

UNIVERSIDADE DE SANTO AMARO

Curso de Mestrado em Odontologia

Mirko Dennys Ayala Perez

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À ZIRCÔNIA EM FUNÇÃO
DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE, PRIMER E CIMENTO
RESINOSO.**

São Paulo

2015

Mirko Dennys Ayala Perez

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À ZIRCÔNIA EM FUNÇÃO
DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE, PRIMER E CIMENTO
RESINOSO.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação
Stricto Sensu da Universidade de Santo Amaro – UNISA,
como requisito parcial para a obtenção de título de Mestre
em Odontologia, área de concentração implantodontia.

Orientador: Profa. Dra. Leticia Cristina Cidreira Boaro.

São Paulo

2015

Mirko Dennys Ayala Perez

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À ZIRCÔNIA EM FUNÇÃO
DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE, PRIMER E CIMENTO
RESINOSO.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu da
Universidade de Santo Amaro – UNISA, como requisito parcial para a obtenção
de título de Mestre em Odontologia, área de concentração implantodontia.
Orientador: Profa. Dra. Leticia Cristina Cidreira Boaro.

São Paulo dede 2015

Banca Examinadora

.....

Prof. Dr. _____

.....

Prof. Dr. _____

.....

Prof. Dr. _____

Dedico este trabalho aos meus pais Victor Hugo Ayala Maldonado e Nancy Perez Alanis pelo exemplo, apoio e orientação ao longo da minha vida, é neles que me espelho e aprendi o valor da família.

Aos meus filhos Gabriel, Hyago, Wendy que são a força para continuar melhorando dia após dia.

A minha esposa Abisag de Lima Xavier pela paciência e companheirismo em todo momento.

Agradecimentos

À Profa. Dra. Leticia Cristina Cidreira Boaro, pelo apoio incondicional e orientação no meu trabalho e pela amizade ao longo dos anos, receba minha gratidão, admiração e respeito por tudo que você representa na minha carreira.

Ao Prof. Dr. Wilson Sendyk pelos ensinamentos ao longo do mestrado.

Ao Prof. Dr. Fernando Akio Maeda, por todo o apoio, confiança e ensinamentos compartilhados para realização deste trabalho no laboratório de materiais dentários.

Ao Prof. Dr. Walter Miranda Junior, por abrir as portas do laboratório de materiais dentários da USP para realização deste trabalho.

À estudante de Iniciação Científica da UNISA Fabricia Viana Costa pela ajuda na realização na parte prática da pesquisa.

“Se um dia tiver que escolher entre o mundo e o amor lembre-se: se escolher o mundo ficará sem o amor, mas se escolher o amor com ele você conquistará o mundo. ”

Albert Einstein

RESUMO

O conhecimento dos diferentes tratamentos de superfície em zircônia a resistência de união por meio de adesivos e cimentos resinosos são muito importantes na odontologia atual. O objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união em zircônia em função do tratamento de superfície, utilização de primers e cimentos resinosos em estudo in vitro. Utilizando 120 blocos de zircônia de 7x7x3mm divididos em doze grupos experimentais n=10, de acordo com 3 fatores analisados tratamento de superfície (2 níveis), primer (3 níveis) e cimento (2 níveis). Os dados de resistência de união foram analisados utilizando o teste de ANOVA de três fatores (jateamento, primer e cimento) e teste de Tukey (alfa=5%). A análise estatística mostrou não haver significância na interação tripla ($p=0,278$), assim como nenhuma das interações duplas (JxC $p=0,538$; PxC $p=0,141$; JxP $p=0,965$). Quando os fatores foram analisados individualmente o fator C não foi significativo ($p=0,227$), enquanto os demais fatores J ($p=0,000$) e P ($p=0,000$) foram estatisticamente significantes. Analisando apenas o fator jateamento, tratamento Pós $9,15 \pm 3,62$ Mpa foi estatisticamente maior que o tratamento Pré. $5,24 \pm 3,53$ Mpa. Para o fator primer, os valores em MPa foram: Signum Zirconia Bond $10,42 \pm 3,54$ > Single Bond Universal $7,55 \pm 2,83$ > Nenhum primer $3,63 \pm 2,47$. Dentro das limitações deste estudo e após análise dos resultados podemos concluir que a utilização dos primers aumentou o valor de resistência de união na zircônia independentemente do tratamento de superfície e que o tratamento de superfície por abrasão triboquímica é eficiente para seu uso na zircônia. Não existe diferença estatística significativa na resistência de união dos cimentos resinosos (PANAVIA F e RelyX™U200).

Palavras-chave: Materiais Dentários. Prótese Dentária. Adesivos Dentários.

ABSTRACT

Knowledge of different surface treatments on zirconia bond strength by adhesives and resin cements are very important in today's dentistry. The objective of this study was to evaluate the resistance of union in zirconia as a function of surface treatment; utilization of primers and resin cements studied *in vitro*. Using 120 7x7x3mm zirconia blocks divided into twelve experimental groups $n = 10$, according to three factors analyzed surface treatment (two levels) and no primer Presence (3 levels) Cement (2 levels). The bond strength data were analyzed using ANOVA test three factors (sandblasting, primer and cement) and Tukey test ($\alpha = 5\%$). Statistical analysis showed no significance in the triple interaction ($p = 0.278$), and none of the double interactions ($p = 0.538$ JXC; $p = 0.141$ PXC; JXP $p = 0.965$). When the factors were individually analyzed the C factor was not significant ($p = 0.227$), while other factors J ($p = 0.000$) and P ($p = 0.000$) were statistically significant. Analyzing only the blasting factor, 9.15 ± 3.62 post treatment Mpa was statistically higher than the pre treatment. 5.24 ± 3.53 MPa. For the primer factor, the values in MPa were: Signum Zirconia Bond 10.42 ± 3.54 > Single Bond Universal 7.55 ± 2.83 > No primer 3.63 ± 2.47 . Within the limitations of this study and after analysis of the results we can conclude that the use of primers increased the bond strength value in zirconia regardless of surface treatment and that treatment of tribochemical abrasion surface is effective for use in zirconia. There is no statistically significant difference in bond strength of resin cements (PANAVIA F and RelyX[™] U200).

Keywords: Dental Materials. Dental Prosthesis. Dental adhesives.

Lista de Ilustrações

Figura 1.01 - A avaliação radiográfica de adaptação marginal de restauração em zircônia.....	18
Figura 1.02 - Fases ou formas cristalográficas da zircônia.....	18
Figura 1.03 - Microscopia eletrônica de varredura dos precipitados tetragonais na matriz cubica da Mg-PSZ.....	20
Figura 1.04 - Microscopia eletrônica de varredura de fibroblastos cultivados sobre zircônia.....	21
Figura 1.05 - Processo de revestimento por abrasão triboquímica.....	22
Figura 4.1.01 - Cortadeira elétrica de alta precisão.....	27
Figura 4.1.02 - Blocos cortados de zircônia.....	27
Figura 4.2.01 - Distância do corpo de prova em relação do bico de jateamento.....	28
Figura 4.2.02 - Dispositivo para padronização de jateamento de corpos de prova.....	28
Figura 4.2.03 - Corpos de prova após sinterização identificados para separação dos grupos.....	29
Figura 4.2.04 - Forno para zircônia e corpos de prova.....	29
Figura 4.3.01 - Isolamento de superfície e centralização dos corpos de prova para inclusão.....	30
Figura 4.3.02 - Inclusão dos corpos de prova com resina acrílica.....	30
Figura 4.5.01 - Sequência de montagem dispositivo de padronização da SDI.....	33
Figura 4.6.01 - Materiais utilizados para adesão com Signum Zirconia Bond	34
Figura 4.6.02 - Materiais usados para adesão com Single Bond Universal.....	34
Figura 4.6.03 - Fotopolimerizador VIP Junior™ e radiômetro OPTILUX.....	35
Figura 4.7.01 - Sequencia cimentação adesiva com dispositivo SDI.....	36
Figura 4.7.02 - Fotopolimerização do conjunto após cimentação.....	37
Figura 4.7.03 - Aplicação do OXYGUARD II para cimento resinoso PANAVIA F.....	37
Figura 4.8.01 - Máquina de ensaio universal KRATOS.....	38
Figura 4.8.02 - Sequência do teste de cisalhamento até a fratura.....	38
Figura 4.9.01 - Estereomicroscópio com câmera.....	40
Figura 4.9.02 - Tipos de modo de fratura	40

Lista de Tabelas

Tabela 1.01 - Propriedades dos materiais cerâmicos para odontologia.....	17
Tabela 4.4.01 - Divisão dos grupos com jateamento pré-sinterização	31
Tabela 4.4.02 - Divisão dos grupos com jateamento pós-sinterização	32
Tabela 5.1.01 - Dados de resistência de união de todos os grupos em relação dos cimentos utilizados.....	42
Tabela 5.1.02 - Resultados da ANOVA de três fatores.....	43
Tabela 5.1.03 - Dados de resistência de união considerando o fator jateamento.....	43
Tabela 5.1.04 - Dados de resistência de união considerando o fator Primer.....	44
Tabela 5.1.05 - Dados de resistência de união considerando o fator Cimento.....	45
Tabela 5.2.01 - Dados de frequência absoluta e frequência relativa.....	46

Lista de Gráficos

Gráfico 5.1.01 - Dados de resistência de união de todos os grupos em relação dos cimentos utilizados.....	42
Gráfico 5.1.02 - Dados de resistência de união considerando o fator jateamento.....	44
Gráfico 5.1.03 - Dados de resistência de união considerando o fator Primer	45
Gráfico 5.1.04 - Dados de resistência de união considerando o fator Cimento.....	46
Gráfico 5.2.01 - Comparativo dos tipos de fratura frequência absoluta.....	47
Gráfico 5.2.02 - Dados expressados em percentual da frequência relativa.....	47

Lista de Abreviaturas

°C	Graus centígrados.
a	Área.
Adj-MS	Soma das medias dos quadrados ajustados.
Adj-SS	Soma dos quadrados ajustados.
Al ₂ O ₃	Oxido de Alumínio.
ANOVA	ANalysis Of VAriance.- Analise de Variância.
CAD/CAM	Desenho e manufatura assistido por computador.
CaO	Oxido de Cálcio.
CaO-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada por Cálcio.
DF	Grau de liberdade.
DP	Desvio Padrão.
f	Força.
F	Valor de variância.
JNP	Jateado Pré-sinterização+Nenhum Adesivo+PANAVIA F.
JNU	Jateado Pré-sinterização+Nenhum Adesivo+RelyX™ U200.
JSP	Jateado Pré-sinterização+Signum Zirconia Bond+PANAVIA F.
JSU	Jateado Pré-sinterização+Signum Zirconia Bond+RelyX™ U200.
JUP	Jateado Pré-sinterização+Single Bond Universal+PANAVIA F.
JUU	Jateado Pré-sinterização+Single Bond Universal+RelyX™ U200.
Ltda.	Limitada.
MDP	10 Metacriloiloxidecil Dihidrogénio Fosfato.
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura.
MgO	Oxido de Magnésio.
Mg-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada por Magnésio.
mm	Milímetro.

mm/min	Milímetro pro minuto.
MMA	Metil Metacrilato.
mol%	Porcentagem de moléculas.
MPa	Mega Pascal.
N	Newton.
nm	Nano mícron.
OPC	Otimizador de Primer para Cimentação.
P	Valor de probabilidade.
PSZ	Zircônia Parcialmente Estabilizada.
PVC	Policloreto de vinil.
r	Raio.
r ²	Raio ao quadrado.
RNP	Rocatec™ Soft+Nenhum adesivo+ PANA VIA F.
RNU	Rocatec™ Soft+Nenhum adesivo+ RelyX™ U200.
RSP	Rocatec™ Soft+Signum Zirconia Bond+PANA VIA F.
RSU	Rocatec™ Soft+Signum Zirconia Bond+RelyX™ U200.
RU	Resistência de União.
RUP	Rocatec™ Soft+Single Bond Universal+ PANA VIA F.
RUU	Rocatec™ Soft+Single Bond Universal+ RelyX™ U200.
SDI	Southern Dental Industries.
Seg-SS	Soma dos quadrados.
x	Multiplicado por vezes.
Y ₂ O ₃	Oxido de Ítrio.
Y-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada por Ítrio.
Y-TZP	Zircônia Tetragonal Parcialmente Estabilizada por Ítrio.
Zr O ₂	Dióxido de Zircônio.

Lista de Símbolos

μm	Micrômetro
™	Trademark ou marca comercial
®	Marca registrada
±	Mais ou menos
%	Por cento
π	Valor de Pi
#	Número

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 OBJETIVO	25
3 HIPOTESE DE TRABALHO	26
4 MATERIAIS E METODOS.....	27
4.1 Obtenção dos espécimes.....	27
4.2 Jateamento de superfície.....	28
4.3 Inclusão dos espécimes.....	30
4.4 Divisão dos grupos.....	31
4.5 Preparação para teste de cisalhamento com o dispositivo de padronização SDI.....	32
4.6 Protocolo de adesão.....	34
4.7 Protocolo de cimentação.....	35
4.8 Teste de cisalhamento.....	38
4.9 Análise do modo de fratura.....	40
4.10 Análise estatística.....	41
5 RESULTADOS	42
5.1 Resistencia de união.....	42
5.2 Modo de Fratura.....	46
6 DISCUSSÃO	48
6.1 Tratamento de superfície.....	48
6.2 Adesão.....	49

6.3 Cimento.....	50
6.4 Modo de fratura.....	51
7 CONCLUSÃO	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

Atualmente na odontologia a utilização dos materiais cerâmicos tem crescimento contínuo devido as altas propriedades estéticas, propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estabilidade de cor (1, 2).

Alguns materiais cerâmicos possibilitam as reabilitações livres de metal, podendo mencionar o IPS Empress II, Alumina In-Ceram e In-Ceram Zircônia e Procera Alumina entre outros ilustrados na tabela 1.01, com estes materiais foi possível alcançar melhores resultados estéticos por apresentarem melhor translucidez e brilho quando comparado com restaurações metalo-cerâmicas, porém relativamente menor resistência.

As propriedades dos materiais cerâmicos são de vital importância para seu uso na odontologia principalmente a resistência à flexão e a resistência a propagar a fratura (3). A tabela 1.01 descreve alguns dos materiais cerâmicos disponíveis em odontologia separados por nome do sistema, produtor, composição do material e comparativos de resistência. As abreviaturas estão disponíveis na lista de abreviaturas para melhor entendimento.

Tabela 1.01- Propriedades dos materiais cerâmicos para aplicações odontológicas (Meyenberg et al. 1995).

Sistema	Produtor	Material	Resistencia à Flexão (MPa)	Tenacidade a Fratura (MPa/mm ^{1/2})
Empress II	Ivoclar	Dissilicato de Lítio	300-400	2,8 - 3,5
In-Ceram oxido de alumínio	Vita Zahnfabrik	Oxido de Alumínio + Vidro	235-600	3,1 - 4,6
In-Ceram zircônia	Vita Zahnfabrik	Oxido de Alumínio + Vidro+35% PSZ	420-800	6,8
Procera All-Ceram Bridges	Nobel Biocare	Oxido de Alumínio puro	490-700	4,5-6
Cercon	Dentsply	Y-TZP	900-1.200	9-10
DCS - Precident	Dentsply	Y-TZP	900-1.200	9-10
Lava	3M-Espe	Y-TZP	900-1.200	9-10

Fonte: (Livro Aplicações da zircônia na odontologia. Cap. 1 p. 11).

O nome “zircônia” identifica o dióxido de zircônio (ZrO_2) abundante na terra mais do que alguns elementos considerados comuns, como: cobre, estanho, chumbo e zinco. As suas propriedades mecânicas são semelhantes aos de metais e sua cor é semelhante à cor do dente (4) porém a zircônia tem uma alta opacidade, se a translucidez da restauração é absolutamente necessária, pode ser alcançada com os outros materiais cerâmicos, tais como alumina ou dissilicato de lítio, além disso a radiopacidade da zircônia é muito útil para monitorar a adaptação marginal pela avaliação radiográfica, especialmente quando em preparos intra-sulculares (Fig. 1.01) (5), é chamado também de “aço cerâmico” pelas boas propriedades mecânicas (6).



Figura 1.01 - A avaliação radiográfica dos elementos 25 e 26 com zircônia-porcelana após cimentação observe a adaptação marginal completa.

Fonte: Journal of dentistry 35 (2007) 819 – 826.

Os cristais de zircônia se caracterizam por ter 3 formas cristalográficas diferentes, uma propriedade do material conhecida como polimorfismo. Essas formas ou fases são: monoclinica, tetragonal, cúbica.

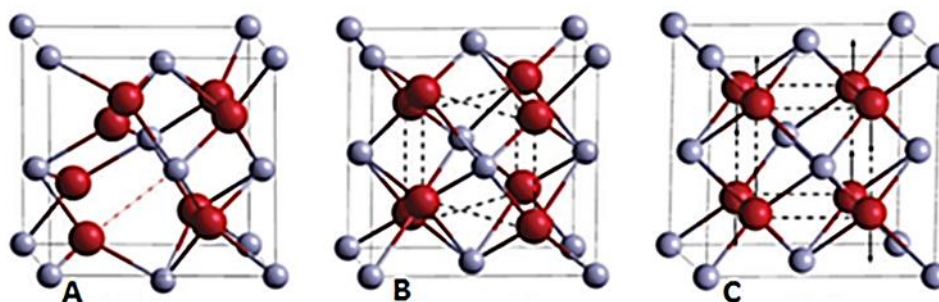


Figura 1.02 - Fases ou formas cristalográficas da zircônia, A: monoclinica, B: tetragonal, C: cubica.

Fonte: Gallino, Valentin, Pacchioni 2011, p. 1.

A fase monoclínica apresenta redução do desempenho mecânico, fase em que permanece em temperatura ambiente, a partir de 1170°C, se transforma para a fase tetragonal, onde proporciona melhores propriedades mecânicas, é a fase considerada estável para aplicação médica. A partir de 2370°C se transforma em fase cúbica, também estável, porém com propriedades mecânicas moderadas a qual existe até 2680°C (7).

Pesquisas de Garvie e Nicholson obtiveram uma zircônia acrescida de Óxido de Cálcio (CaO) em uma concentração adequada para coexistência em temperatura ambiente da fase cúbica com a fase tetragonal e/ou com a fase monoclínica, iniciando com isso a busca pela estabilização da zircônia (8), esse comportamento de estabilização na fase tetragonal também foi observado na presença de outros óxidos, como o óxido de magnésio (MgO), ou óxido de ítrio (Y_2O_3), esses materiais são conhecidos como “Zircônia parcialmente estabilizada” (partially stabilized zirconium) (PSZ) de acordo com o óxido utilizado como estabilizador podemos ter, zircônia parcialmente estabilizada por óxido de cálcio (CaO-PSZ), zircônia parcialmente estabilizada por óxido de magnésio (Mg-PSZ), zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-PSZ) etc. (9).

Independentemente do óxido estabilizador utilizado, a PSZ é um material com microestrutura bifásica constituída de grãos cúbicos com diâmetro entre 40 e 70 μm em cujo interior estão uniformemente dispersos os cristais tetragonais lenticulares com diâmetro entre 100 e 200 nm e espessura 10 e 30 nm (Fig. 1.02), que mostra a zircônia parcialmente estabilizada por óxido de magnésio.

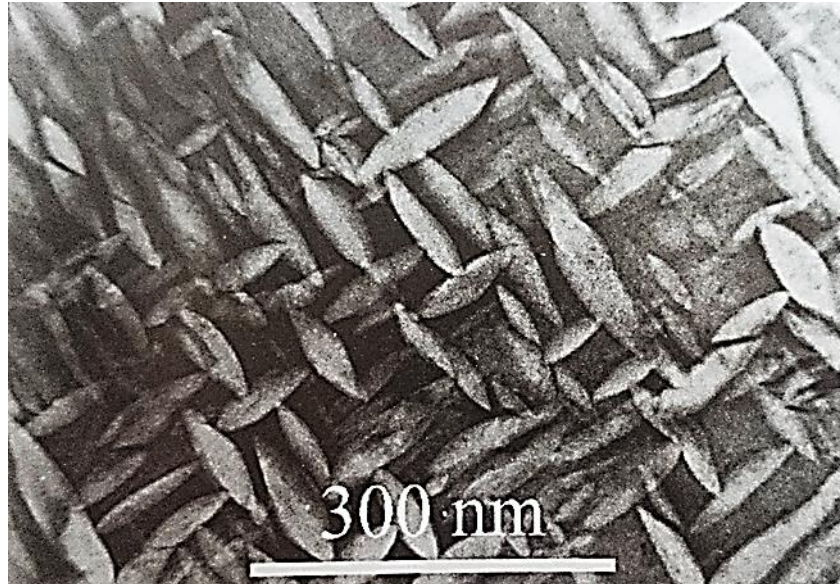


Figura 1.03 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos precipitados tetragonais na matriz cubica da Mg-PSZ.

Fonte: Imagem livro Aplicações da zircônia na odontologia. Cap. 2 Pag. 19.

No sistema ZrO_2 - Y_2O_3 também é possível obter PSZ o interesse principal no uso do óxido ítrio (Y_2O_3) como estabilizador é a possibilidade de obter materiais cerâmicos formados quase completamente por zircônia na sua fase tetragonal a temperatura ambiente (10).

Os materiais que contem Y_2O_3 em concentração equivalente a 2-3 mol%, conhecidos como zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP) foram desenvolvidos por de Rieth et. al. e Gupta et. al. (11). Embora a zircônia seja estabilizada a temperatura ambiente quando o material é submetido a tensões externas, ocorre uma transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica (12, 13). Esta modificação cristalina é seguida por uma expansão ou aumento de volume de aproximadamente 3 a 5% produzindo tensões de compressão que veda trinca pré-existente e dificulta sua propagação (14).

Estudos *in vitro* foram realizados para obter informações sobre o comportamento celular na superfície de zircônia. Avaliações *in vitro* de culturas de fibroblastos confirmaram que ZrO_2 não é citotóxica (15, 16)(Fig. 1.03).

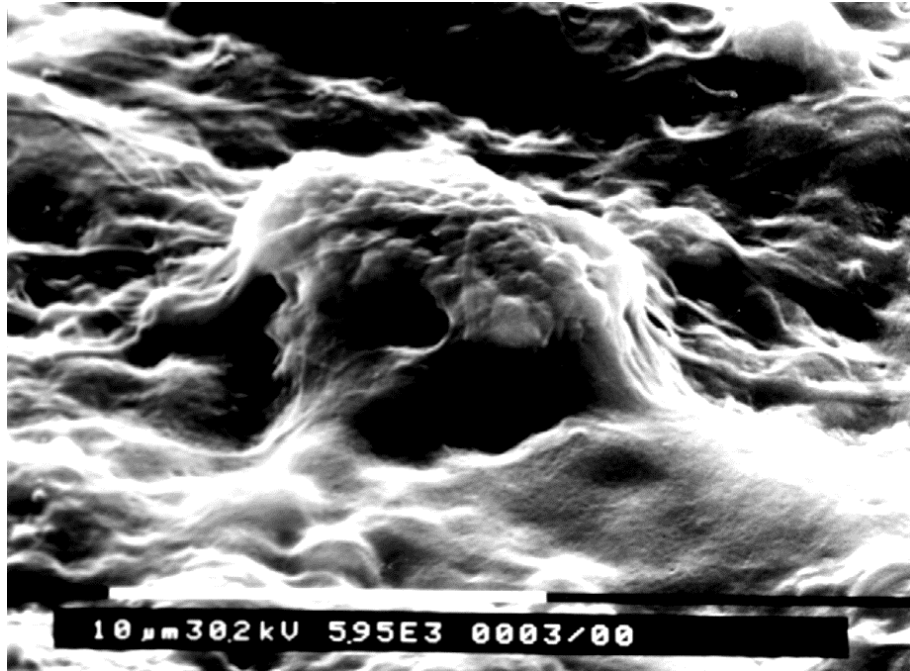


Figura 1.04 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) a observação de fibroblastos cultivados sobre zircônia: as células crescem sobre a totalidade superfície de zircônia, cobrindo-a com uma camada celular. Um corpo de célula coberta pelo citoplasma é discernível (ampliação 7400T).

Fonte: Journal of dentistry 35 (2007) 819 – 826.

A introdução do desenho e manufatura assistido por computador (CAD/CAM technology) para o mercado odontológico tem facilitado o uso da zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (Y-PSZ) (1, 13, 17).

O uso da zircônia em odontologia é amplamente difundido podendo ser usado como infraestrutura das próteses fixas unitárias e múltiplas também como pinos intraradiculares, e até como implantes dentários e componentes protéticos (18) pelas suas excelentes propriedades óticas e mecânicas (19-21).

Apesar de oferecer ótimas propriedades óticas, mecânicas e ser altamente biocompatível a zircônia após sinterização, não apresenta formação de sílica na sua superfície o que nas cerâmicas convencionais feldspáticas, é responsável pela rugosidade criada após o uso de ácido fluorídrico 10%, formando assim micro retenções que favorecem a união dos cimentos resinosos (5, 22), o seu alto conteúdo cristalino torna esses sistemas resistentes aos ácidos o que impede a utilização do mesmo protocolo de cimentação para cerâmicas de baixa resistência (19) o condicionamento com ácido fluorídrico 10% na superfície da zircônia não leva a

alterações da rugosidade do material nem aumenta os valores de resistência de união (23), por isso a zircônia tem um baixo potencial para aderência aos cimentos resinosos (24).

Vários tratamentos de superfície tais como abrasão por partículas, revestimento de sílica na superfície da zircônia e infiltração seletiva por meio de condicionamento tem sido utilizados para melhorar a ligação da zircônia com cimentos resinosos (21).

Embora não exista um consenso sobre o método de tratamento de superfície mais apropriado para zircônia, a combinação de partículas abrasivas a base de óxido de alumínio (Al_2O_3) provocam micro retenção mecânica (25). O tratamento de superfície por abrasão com óxido de alumínio (Al_2O_3) na cerâmica tem como objetivo aumentar a área de superfície disponível para adesão. O tamanho de partícula parece não influenciar os valores de resistência a fratura da zircônia as partículas utilizadas para abrasão com Al_2O_3 devem variar de tamanhos entre 50 a 250 μm (22) também é um dos tratamentos mais populares com uma técnica simples de aplicação em consultório (24, 26).

Recentemente, foram desenvolvidos novos sistemas de condicionamentos de superfície na zircônia que buscam solucionar o problema de adesão, promovendo micro retenções mecânicas na superfície das restaurações, utilizando alumina revestida por partículas de sílica aumentando ou agregando uma camada fina de sílica favorecendo a interação química com o silano ou com adesivos específicos para zircônia e promover a cimentação adesiva da superfície da zircônia, esta técnica de abrasão é conhecida como tratamento por abrasão triboquímica (Fig. 1.04) , usando o sistema Rocatec™ (3M ESPE), com o jateamento prévio com Al_2O_3 , (20, 24, 27).



Figura 1.05 - Ilustração do processo de revestimento por abrasão triboquímica com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica sobre alta pressão de ar.

Fonte: Journal Dental Materials 27 (2011) 71–82.

Pode-se mencionar que no processo de revestimento por abrasão triboquímica com partículas de sílica por alta pressão de ar se cria uma energia local que facilita a transferência da sílica na superfície da zircônia podendo provocar danos na superfície e acelerar a fadiga do material que pode provocar a regressão de fase a monoclinica para compensar a trinca e assim evitar sua expansão (22). Os resultados de vários estudos mostram que a abrasão com partículas de óxido de alumínio revestido por sílica obtiveram maior força de ligação quando utilizados para adesão com cimentos resinosos (13, 28).

Atualmente, não existe consenso sobre qual é o melhor protocolo de adesão para zircônia utilizado em odontologia, isso é importante particularmente para as restaurações onde a retenção mecânica é deficiente como é o caso da zircônia.

Alguns estudos demonstraram que o silano é responsável pela adesão entre o cimento resinoso e o substrato onde é aplicado, melhorando os valores e resistência adesiva a testes de cisalhamento (29) contrariando estas afirmações pesquisas ao respeito da influência da silanização na resistência adesiva em alumina ao cimento resinoso PANA VIA F, constataram que o silano não aumentou a adesão do cimento comparado com a média de referência (30), afirmando que o silano não melhora a força de ligação na zircônia (21, 23), a falta de sílica na zircônia também remove a ligação química entre a sílica e silano para reação da silanização (22), tem sido recomendado após tratamento de superfície realizar um condicionamento ou adesão com um iniciador contendo MDP para ligação química (25, 31, 32).

Cimentos resinosos contendo dimetacrilato glicerolato bisfenol A (Bis-GMA), 4-metacrilil trimetílico anidrido (4-META) e o monômero 10 Metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato (MDP) mostram ligação potencial à zircônia (28). O uso de monômero MDP presente em cimentos resinosos e ligações de metais primários a óxidos metálicos em superfícies de ligas de metais básicos foram avaliados para estabelecer uma possível interação química entre os sistemas de cerâmica com alto teor vítreo e cimentos resinosos (19) que resultou em valores elevados de resistência de união (23, 25, 26, 33) estes materiais foram desenvolvidos para fazer ligação com óxidos metálicos (33). O MDP foi introduzido no mercado odontológico pela primeira vez pela Kuraray Medical Inc. (Okayama, Japão) incluído no cimento resinoso

PANAVIA F, e adesivos Alloy Primer, Clearfil Primer Cerâmico e Clearfil SE Bond. O cimento PANAIA F é utilizado com um gel semilíquido hidrossolúvel conhecido como OXIGUARD II cujo objetivo é completar a polimerização anaeróbia do cimento PANAIA F (34, 35) utilizado por 3 minutos e posteriormente lavando com água corrente por 10 segundos para remoção do produto. Cimentos autoadesivos de único passo também tem sido propostos para cimentar restaurações a base de zircônia (28), estes cimentos autoadesivos contendo MDP recentemente desenvolvidos são o RelyX™ U100 e o cimento Multilink® Automix (32).

Recentemente, outros fabricantes têm introduzido novos adesivos contendo MDP. Estes adesivos de frasco único são chamados "universais", porque podem ser usados com ataque ácido e lavagem ou como auto condicionantes sobre a superfície do dente (25).

No mercado odontológico podemos encontrar alguns primers específicos para adesão de zircônia como Signum Zirconia Bond – Heraeus Kulzer que foi desenvolvido especificamente para aplicação na superfície da zircônia em laboratório dental e também o Single Bond Universal (3M ESPE) combinado com o Single Bond Universal OPC (3M ESPE) que segundo os fabricantes este protocolo é indicado para cimentação adesiva da zircônia.

2 OBJETIVO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união em zircônia em função do tratamento de superfície, utilização de primers e cimentos resinosos em estudo *in vitro*.

3 HIPÓTESE DE TRABALHO

A hipótese de trabalho do presente estudo é que os diferentes tratamentos de superfície, a utilização dos primers e os diferentes cimentos resinosos influenciam os valores de resistência de união.

4 MATERIAIS E METODOS

4.1 Obtenção dos espécimes.

Para a confecção dos diferentes grupos, foram utilizados blocos de zircônia (Lava, 3M-ESPE St. Paul, MN EUA), os quais foram seccionados com disco diamantado montado em cortadeira elétrica de alta precisão (Isomet 1000, Buehler, Germany), com cortes sucessivos até a obtenção de corpos de prova com dimensões aproximadas de 7x7x3mm em número aproximado de 120 espécimes.



Figura 4.1.01 - Cortadeira elétrica de alta precisão (Isomet 1000, Buehler, Germany), montada com disco diamantado EXETC.

Fonte: (AYALA, 2015).



Figura 4.1.02 - Blocos cortados de zircônia de tamanho 7x7x3 mm.

Fonte: (AYALA, 2015).

Todos os corpos de provas receberam o polimento de suas superfícies com lixa de oxido de alumínio abrasivas com granulação de # 1200 (Norton Brasil) em lixadeira de bancada circular com irrigação contínua.

4.2 Jateamento de superfície.

Foram separados aleatoriamente 60 corpos de prova e identificados com marcador vermelho para identificação do grupo jateamento pré-sinterização, posteriormente jateados com oxido de alumínio de 150 μm de tamanho a uma distância de 10 mm a 45° de angulação com uma pressão de 2,8 bar por 10 segundos seguindo padronização determinada em pesquisas na revisão de literatura (18, 24, 26, 36), com um dispositivo para padronização de jateamento desenvolvido no laboratório de materiais dentários da Universidade de São Paulo.

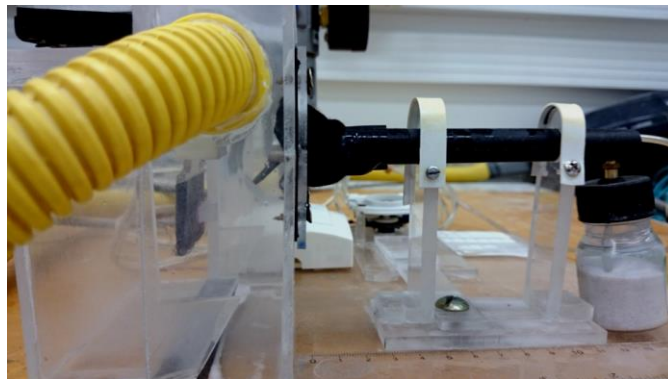


Figura 4.2.01 - Distância do corpo de prova em relação do bico de jateamento.

Fonte: (AYALA, 2015).

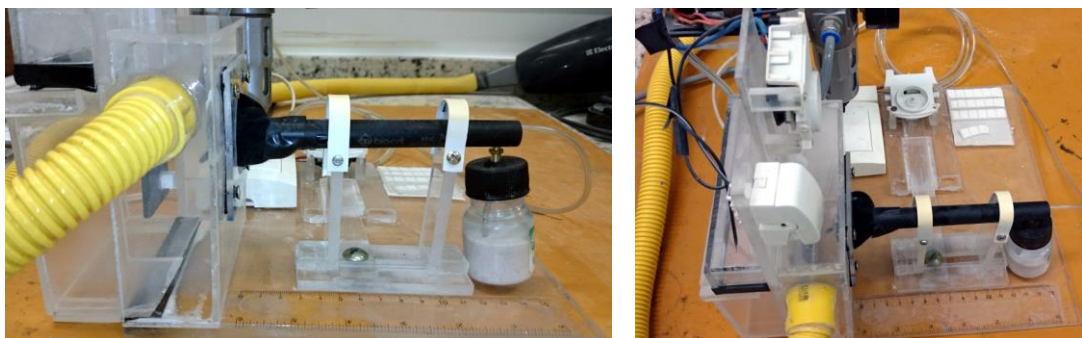


Figura 4.2.02 - Dispositivo para padronização de jateamento de corpos de prova desenvolvido no laboratório de materiais dentários da Universidade de São Paulo.

Fonte: (AYALA, 2015).

Posteriormente todos os corpos de prova foram sinterizados em 2 grupos separadamente o grupo com jateamento pré-sinterização identificado com a cor

vermelha e o grupo jateamento pós-sinterização identificado com cor azul, em forno para zircônia Zyrcomat (Vita, Zanhfabrik, Alemanha) com ciclo de sinterização de 1530° C por duas horas, com taxa média de aquecimento de 25°C por minuto e um tempo de resfriamento de 7,5 horas.



Figura 4.2.03 - Corpos de prova após sinterização identificados para separação dos grupos a esquerda os corpos de prova com jateamento pré-sinterização com oxido de alumínio identificados com a cor vermelha, a direita os corpos de prova jateados pós-sinterização com Rocate™ Soft (abrasão triboquímica) identificados com a cor azul.

Fonte: (AYALA, 2015).

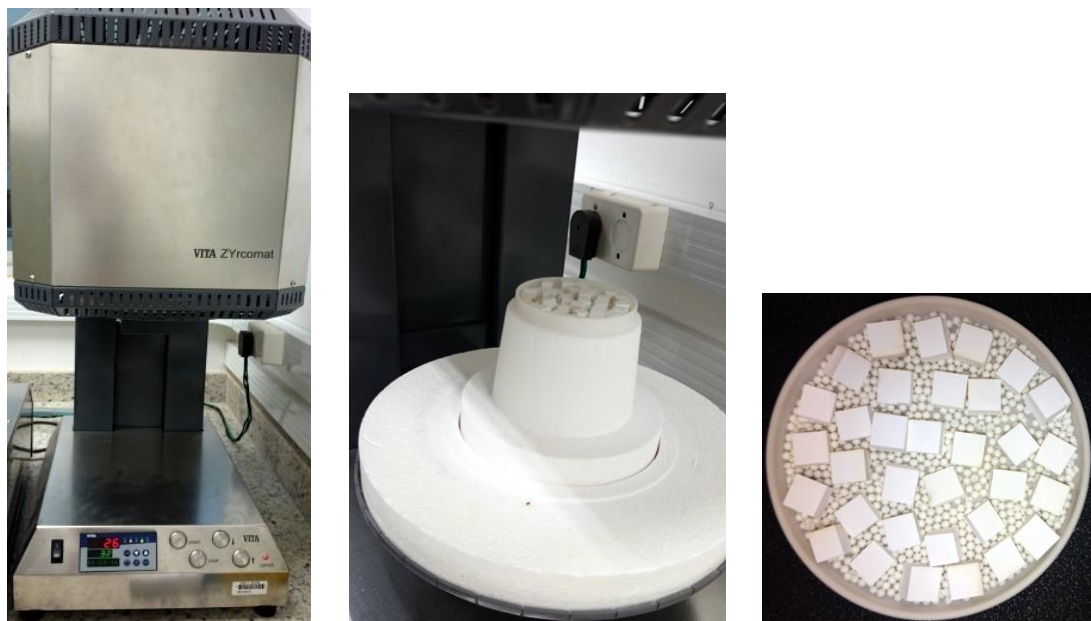


Figura 4.2.04 - Forno para zircônia Zyrcomat (Vita, Zanhfabrik, Alemanha) e corpos de prova posicionados na bandeja refratária para sinterização.

Fonte: (AYALA, 2015).

4.3 Inclusão dos espécimes

Os corpos de prova foram inclusos em tubos de PVC com 25 mm de diâmetro (3/4 de polegada) por 10 mm de altura, isolados com gel hidrossolúvel para não alterar a superfície dos corpos de prova, deixando a face tratada livre para o procedimento de adesão, centralizados e preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada (Jet – Artigos Odontológicos Clássico Ltda. Brasil).

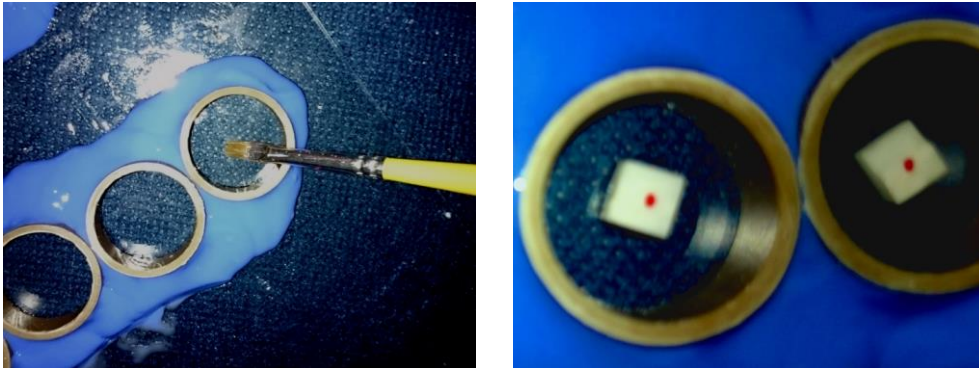


Figura 4.3.01- Isolamento de superfície e centralização dos corpos de prova para inclusão.

Fonte: (AYALA, 2015).



Figura 4.3.02 - Inclusão dos corpos de prova com resina acrílica.

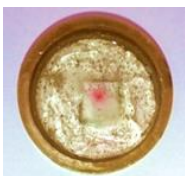
Fonte: (AYALA, 2015).

4.4 Divisão dos grupos

Os corpos de prova serão divididos em doze grupos experimentais, de acordo com os fatores analisados: Tratamento de superfície (2 níveis). Presença de primer e nada (3 níveis) Cimento (2 níveis) a quantidade de corpos de prova inicial foi de 10 por grupo.

A.- Foram separados os grupos com jateamento tratamento pré-sinterização dividindo em seis grupos de 10 espécimes e identificados com siglas e numerados de 1 a 10. A continuação os 6 grupos serão descritos e ilustrados para melhor entendimento na tabela 4.4.01.

Tabela 4.4.01 - Divisão dos grupos com jateamento pré-sinterização identificados com siglas n= 10 espécimes cada grupo.

Corpo de prova com jateamento pré-sinterização (J)					
					
Signum Zirconia Bond (S) 		Single Bond Universal (U) 		Nenhum Primer (N)	
RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 	RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 	RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 
JSU	JSP	JUU	JUP	JNU	JNP

B.– Foram separados os grupos sem tratamento pré-sinterização e dividiu em seis subgrupos de 10 espécimes e identificados siglas e numerados de 1 a 10. A continuação os 6 grupos serão descritos e ilustrados para melhor entendimento na tabela 4.4.02.

Tabela 4.4.02 - Divisão dos grupos com jateamento pós-sinterização com Rocatec™Soft identificados com siglas n=10 espécimes cada grupo.

Corpo de prova com jateamento pós-sinterização com Rocatec™Soft (R)					
					
Signum Zirconia Bond (S) 		Single Bond Universal (U) 		Nenhum Primer (N)	
RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 	RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 	RelyX™ U200 (U) 	PANAVIA™ F (P) 
RSU	RSP	RUU	RUP	RNU	RNP

Fonte: (AYALA, 2015).

4.5 Preparação para teste de cisalhamento com o dispositivo de padronização da SDI.

Após a realização dos tratamentos de superfície, da sinterização final e da inclusão dos espécimes em resina acrílica nos tubos de PVC com o sem aplicação de

adesivo, os mesmos foram montados no dispositivo de padronização da SDI (Southern Dental Industries, Victoria, Austrália) que consiste em duas placas metálicas densas unidas por três molas para prender e centralizar os cilindros de PVC que contém os corpos de prova, e um cilindro pequeno metálico oco, com diâmetro externo de 4 mm e interno de 3,5mm, com um anel externo metálico que divide na altura de 1/3 do cilindro para fixação do cilindro ao corpo de prova, onde será introduzido um pino de acrílico transparente com 3 mm de diâmetro, 3,8 mm de altura, dentro do dispositivo de cisalhamento metálico com objetivo de remover o excesso de cimento e homogeneizar a superfície deixando aproximadamente 0,2 mm de espaço de cimento em contato com a superfície do corpo de prova de zircônia.

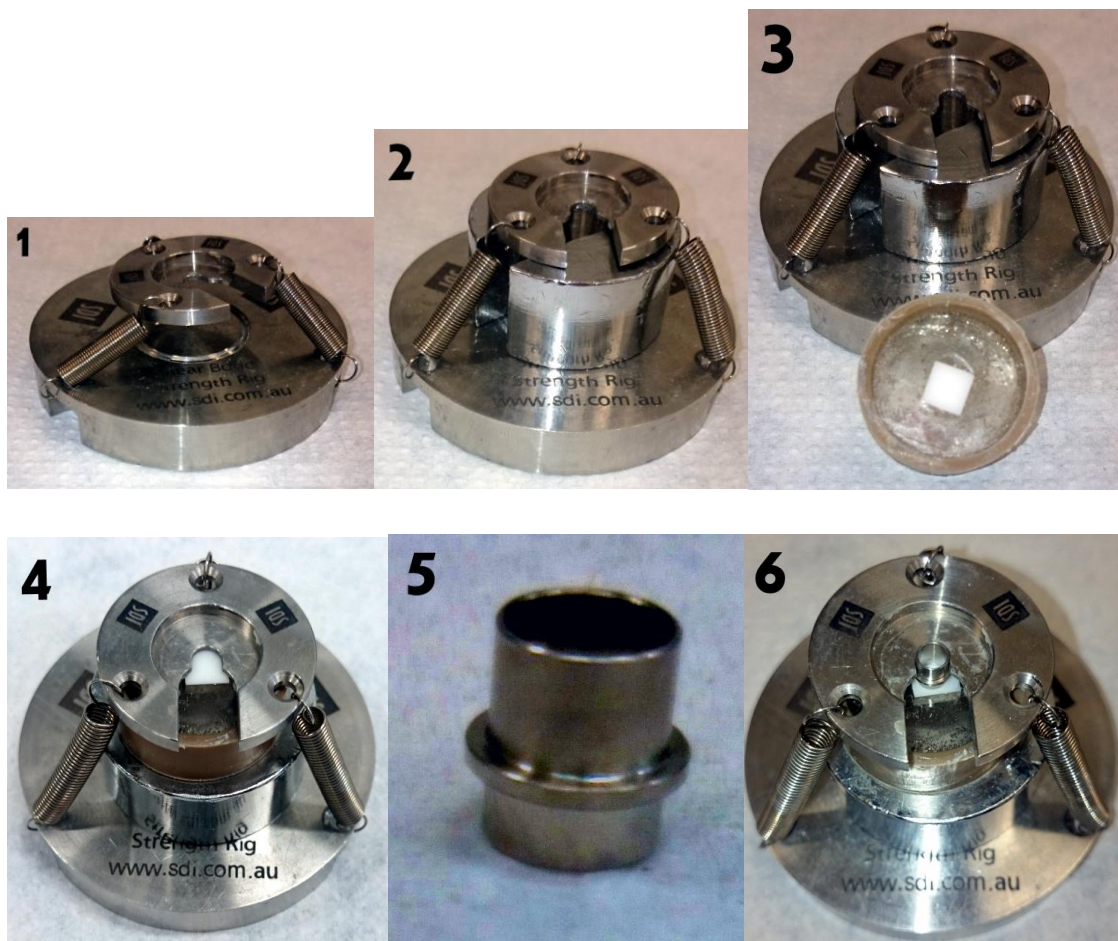


Figura 4.5.01 - Sequência de montagem dispositivo de padronização da SDI 1,2,3. Dispositivo SDI e tubo de PVC com corpo de prova centralizado 4: Posicionamento e centralização do corpo de prova em relação da parte superior do dispositivo SDI. 5: cilindro metálico oco, com diâmetro externo de 4 mm e interno de 3,5mm, com anel externo metálico que divide na altura de 1/3 do cilindro. 6: Dispositivo SDI montado e pronto para cimentação.

Fonte: (AYALA, 2015).

4.6 Protocolo de adesão.

Para o processo de cimentação adesiva foram separados os quatro subgrupos de adesão com Signum Zirconia Bond nas superfícies pré e pós sinterização (JSU, JSP, RSU, RSP) aplicou-se então uma camada de homogênea do Signum Zircônia Bond I sobre a superfície e secado levemente com ar, aplicando em seguida Signum Zirconia Bond II em camadas finas, e polimerizando por 40 segundos segundo orientação do fabricante.

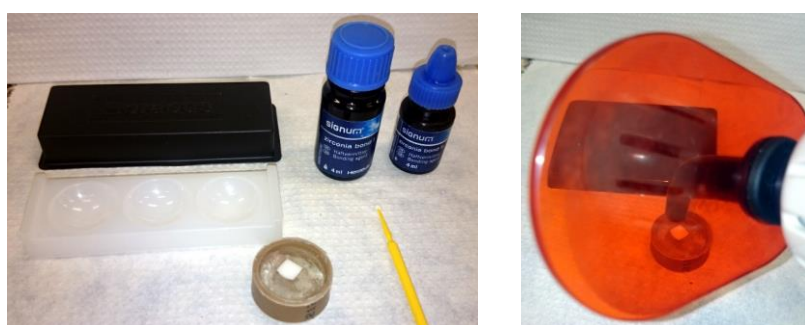


Figura 4.6.01 - Materiais utilizados para adesão com Signum Zirconia Bond e Fotopolimerizador VIP Junior TM.

Fonte: (AYALA, 2015).

Da mesma forma foram separados os quatro subgrupos de adesão com Single Bond Universal combinado com Single Bond Universal OPC nas superfícies pre e pós sinterização (JUU, JUP, RUU, RUP) e misturou-se na proporção um a um o primer Single Bond Universal combinado com o Single Bond Universal OPC aplicou-se então uma camada de homogênea sobre a superfície e secado levemente com ar, aplicando em seguida uma nova camada secando levemente com ar e deixando acontecer a reação química por 40 segundos sem utilizar o fotopolimerizador antes da cimentação.



Figura 4.6.02 - Materiais usados para adesão sistema Single Bond Universal.

Fonte: (AYALA, 2015).

Para a polimerização foi usado um fotopolimerizador regulável de luz halógena modelo VIP Junior™ (Bisco.Inc.1100W. Irving Park Rd.Schaumburg-USA) com irradiância de 450MW que foi verificado previamente por meio de radiômetro MODEL 100 OPTILUX RADIOMETER (Made in USA) para manter uma padronização em todos os passos dentro da pesquisa.



Figura 4.6.03 - Fotopolimerizador VIP Junior™ e medição de irradiância no radiômetro OPTILUX.

Fonte: (AYALA, 2015).

4.7 Protocolo de cimentação.

Após espatulação do cimento resinoso, conforme instruções do fabricante, o mesmo foi colocado no interior do cilindro oco com auxílio de aplicador de cimento, imediatamente foi colocado o pino acrílico no interior do cilindro, deixando bem próxima borda superior para escoamento do excesso de cimento cuidadosamente removidos com um pincel.



Figura 4.7.01 - Sequência de cimentação adesiva com dispositivo SDI 1: Cimento RelyX™U200 dosagem correta da base e catalizador. 2: Cimento PANAVIA F proporção correta para dosagem 1/3 de volta. 3: Consistência dos cimentos após espatulação. 4: Aplicação do cimento resinoso no interior do cilindro oco do dispositivo SDI. 5: Cimento resinoso distribuído homogeneamente no interior do cilindro. 6: Colocação do pino plástico para escoamento do material de cimentação e padronização da quantidade de cimento (0,2mm) aproximadamente. 7: Remoção do excesso de cimento e posição correta do pino acrílico.

Fonte: (AYALA, 2015).

O conjunto foi fotopolimerizado por 20 segundos, para o cimento RelyX™ U200 seguindo as instruções do fabricante. Para o cimento PANA VIA F após polimerização por 20 segundos de acordo com os fabricantes deve-se realizar a aplicação do Oxyguard II para proteção dos corpos de prova com objetivo de completar a polimerização anaeróbia do cimento PANA VIA F por 3 minutos e posteriormente lavando com água corrente por 10 segundos para remoção do produto.

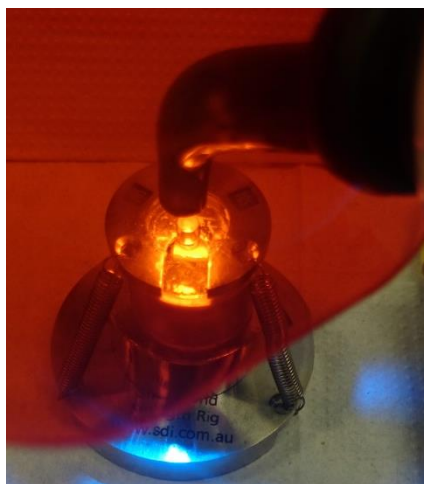


Figura 4.7.02 - Fotopolimerização com luz halógena do conjunto após cimentação com os cimentos RelyX™ U200 e PANA VIA F por 20 segundos seguindo as recomendações dos fabricantes.

Fonte: (AYALA, 2015).



Figura 4.7.03 - Aplicação do OXYGUARD II para os espécimes cimentados com cimento resinoso PANA VIA F.

Fonte: (AYALA, 2015).

Todos os corpos de prova foram armazenados com água destilada sem contato da mesma com a superfície da zircônia ou cimento, umidificando pedaços de algodão a temperatura de 37°C em estufa por 24 horas.

4.8 Teste de cisalhamento

Os testes de resistência ao cisalhamento foram realizados na máquina de ensaio universal (KRATOS, LKC3 – USB, Brasil) com corpos de prova adaptados a uma matriz metálica de modo a ficar verticalmente a máquina e paralelamente a faca de ponta reta. A força de cisalhamento será aplicada até ocorrer a fratura entre cimento e a zircônia, à uma velocidade constante de 0,5 mm/minuto ilustrados nas figuras 4.8.01 e 4.8.02.

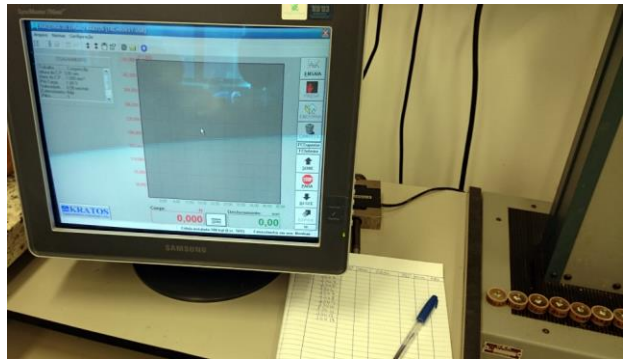


Figura 4.8.01 - Máquina de ensaio universal (KRATOS, LKC3 – USB, Brasil).

Fonte: (AYALA, 2015).

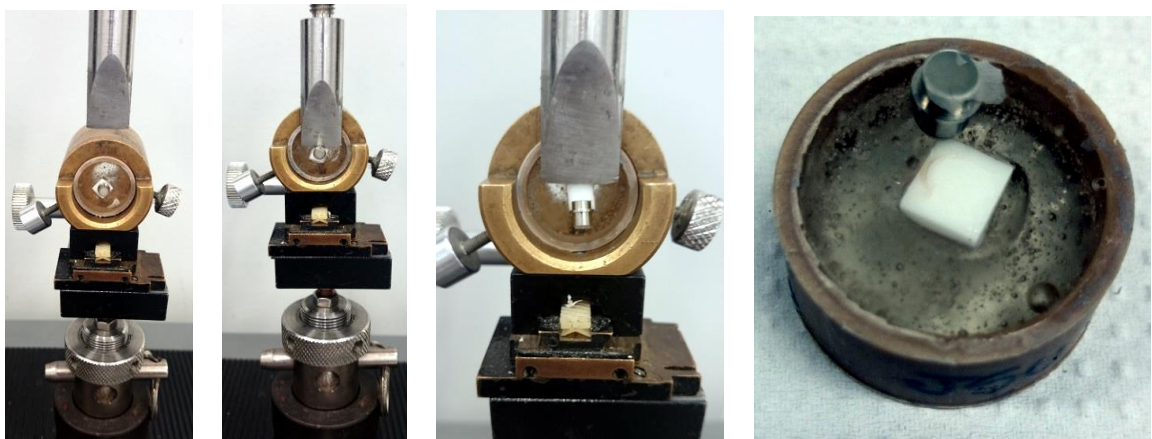


Figura 4.8.02 - Sequência do teste de cisalhamento na máquina de ensaio universal até a fratura.

Fonte: (AYALA, 2015).

Os resultados de força na máquina de testes universal foram obtidos em newton (N) e foram transformados para dados de resistência de união (RU) em Mega Pascal (MPa) utilizando a seguinte formula.

$$\text{Resistencia de união MPa} = \frac{f}{a}$$

Onde a força é igual ao valor obtido na máquina de ensaio universal e área é igual $\pi.r^2$, devemos lembrar que cilindro oco para padronização da área de cimentação é de 3,5 mm de diâmetro interno o raio correspondera ao valor de 1,75 mm que será um valor constante dentro do nosso estudo devido a padronização do cilindro oco do dispositivo SDI. Teremos então a seguinte formula:

$$\text{Resistência de união MPa} = \frac{f}{\pi.r^2}$$

$$\text{Resistencia de união MPa} = \frac{\text{valor obtido}}{3,1416(1,75)^2}$$

$$\text{Resistencia de união MPa} = \frac{\text{valor obtido}}{3,1416 \times 3,625}$$

Resultando no valor da constante (9,62) acompanhada da formula que deverá ser aplicada a cada valor obtido dos corpos de prova na máquina de ensaio universal obtendo os valores em MPa.

$$\text{Resistencia de união MPa} = \frac{\text{valor obtido}}{9,62}$$

Todos os corpos de prova foram guardados com seus respectivos cilindros após a fratura no teste de cisalhamento para análise do modo de fratura.

4.9 Análise do modo de fratura.

O modo de fratura de cada espécime será determinado utilizando um estereomicroscópio com aumento de 40x (modelo SZ61, Olympus Inc., Tóquio Japão) equipado com uma câmera CCD (Q-Color 3, Olympus), classificando os diferentes modos de fratura como: falha adesiva entre cimento/zircônia quando a superfície da zircônia era visível; falha coesiva em cimento quando existe fratura no interior do cimento quase a totalidade da superfície de fratura foi coberto com cimento; falha mista, com falhas adesiva e coesiva na mesma superfície de fratura (23).

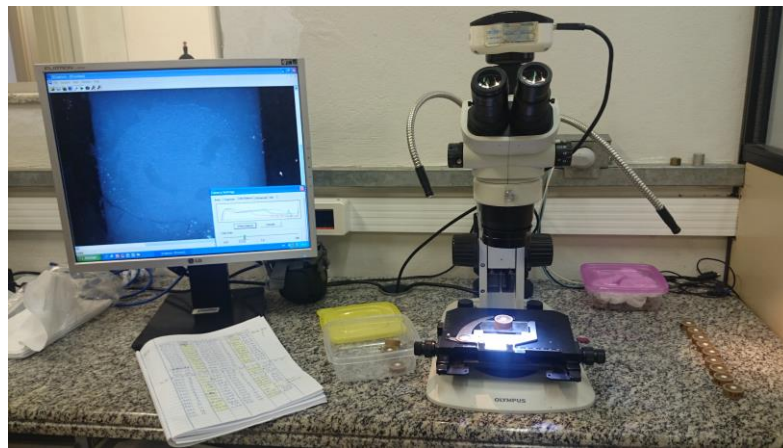


Figura 4.9.01 - Estereomicroscópio com aumento de 40x modelo, Olympus Inc., equipado com uma câmera CCD -Q-Color 3, Olympus.

Fonte: (AYALA, 2015).

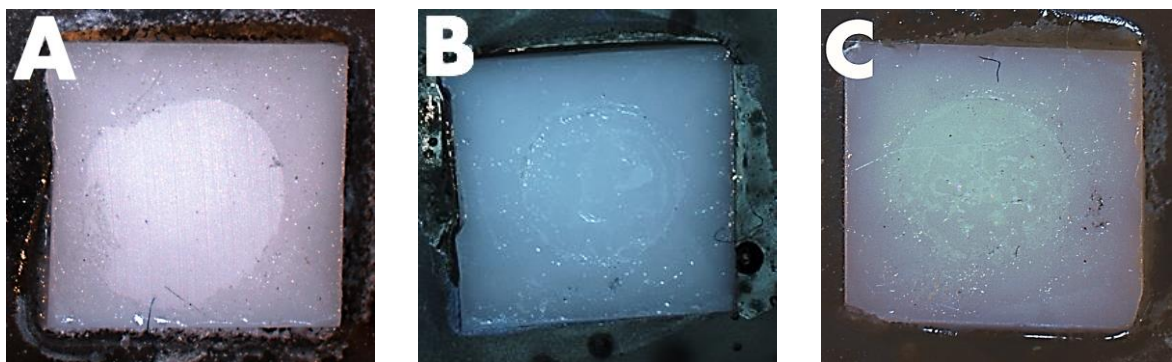


Figura 4.9.02 - Tipos de modo de fratura A: Falha adesiva, B: Falha coesiva, C: Falha mista.

Fonte: (AYALA, 2015).

4.10 Análise estatística.

Os dados foram analisados para verificar a normalidade (Kolmogorov-Smirnov) e homocedastidade (Levene/Bartlett), posteriormente foi realizada a análise de variância de três fatores (jateamento, primer e cimento) para determinar o P e complementado pelo teste de Tukey, para análise separada dos grupos com nível de significância de 5%. Todas as análises estatísticas foram realizadas pelo programa Minitab® 17 (Inc., Pensilvânia, USA).

5 RESULTADOS.

5.1 Resistência de união.

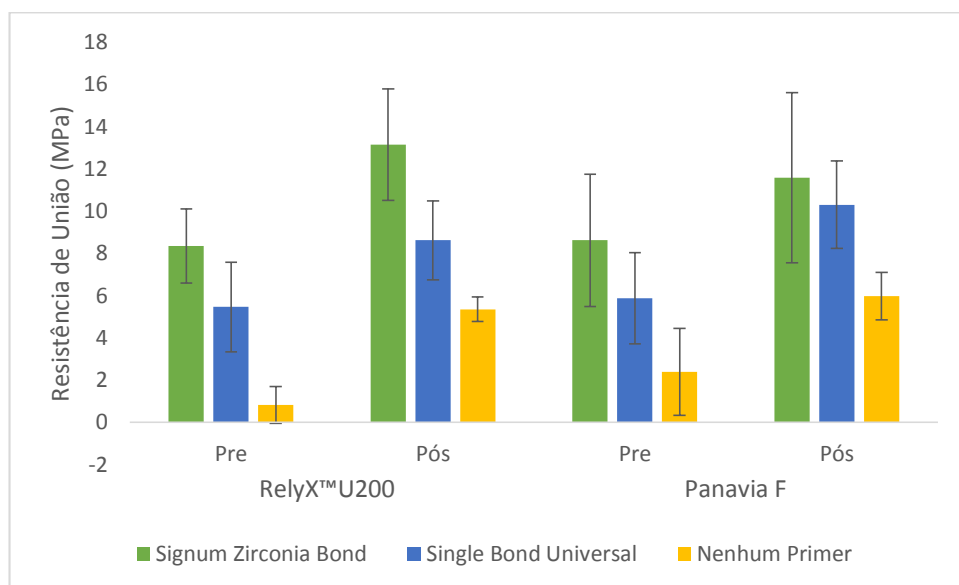
Os dados obtidos para cada um dos grupos são apresentados na tabela e no gráfico 5.1.01.

Tabela 5.1.01 - Média e (desvio padrão, DP) dos dados de resistência de união de todos os grupos em relação dos cimentos utilizados.

<i>Primer</i>	<i>RelyX™ U 200</i>		<i>Panavia F</i>	
	<i>Pré</i>	<i>Pós</i>	<i>Pré</i>	<i>Pós</i>
<i>Signum Zirconia Bond</i>	8,34 (1,75)	13,14 (2,64)	8,60 (3,14)	11,57 (4,02)
<i>Single Bond Universal</i>	5,45 (2,12)	8,60 (1,87)	5,85 (2,16)	10,28 (2,07)
<i>Nenhum</i>	0,82 (0,87)	5,34 (0,59)	2,38 (2,06)	5,96 (1,12)

Fonte: (AYALA, 2015).

Gráfico 5.1.01 – Médias e desvios padrão dos dados de resistência de união de todos os grupos em relação dos cimentos utilizados.



Fonte: (AYALA, 2015).

A tabela 5.1.02 apresenta os resultados da ANOVA de três fatores que foi utilizada para análise dos dados, foram identificados com J=jateamento P=primer C=cimento.

Tabela 5.1.02 - Resultados da ANOVA de três fatores destacando o valor de p.

<i>Source</i>	<i>DF</i>	<i>Seg-SS</i>	<i>Adj-SS</i>	<i>Adj-MS</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
<i>J</i>	<i>1</i>	<i>458,67</i>	<i>458,67</i>	<i>458,67</i>	<i>92,36</i>	<i>0,000</i>
<i>P</i>	<i>2</i>	<i>928,86</i>	<i>928,86</i>	<i>464,43</i>	<i>93,52</i>	<i>0,000</i>
<i>C</i>	<i>1</i>	<i>7,33</i>	<i>7,33</i>	<i>7,33</i>	<i>1,48</i>	<i>0,227</i>
<i>J*C</i>	<i>1</i>	<i>1,89</i>	<i>1,89</i>	<i>1,89</i>	<i>0,38</i>	<i>0,538</i>
<i>P*C</i>	<i>2</i>	<i>19,85</i>	<i>19,85</i>	<i>9,92</i>	<i>2,00</i>	<i>0,141</i>
<i>J*P</i>	<i>2</i>	<i>0,35</i>	<i>0,35</i>	<i>0,18</i>	<i>0,04</i>	<i>0,956</i>
<i>J*P*C</i>	<i>2</i>	<i>12,87</i>	<i>12,87</i>	<i>6,44</i>	<i>1,30</i>	<i>0,278</i>
<i>Erro</i>	<i>108</i>	<i>536,33</i>	<i>536,33</i>	<i>4,97</i>		
<i>Total</i>	<i>119</i>	<i>1966,15</i>				

Fonte: (AYALA, 2015).

Como pode-se verificar na tabela 5.1.02 a interação tripla dos fatores não é significativa ($p=0,278$), assim como as interações duplas (jateamento x primer $p=0,965$; primer x cimento $p=0,141$; jateamento x cimento $p=0,538$).

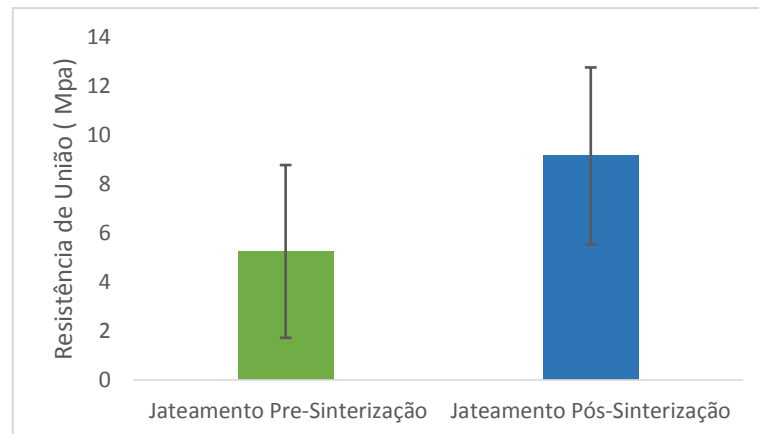
As tabelas 5.1.03 a 5.1.05 mostram os dados analisando os fatores separadamente. A tabela 5.03 e gráfico 5.02 apresentam os dados considerando-se apenas o fator jateamento ($p=0,000$; $n=60$). Pode-se verificar que o jateamento pós sinterização (9,15MPa) resulto em resistência de união estatisticamente maior comparado com o jateamento pré-sinterização (5,24 MPa).

Tabela 5.1.03 - Médias (DP) dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator jateamento ($n=60$; $p=0,000$).

<i>Jateamento pré sinterização</i>	<i>5,24 (3,53) ^B</i>
<i>Jateamento pós sinterização</i>	<i>9,15 (3,62) ^A</i>

Fonte: (AYALA, 2015).

Gráfico 5.1.02 - Médias e desvios padrão dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator jateamento (n=60; p=0,000).



Fonte: (AYALA, 2015).

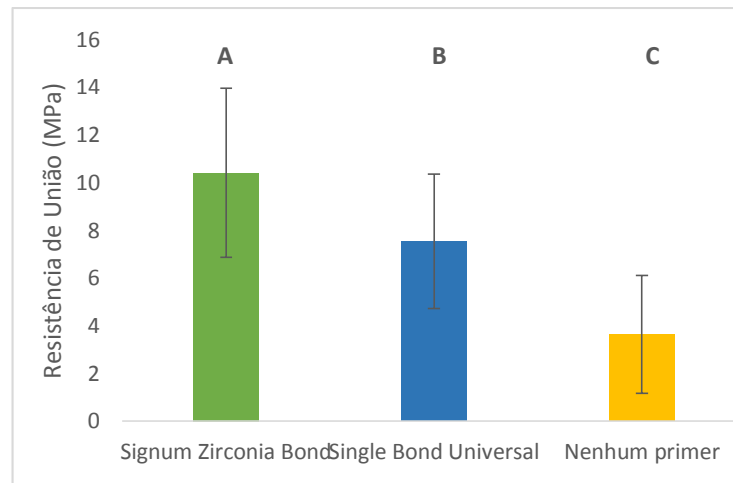
A tabela 5.1.04 e o gráfico 5.1.03 apresenta os dados considerando-se apenas o fator primer (p=0,000; n=40). Pode-se verificar que o primer Signum Zirconia Bond apresentou o maior valor de resistência de união (10,42 MPa) seguido pelo Single Bond Universal (7,54 MPa) e o menor valor de resistência de união foi obtido quando nenhum primer foi utilizado (3,63 MPa).

Tabela 5.1.04 - Médias (DP) dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator Primer (p=0,000; n=40).

<i>Signum Zirconia Bond</i>	<i>10,42 (3,54) ^A</i>
<i>Single Bond Universal</i>	<i>7,54 (2,82) ^B</i>
<i>Nenhum</i>	<i>3,63 (2,47) ^C</i>

Fonte: (AYALA, 2015).

Gráfico 5.1.03 - Médias e desvios padrão dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator Primer ($p=0,000$; $n=40$).



Fonte: (AYALA, 2015).

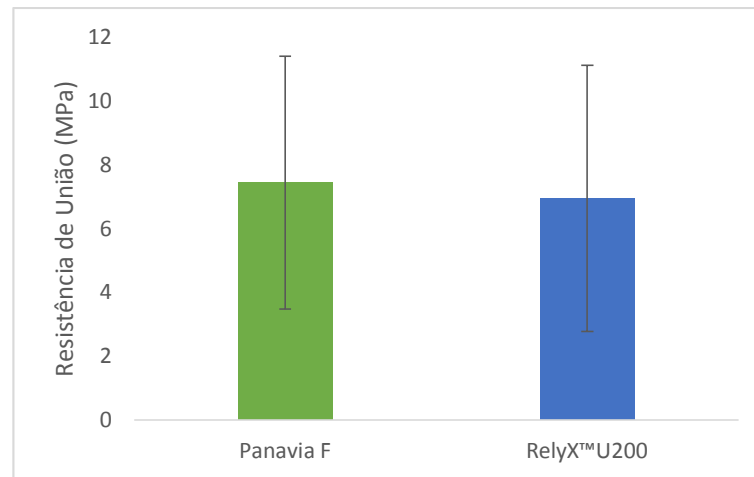
A tabela 5.1.05 e o gráfico 5.1.04 apresentam os dados de resistência de união considerando-se apenas o fator cimento estatisticamente este fator não foi significativo ($p=0,227$) sendo assim os dados foram semelhantes. Apesar de não ter uma diferença estatisticamente significativa o cimento PANA VIA F apresenta um valor de resistência de união numericamente maior, que o cimento RelyX™ U200.

Tabela 5.1.05 - Médias (DP) dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator Cimento ($p=0,227$; $n=60$).

PANA VIA F	7,44 (3,97) ^A
RelyX™ U200	6,95 (4,17) ^A

Fonte: (AYALA, 2015).

Gráfico 5.1.04 - Médias e desvios padrão dos dados de resistência de união (MPa) considerando o fator Cimento ($p=0,227$; $n=60$).



Fonte: (AYALA, 2015).

5.2 Modo de Fratura.

Foi classificada em 3 tipos de modo de fratura Adesiva, Coesiva e Mista representado na tabela 5.2.01.

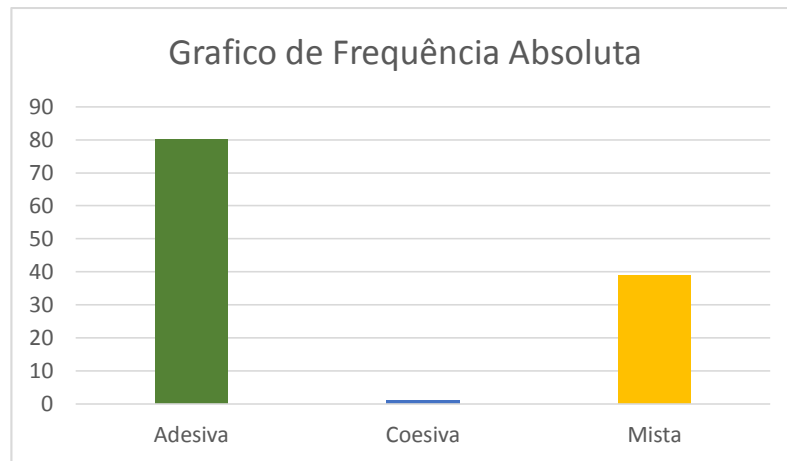
Tabela 5.2.01 - Relação de frequência absoluta e frequência relativa ($n=120$).

<i>Tipo de fratura</i>	<i>Frequência Absoluta</i>	<i>Frequência Relativa</i> <i>%</i>
<i>Adesiva</i>	<i>80</i>	<i>67</i>
<i>Coesiva</i>	<i>1</i>	<i>1</i>
<i>Mista</i>	<i>39</i>	<i>32</i>
<i>Total</i>	<i>120</i>	<i>100</i>

Fonte: (AYALA, 2015).

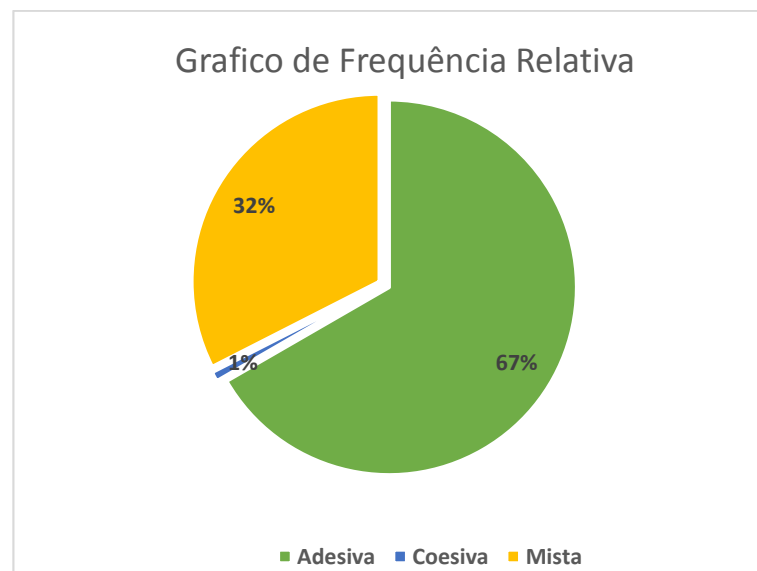
Os gráficos 5.2.01 e 5.2.02 mostram as frequências absoluta e frequência relativa dos modos de fratura encontrados no estudo.

Gráfico 5.2.01 - Comparativo dos tipos de fratura e sua representatividade na frequência absoluta.



Fonte: (AYALA, 2015).

Gráfico 5.2.02 - Mostra a representatividade dos tipos de fratura expressado em percentual na frequência relativa.



Fonte: (AYALA, 2015).

6 DISCUSSÃO.

Para facilitar o entendimento dos resultados estes serão discutidos em forma de tópicos para um melhor entendimento.

6.1 Tratamento de superfície.

Chen 2012 afirma que o condicionamento com ácido fluorídrico 10% não leva a alterações de rugosidade na superfície da zircônia (23), Manicone 2007 afirma que tratamento de superfície parece ser desnecessário para obter boa adesão, contrariando esta afirmação é contestada por Park 2009, Thompson 2001, Chen 2012 e Maeda 2014 que indicam que uma ligação durável não pode ser estabelecida sem um pré-tratamento de superfície (23) e que o jateamento com partículas abrasivas principalmente com Al_2O_3 aumentam a rugosidade da superfície da zircônia é de fácil uso em consultório odontológico e de simples aplicação (22, 24, 33) as partículas utilizadas para abrasão com Al_2O_3 devem variar de tamanhos entre 50 a 250 μm (22), o que dentro dos limites do nosso estudo demonstrou que aqueles corpos de prova que receberam jateamento com oxido de alumínio pré-sinterização obtiveram menores resultados de resistência de união ($5,24 \pm 3,53 \text{ MPa}$) independentemente do tamanho de partícula que foi usado 150 μm , devido a que nesse jateamento prévio a zircônia encontrasse em fase monoclinica, após sinterização as superfície encontra-se com menor rugosidade na superfície ocasionada pela contração e união de moléculas na sinterização.

Para Luthy 2006, Blatz 2007, Piascik 2011, Miragaya 2011, Miyazaki 2013 o tratamento por abrasão triboquímica na superfície da zircônia aumenta os valores de resistência de união com os cimento resinosos acrescentando uma fina camada de sílica na superfície de tratamento, promovendo reação química com adesivos que contem MDP (10 Metacriloiloxidecil dihidrogénio fosfato)(13, 17, 18, 20, 27), que foi constatado por nosso estudo *in vitro* que mostra os valores de resistência de união superiores ($9,15 \pm 3,62 \text{ Mpa}$) comparados com o grupo controle ($5,24 \pm 3,53 \text{ MPa}$).

Nenhum dos estudos demonstrou uma padronização específica para jateamento em relação a angulação e movimentos do jato aplicado, diferentemente do nosso que é realizado de forma homogênea pelo dispositivo de jateamento que realiza

movimentos de esquerda à direita e de cima para baixo homogeneizando o tratamento da superfície em todos os corpos de prova de zircônia.

Os protocolos em relação a tempo e pressão de Wolfart, Lehmann 2007, Piascik, Wolter 2011 para jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) deve ser a uma distância de 10 mm com 2,5 bar de pressão por 15 segundos (18, 26) e Sanli 2015 com jateamento de partículas com óxido de alumínio (Al_2O_3) deve ser a uma distância de 10 mm com 2,8 bar de pressão por 13 segundos (37), são os mais próximos do nosso que usa a mesma pressão e distancia porém menor tempo comparado com estudos de Guazzato, Albakry 2005 e Tsuo Yoshida que usam uma distância maior (15 mm) com um tempo maior (20 segundos) (38) uma pressão de 3,8 bar superior ao protocolo utilizado na nossa pesquisa (39).

Diversos autores concordam em deixar os corpos de prova armazenados por 24 horas em água destilada a 37 °C de temperatura (18-20, 25, 26, 39) concordante com nosso estudo que justifica esse tempo de armazenamento para completa polimerização do material com temperatura mais próxima da bucal.

6.2 Adesão.

Aboushelib 2008 demonstrou que o uso unicamente do silano resulta em baixa resistência de união da zircônia aos cimentos resinosos (40) além disso, Sadan, Blatz 2003 afirma que a aplicação de silano numa superfície de zircônia condicionada com jato de óxido de alumínio não influenciou na resistência de união do cimento resinoso PANA VIA F que contem MDP (30). Attia et. al. 2011 afirma que o silano ajuda a melhorar a molhabilidade da superfície, mas não promover uma ligação adequada para a zircônia (21).

Aboushelib 2008 e Mirmohammadi 2010 afirmam que a combinação de abrasão com partículas e a utilização de primer contendo MDP é o método recomendado para adesão da zircônia.

Os valores de resistência de união utilizando adesivos que contem MDP encontrados por Oliveira 2014 ($9,0 \pm 1,2$ MPa) para o primer Signum Zirconia Bond, usando a mesma metodologia de trabalho, são semelhantes comparados com nosso

estudo ($10,42 \pm 3,54$ MPa) porém ambos relativamente inferiores aos resultados obtidos por Maeda 2014 (24) ($20,8 \pm 1,38$ MPa). Isto pode ser devido ao fato que Maeda 2014 utilizou outros tratamentos de superfície que não foram utilizados nem no presente estudo nem por Oliveira 2014 (36).

Os valores de resistência de união para o Single Bond Universal combinado com Single Bond Universal OPC alcançados neste estudo ($7,54 \pm 2,82$ MPa) são inferiores aos resultados obtidos por Kim 2015 ($37,7 \pm 5,1$ MPa) mas isto pode se ser explicado pelo método de trabalho adotado pelo autor utilizando maior superfície de adesão diferente da nossa padronização com o cilindro do dispositivo SDI. Devemos mencionar que a maioria dos autores utilizou primer metálicos (19, 26, 33). Aumentando assim os valores de resistência de união a microtração do cimento RelyX™U100 ($15,9 \pm 6,2$) comparado com o cimento PANA VIA F ($11,2 \pm 7,9$) (19).

O Signum Zirconia Bond é o único primer que obteve maiores valores de resistência para os adesivos (primers) testados. Ao contrário dos outros primers, que apresentam frasco único, este tem dois frascos distintos. O primeiro frasco contém o iniciador com MDP, ácido acético, e acetona. A acetona é incluída na composição para aumentar a molhabilidade da superfície da zircônia. O segundo frasco contém MMA e difenil fosfina ativada por foto polimerização (24).

A utilização do dispositivo SDI para padronização da superfície de adesão é uma metodologia inovadora que permite padronizar a superfície de adesão e controlar a quantidade de cimento que é aproximadamente 0,2 mm de espessura em contato com a Zircônia (24), por este motivo que foi a escolhida para realizar o presente trabalho.

6.3 Cimento

Lutty et. al. 2006 num estudo realizado comparando adesivos e tratamentos de superfície observou que o cimento PANA VIA F tinha maior resistência de união (RU) melhorado pelo tratamento de superfície ou não (17) Wolfart, 2007 valores de RU a microtração com jateamento prévio de óxido de alumínio (Al_2O_3) e utilização de cimento PANA VIA F alcançaram a maiores valores de RU (26), concordante com este estudo Castro, 2012 obteve valores de RU a microtração com oxido de alumínio

superiores com o cimento resinoso PANAIA F ($13,0 \pm 3,9$ MPa) seguido pelos cimentos resinosos RelyX™U100 e RelyX™ ARC, porém situação divergente acontece quando utilizado o jateamento por abrasão triboquímica onde os valores de RU são superiores para o cimento resinoso RelyX™ ARC ($13,9 \pm 6,0$) seguido pelos cimentos resinosos PANAIA F e o RelyX™U100 no mesmo estudo (28). Mirmohammadi, 2010 não encontrou diferenças significantes num estudo comparando cimentos resinosos que contem MDP ou auto adesivos, observou ligeira diferença numérica para o cimento resino PANAIA F ($29,91 \pm 7,3$ MPa) seguido pelo cimento resinoso RelyX™U100 e Multilink® Automix em estudo *in vitro* (32), o que concorda com o presente estudo que mostra que os valores de resistência de união, independentemente do tratamento de superfície para o cimento PANAIA F ($7,44 \pm 3,97$ MPa) se mostrou ligeiramente superior ao cimento RelyX™ U200 ($6,95 \pm 4,17$ MPa) isto pode ser explicado pelo conteúdo de MDP na composição dos materiais.

Devemos mencionar que tivemos dificuldade em encontrar artigos que relacionem o cimento RelyX™U200 para cimentação da zircônia e também que não existem trabalhos na literatura que misturem os diferentes primers com cimentos e nem utilizem o Otimizador de Primer para Cimentação (Single Bond Universal OPC) que ao nosso parecer é um dos melhores protocolos para cimentação adesiva na superfície da zircônia depois do Signum Zirconia Bond.

6.4 Modo de fratura

Luthy em 2006 foi de 100% adesiva para os cimentos resinosos com ou sem tratamento de superfície (17). Wolfart, 2007 encontrou frequência relativa do modo de fratura utilizando jateamento de óxido de alumínio (Al_2O_3) com cimento PANAIA F foi de 95% coesiva (26). Já a frequência relativa encontrada por Mirmohammadi 2010 descreve a frequência relativa para microcisalhamento em relação aos cimentos resinosos PANAIA F de 60% falha coesiva 40% adesiva, RelyX™U100 de 80% adesiva e 20% coesiva, Multilink® Automix de 60% coesiva e 40% adesiva (32). Nos estudos de Kim 2015 os cimentos e adesivos que contem MDP mostram falhas mistas entre 60% a 95% (25).

Pode-se observar no presente estudo que houve uma maior frequência de falhas adesivas com 67% e falhas mistas de 32% encontrando apenas 1% de modo de falha coesiva. Este achado evidencia os diferentes valores de resistência de união obtidos pelo uso dos diferentes materiais que estão sendo comparados. A predominância de falhas adesivas obtida no presente estudo pode ser justificada pelo uso do dispositivo de padronização da SDI que permite uma melhor distribuição de forças, permitindo que apenas o adesivo seja submetido a tensão.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo e após análise dos resultados podemos concluir que a utilização dos primers aumentou o valor de resistência de união na zircônia independentemente do tratamento de superfície e que o tratamento de superfície por abrasão triboquímica é eficiente para seu uso na zircônia. Não existe diferença estatística significativa na resistência de união dos cimentos resinosos (PANAVIA F e RelyX™U200).

REFERÊNCIAS

1. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2004;20(5):449-56.
2. Guess PC, Zhang Y, Kim JW, Rekow ED, Thompson VP. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. *Journal of dental research*. 2010;89(6):592-6.
3. Meyenberg KH, Luthy H, Scharer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *Journal of esthetic dentistry*. 1995;7(2):73-80.
4. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999;20(1):1-25.
5. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *Journal of dentistry*. 2007;35(11):819-26.
6. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975;258(5537):703-4.
7. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(3):299-307.
8. Garvie RC, Nicholson PS. Structure and Thermomechanical Properties of Partially Stabilized Zirconia in the CaO-ZrO₂ System. *Journal of the American Ceramic Society*. 1972;55(3):152-7.
9. Grain CF. Phase Relations in the ZrO₂-MgO System. *Journal of the American Ceramic Society*. 1967;50(6):288-90.
10. Scott HG. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci*. 1975;10(9):1527-35.
11. Gupta TK, Bechtold JH, Kuznicki RC, Cadoff LH, Rossing BR. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mater Sci*. 1977;12(12):2421-6.
12. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dental materials journal*. 2008;27(3):408-14.
13. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *Journal of prosthodontic research*. 2013;57(4):236-61.
14. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *The European journal of esthetic dentistry : official journal of the European Academy of Esthetic Dentistry*. 2009;4(2):130-51.

15. Torricelli P, Verne E, Brovarone CV, Appendino P, Rustichelli F, Krajewski A, et al. Biological glass coating on ceramic materials: in vitro evaluation using primary osteoblast cultures from healthy and osteopenic rat bone. *Biomaterials*. 2001;22(18):2535-43.
16. Lohmann CH, Dean DD, Koster G, Casasola D, Buchhorn GH, Fink U, et al. Ceramic and PMMA particles differentially affect osteoblast phenotype. *Biomaterials*. 2002;23(8):1855-63.
17. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2006;22(2):195-200.
18. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(5):e99-105.
19. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *The Journal of prosthetic dentistry*. 2011;105(5):296-303.
20. Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, de Goes MF, da Silva EM. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. *The journal of adhesive dentistry*. 2011;13(5):473-80.
21. Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(3):207-13.
22. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(1):71-82.
23. 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. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2012;28(8):e127-34.
24. Maeda FA, Bello-Silva MS, de Paula Eduardo C, Miranda Junior WG, Cesar PF. Association of different primers and resin cements for adhesive bonding to zirconia ceramics. *The journal of adhesive dentistry*. 2014;16(3):261-5.
25. Kim JH, Chae SY, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Effects of multipurpose, universal adhesives on resin bonding to zirconia ceramic. *Operative dentistry*. 2015;40(1):55-62.
26. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2007;23(1):45-50.

27. 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.
28. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Junior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2012;28(11):1191-7.
29. Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1992;8(4):238-40.
30. Sadan A, Blatz MB, Soignet D. Influence of silanization on early bond strength to sandblasted densely sintered alumina. *Quintessence international*. 2003;34(3):172-6.
31. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(9):1268-72.
32. Mirmohammadi H, Aboushelib MN, Salameh Z, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2010;26(8):786-92.
33. Phark JH, Duarte S, Jr., Kahn H, Blatz MB, Sadan A. Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2009;25(12):1541-50.
34. Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. Effect of 2% chlorhexidine on dentin microtensile bond strengths and nanoleakage of luting cements. *Journal of dentistry*. 2009;37(6):440-8.
35. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *Journal of dentistry*. 2004;32(1):55-65.
36. Oliveira RPd. EFICIÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM ZIRCÔNIA PARCIALMENTE ESTABILIZADA POR ÍTRIA E DA UTILIZAÇÃO DO PRIMER SIGNUM ZIRCONIA BOND NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA INTERFACE ZIRCÔNIA-CIMENTO. 2014.
37. Sanli S, Comlekoglu MD, Comlekoglu E, Sonugelen M, Pamir T, Darvell BW. Influence of surface treatment on the resin-bonding of zirconia. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2015;31(6):657-68.
38. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced

dental ceramic. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2005;21(5):454-63.

39. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dental materials journal*. 2006;25(4):669-74.

40. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3: double veneer technique. *Journal of prosthodontics* : official journal of the American College of Prosthodontists. 2008;17(1):9-13.