário. Figura 10.

Figura 10 – (A) Fotomicrografia do corpo de prova termociclado do Grupo G3, mostrando fratura coesiva; R1 zircônia; R2 cimento resinoso (Aumento 15 x); (B) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região da zircônia (R1), com as depressões causadas pelo tratamento triboquímico (Aumento 1.900 x); (C) Fotomicrografia do corpo de prova do Grupo G3, mostrando a região do cimento resinoso (R2), (Aumento 1.900 x).



5.3 Classificação do modo de fratura.

Segue abaixo (Tabela 2) a avaliação em porcentagem através da lupa estereoscópica de todos os corpos de prova de todos os grupos e em todos os intervalos de tempo.

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

| Grupos (n=12) | Grupos sem Termociclagem | | | Grupos termociclados | | |
|------------------|-----------------------------|---------|-------|-------------------------|---------|-------|
| | Adesiva | Coesiva | Mista | Adesiva | Coesiva | Mista |
| G1 | 16,5 | 25 | 58,5 | 33,5 | 8 | 58,5 |
| G2 | 0 | 33,5 | 66,5 | 0 | 0 | 100 |
| G3 | 0 | 58,5 | 41,5 | 0 | 92 | 8 |

6 DISCUSSÃO

Sabe-se que a cerâmica a base de zircônia possui alta dureza e resistência à fratura. No entanto, seu uso possui limitações quando é utilizado em reconstruções protéticas dentárias por não possuir boa adesividade (PAPIA *et al.*, 2012). Devido a este motivo, as cerâmicas ácido resistentes como a zircônia, precisam otimizar a superfície de união quando unidas aos cimentos resinosos (CASTRO *et al.*, 2012). Contudo, técnica com partículas abrasivas a ar com alumina tem sido reportada para aumentar este embricamento, em adicional, associada com revestimento com sílica em laboratórios. Mas recentemente isso tem sido muito criticado por causar trincas para o interior da zircônia (YUN *et al.*, 2010).

Diversos estudos tem confirmado que o uso do MDP na composição do cimento resinoso aumenta a resistência adesiva de união (AMARAL *et al.*, 2008; KOIZUMI *et al.*, 2012; CASTRO *et al.* 2012; MOON *et al.* 2012). Entretanto, isto ainda é divergente na literatura, pois em 2012, Cristoforides *et al.* afirmaram que o uso do MDP não é efetivo. Apesar do *primer* com MDP aumentar a resistência adesiva inicial entre cimento resinoso e zircônia informações estão disponíveis que esse efeito sobre a resistência adesiva é limitado (YUN *et al.*, 2010).

Contudo, este trabalho avaliou a resistência adesiva por cisalhamento entre um sistema adesivo contendo MDP (Signum Zirconia Bond I + II), lançado recentemente no mercado, associado ou não com diferentes tratamentos de superfície para zircônia. As superfícies que foram jateadas com o sistema triboquímico obtiveram maiores valores de resistência após o envelhecimento ($7,70 \pm 1,82$ MPa). Tanto os grupos G1 (sem tratamento de superfície) quanto o G3 (jateamento com Al_2O_3 e sílica), antes do envelhecimento, obtiveram os maiores resultados de resistência de união ($8,64 \pm 3,43$ MPa e $6,55 \pm 2,27$ MPa), porém, sem diferença significativa entre eles.

No momento inicial, o valor maior mostrado pelo grupo G1 é justificado por possuir MDP na composição química do sistema adesivo e no cimento resinoso. O MDP é o responsável por promover uma maior resistência adesiva inicial para os agentes cimentantes, apesar de não apresentar diferença estatística do grupo G3.

Contudo, no momento após o envelhecimento, os grupos que tiveram a superfície jateada apresentaram-se mais estáveis e não diminuíram a resistência de união, o que não ocorreu com o grupo que não teve a superfície jateada, ou seja, as irregularidades que o jateamento causa na superfície aumenta a área de contato do sistema adesivo e promoveu uma retenção mecânica. Isto também ocorre porque sob imersão em água, esta se difunde para o interior da camada interfacial da resina composta e zircônia e causa degradação hidrolítica no sistema adesivo. O efeito combinado da termociclagem e a degradação hidrolítica pode promover uma diferença linear do coeficiente de expansão térmica entre a resina composta e a zircônia, induzindo num estresse térmico na camada interfacial que causa quebra do adesivo (LUNG *et al.*, 2012; CASTRO *et al.*, 2012).

Há muita divergência na literatura com achados relativos à resistência adesiva. Matinlinna *et al.*, em 2011; Smith *et al.* (2011) afirmaram que após a termociclagem, houve um aumento da resistência adesiva entre agente cimentante e a zircônia. Já Komine *et al.* (2009) afirmaram que os valores de adesão após a termociclagem permaneceram inalterados. Para Lindgren *et al.*, em 2008, os adesivos testados que não tinham MDP na composição tiveram todos os valores diminuídos após a termociclagem. Özcan *et al.*, em 2007, informaram que os cps se descolaram com termociclagem e que o Panavia F 2.0 mostrou maior valor de resistência adesiva em condições seca. Silva *et al.*, em 2012, afirmaram que *primer* metal/zircônia melhora a resistência de união mas apenas em condição inicial e que após termociclagem, todos cps se descolaram. Já Passos *et al.*, em 2010, reportaram que o grupo de sua pesquisa em que não houve tratamento de superfície, vários se descolaram na termociclagem, porém, que o tratamento triboquímico aumenta esta resistência adesiva. Para May *et al.*, em 2010, os cps também sem tratamento de superfície se soltaram em armazenamento após 90 dias em água, porém, com o revestimento com sílica após a imersão em água teve sua resistência de união aumentada. Estes trabalhos acima citados foram realizados testes de cisalhamento para avaliar a resistência adesiva, porém, Amaral *et al.*, em 2008, por teste de tração, afirmaram que os tratamentos triboquímicos apresentam resistência adesiva durável. Behr *et al.*, em 2011, também por teste de tração, afirmaram que os sistemas adesivos investigados pelo seu trabalho não forneceu resistência adesiva clinicamente aceitável.

Foram encontrados na literatura apenas 2 estudos em que os pesquisadores utilizaram o mesmo sistema adesivo do presente estudo (Signum Bond Zirconia). *Ural et al.* (2011) afirmaram que o Signum possui maior valor de resistência adesiva por cisalhamento (54,9 MPa \pm 9,4 MPa) comparado a outros sistemas adesivos. Porém, o tamanho do corpo de prova foi diferente desta pesquisa, onde o espécime possuía um diâmetro de 6 mm de diâmetro, enquanto neste trabalho, possuiu o diâmetro de 3 mm. Então, a área aderida foi muito diferente; em seu estudo não foi realizado termociclagem, causando desconfiância na durabilidade dos valores de retenção adesiva. Ainda afirmaram que o Signum Zirconia Bond possui em sua composição acetona e MDP e metil metacrilato e que a acetona melhora a contaminação pelo ar na superfície cerâmica e pode aumentar a resistência entre zircônia e cimento. Em outro estudo *Han et al.* (2013) investigaram a adesividade do Signum Zirconia Bond I + II e concluíram que o Signum promove resistência de união (8,98 MPa), semelhante quando comparada a tratamentos de superfícies preparadas com tratamento triboquímico (CoJet System) (7,80 MPa). No entanto, os autores também não realizaram termociclagem e o tamanho do corpo de prova foi realizado com dimensões diferentes deste trabalho. É necessário saber a resistência de união ao longo do tempo, pois imediatamente, os valores de adesividade sempre são melhores.

A comparação deste trabalho com outros se torna impossível, pois não há uma padronização dos estudos realizados com relação ao tamanho dos corpos de prova, tipo de ensaio mecânico realizado, assim como o número de ciclos realizado durante a termociclagem. Contudo, este estudo seguiu a norma internacional da ISO (International Standard Organization) 10477. Nesta norma é relatado, que o valor mínimo de resistência adesiva para não serem reprovados os mesmos deve atingir 5,0 MPa. Os valores de adesão verificados neste trabalho em diversos grupos ficaram próximos a este valor. Contudo, estes ainda são baixos para manter a zircônia cimentada em cavidade oral por um longo período. *Matinlinna e Lassila.* (2011) afirmaram em sua pesquisa que estes valores de 5,0 MPa de resistência adesiva quando a zircônia está cimentada na cavidade oral esta permanece aderida em média de 2 a 3 anos, pois, há uma degradação adesiva e a peça protética descola.

A literatura é extremamente conflitante com seus achados com relação à resistência adesiva entre a zircônia e agentes cimentantes.

O fabricante do sistema adesivo Signum Zirconia Bond I + II preconiza que se deve apenas limpar e manter limpa a superfície de dióxido de zircônia para a aplicação do sistema adesivo. Neste estudo, o grupo sem tratamento de superfície teve sua superfície cerâmica preparada conforme estas instruções. Já os outros grupos tiveram suas superfícies jateadas.

O maior valor de resistência adesiva obtido neste trabalho foi do grupo que teve a superfície jateada com óxido de alumínio e silicatização, e após o envelhecimento, manteve-se estável, com diferença estatística significativa com relação aos outros grupos. Isto se deve ao fato de que a abrasão a ar realizada com partículas de óxido de alumínio e revestimento com sílica (sistema triboquímico) na superfície da zircônia promoveu adesão química entre a superfície cerâmica e o composto resinoso (AMARAL *et al.*, 2014). A camada de sílica depositada sobre a zircônia abrasionada pelo sistema triboquímico é ligada a matriz orgânica do cimento resinoso através do silano (AMARAL *et al.*, 2014). O impacto do jateamento com as partículas de sílica resulta na criação da camada de sílica na superfície da zircônia, que faz com que a superfície do cristal torne-se mais propenso a silanização e cimentação adesiva.

O sistema adesivo e o cimento resinoso utilizados neste trabalho contém monômero fosfatado em sua composição. O grupo funcional éster fosfatado na molécula do MDP promove a aderência na superfície da zircônia.

A fórmula estrutural contida no monômero MDP é composta de 2 grupos funcionais um grupo di-valente fosforil e o outro grupo metacrilato. O grupo di-valente fosforil é absorvido no interior da zircônia, enquanto o grupo metacrilato pode copolimerizar com outros grupos monômeros no adesivo (KOIZUMI *et al.* 2012).

Algumas reações podem ocorrer entre o dióxido de zircônio e o monômero éster fosfatado. Os *primers* ou cimentos resinosos que contém MDP podem aumentar a resistência adesiva na cerâmica de zircônia. Acredita-se que o monômero tem a capacidade de adesão, na forma química, com óxidos metálicos,

através da força de Van der Waals ou ligações de hidrogênio na interface resina zircônia. Esta força interfacial pode melhorar a molhabilidade na superfície da zircônia e aumentar a resistência adesiva com o componente resinoso com baixa porcentagem de falha adesiva na superfície cerâmica. Talvez esta possa ser a explicação da reação química da superfície da zircônia com o componente MDP, havendo este local de reação, e estes locais são limitados, o que significa o efeito químico ter um limite superior que não pode ser superado (CHEN *et al.*, 2012; AMARAL *et al.* 2008). Ainda neste trabalho, o grupo sem tratamento se superfície diminuiu drasticamente os valores de união quando foram submetidos à termociclagem provavelmente pela sorção de água deve ter causado a degradação da interface adesiva durante o envelhecimento (PASSOS *et al.*, 2010).

Matinlinna e Lassila, em 2011, discordaram totalmente desta hipótese ao afirmarem que após a termociclagem, há um aumento da resistência de união devido à acelerada pós-polimerização pela permanência dos cps em alta temperatura a 55°C.

O agente de união silano, mais precisamente, trialcoxisilanos, são moléculas bifuncional inorgânico e orgânico e desempenham um papel notável como promotor de agente de adesão. O agente de ligação silano típico contém uma parte organofuncional e 3 grupos alcoxi hidrolisável. Antes de serem ativados, os trialcoxisilanos devem sofrer uma reação hidrólise de água ligeiramente ácida e um solvente etanol para formar silanóis de grupo trialcoxi. A parte organofuncional, na maioria das vezes, um grupo metacrilato pode então ser polimerizado com os monômeros de resina composta. Os agentes de união silano diminuem a tensão superficial de um substrato, melhora o molhamento e aumenta a energia de superfície tornando a ligação mais eficaz. Assim uma matriz hidrofóbica (resina composta) pode aderir a superfícies hidrofílicas, tais como sílica, vidro e cerâmicos de vidro. As extremidades monoméricas reagem com os metacrilatos de resinas adesivas por meio de um processo de radical livre (convencional). Silanos não são tão eficazes com alta resistência adesiva em cerâmica como alumina e zircônia. Essas cerâmicas são quimicamente mais estáveis do que a sílica contida nos vidros cerâmicos e não facilmente hidrolisada (URAL *et al.* 2011).

Foi afirmado por Komine *et al.*, em 2012, que espécimes abrasionados com partícula de óxido de alumínio em diversas pressões aumentam a resistência adesiva e a mantém durável entre a zircônia e um compósito indireto. Ainda afirmaram que a rugosidade na superfície aumenta a e ativa quimicamente a superfície adesiva removendo contaminantes orgânicos da superfície cerâmica.

Na MEV deste trabalho foi verificado que o grupo que não recebeu tratamento de superfície mostrou-se mais plana e sem irregularidades; a superfície jateada com óxido de alumínio apresentou-se com pouca irregularidade, já superfície que recebeu tratamento triboquímico apresenta-se bastante irregular. Estas análises demonstram que mecanicamente as superfícies jateadas possuem mais áreas retentivas para união entre o cimento resinoso e a zircônia.

Após a termociclagem foi verificado com relação ao modo de maior quantidade de fratura mista e coesiva nos grupos jateados e uma quantidade menor de fratura adesiva comparada ao grupo que não teve tratamento de superfície. Isto ocorreu porque o grupo G1 não foi submetido à retenção mecânica pelo jateamento. Na análise no MEV observou-se em todos os grupos remanescente de cimento resinoso sobre a zircônia na maioria das análises, exceto o grupo G2 que demonstrou falha adesiva.

A análise do modo de fratura demonstra que independente dos momentos (antes e após termociclagem) o jateamento melhorou a estabilidade da resistência adesiva, ou seja, os grupos jateados não apresentaram diferença significativa com relação à adesividade quando termociclados ou não; enquanto o não jateado obteve uma diferença significativa.

A zircônia é um material extremamente estético, porém, ainda não possui pesquisas relatando sua estabilidade em cavidade oral por longo período de tempo, além de não ter ainda esclarecido qual a melhor técnica e método para sua fixação. Contudo o cirurgião-dentista deve ficar atento para escolher qual o melhor material restaurador.

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

A relevância clínica deste estudo mostrou que após termociclagem a melhor técnica para cimentação é o tratamento triboquímico na zircônia (jateamento com óxido de alumínio e silicatização associado com o sistema adesivo).

Uma situação ideal seria se apenas a aplicação de um sistema adesivo resultasse numa resistência adesiva estável sem danos na superfície sem que houvesse necessidade de abrasão a ar. Bem como tratamentos de superfície que não cause trincas na superfície da zircônia provocando uma posterior fratura da peça protética. Técnicas de pulverização de dióxido de zircônio sobre a superfície para aumentar a retenção mecânica parece ser interessante (Aboushelib *et al.*, 2012). Ou até técnicas de impacção de vidro na superfície para promover mais resistência adesiva (Papia *et al.*, 2012).

É necessário haver um protocolo clínico consagrado que permita segurança para o profissional utilizar a zircônia como material estético para reabilitação de coroas dentais. Enquanto a literatura ainda não fornece bases consistentes para tal procedimento de forma eficaz, a zircônia fica com sua indicação limitada ou até mesmo contra indicada para sua utilização na Odontologia, uma vez que a mesma vem sendo há pouco tempo usada como material restaurador odontológico.

Futuros trabalhos são necessários para determinar se o real efeito químico do revestimento com sílica sobre o efeito retentivo na superfície rugosa produzida, e outros agentes de ligação como: silano, adesivos com metal primer dever ser investigados na interação química com a zircônia.

7 CONCLUSÕES

1 – Inicialmente apenas o sistema adesivo promoveu resistência de união superior, mas, após a termociclagem ele teve uma resistência de união diminuída. O melhor tratamento para promover maior resistência de união à zircônia é associar o tratamento triboquímico com o sistema adesivo.

2 - A maioria das falhas observadas após termociclagem foram mistas e coesivas, determinando haver um embricamento mecânico do sistema adesivo, inferindo não haver uma união química.

3 – A superfície do grupo com maior resistência de união, após termociclagem, mostrou mais irregularidade de superfície comparada às outras.

REFERÊNCIAS

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

Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomedicine and Laser Surgery.* 2010;28(6):801-8.

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

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. *Journal of Biomedical Materials Research Part B, Applied Biomaterials.* 2008;85(1):1-9.

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

Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence International.* 2007;38(9):745-53.

Chen C, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. *Dent Mater.* 2012;28(8):e127-34.

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

Cura C, Özcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J Adhes Dent.* 2012;14(1):75-82.

de Castro HL, Corazza PH, Paes TD, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dental Materials.* 2012;28(11):91-7.

de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93(2):318-23.

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

International, Standard. Dentistry - Polymerbased crown and bridge materials. In: 10477 I, editor. 2004. p. 21.

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

Komine F, Fushiki R, Koizuka M, Taguchi K, Kamio S, Matsumura H. Effect of surface treatment on bond strength between an indirect composite material and a zirconia framework. *J Oral Sci*. 2012;54(1):39-46.

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

Lindgren J, Smeds J, Sjogren G. Effect of surface treatments and aging in water on bond strength to zirconia. *Operative Dentistry*. 2008;33(6):675-81.

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

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

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

May LG, Passos SP, Capelli DB, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010;95(1):69-74.

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

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater*. 2009;25(3):392-9.

Özcan M, Cura C, Valandro LF. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. *Odontology*. 2011;99(1):62-7.

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

Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J*. 2008;27(1):99-104.

Papia E, Zethraeus J, Ransbäck PA, Wennerberg A, Vult von Steyern P. Impaction-modified densely sintered yttria-stabilized tetragonal zirconium dioxide: Methodology, surface structure, and bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012.

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

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

Silva LH, Costa AKF, Queiroz JRC, Bottino MA, Valandro LF. Ceramic Primer Heat-Treatment Effect on Resin Cement/Y-TZP Bond Strength. *Operative Dentistry*. 2012;37(6):634-40.

Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dental Materials*. 2011;27(8):779-85.

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

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

APÊNDICE A – Quadro com os valores do cisalhamento em MPa dos cps.

Quadro 1 - Valores do cisalhamento em MPa de todos cps.

| Cps | Grupos sem termociclagem | | | Grupos termociclados | | |
|-----|--------------------------|---------|----------|----------------------|---------|----------|
| | G1 | G2 | G3 | G1 | G2 | G3 |
| 01 | 3,90747 | 3,98692 | 7,73138 | 3,85731 | 4,24251 | 10,95641 |
| 02 | 8,24263 | 7,78598 | 4,02013 | 3,82268 | 8,30043 | 8,76993 |
| 03 | 5,6544 | 5,34214 | 5,51004 | 4,286 | 4,46198 | 6,65661 |
| 04 | 7,87952 | 7,95947 | 9,46363 | 9,37423 | 5,09285 | 7,67705 |
| 05 | 13,40547 | 5,63652 | 7,37693 | 4,78784 | 3,65183 | 9,20232 |
| 06 | 4,78088 | 5,55263 | 4,50778 | 7,26394 | 9,22908 | 4,61695 |
| 07 | 11,46332 | 6,58848 | 10,27127 | 4,25474 | 4,71455 | 7,9632 |
| 08 | 3,95112 | 5,11577 | 5,07163 | 5,39996 | 5,24649 | 6,21612 |
| 09 | 9,65553 | 6,59158 | 6,82244 | 3,43418 | 5,58303 | 8,01184 |
| 10 | 11,88077 | 3,62501 | 2,8108 | 5,13411 | - | 4,97096 |
| 11 | 10,23101 | 5,52677 | 6,39211 | 4,75331 | - | 8,70743 |
| 12 | 12,64752 | 5,18728 | 8,66971 | 6,22394 | - | 8,70038 |

APÊNDICE B - Quadro com contagem do modo de fratura dos cps.

Quadro 2 – Contagem do modo de fratura dos cps.

| Grupos | Grupos sem termociclagem | | | Grupos termociclados | | |
|--------|--------------------------|---------|-------|----------------------|---------|-------|
| | Adesiva | Coesiva | Mista | Adesiva | Coesiva | Mista |
| G1 | 2 | 3 | 7 | 4 | 1 | 7 |
| G2 | 0 | 4 | 8 | 0 | 0 | 10 |
| G3 | 0 | 7 | 5 | 0 | 11 | 1 |