

**UNIVERSIDADE DE SANTO AMARO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO  
MESTRADO EM IMPLANTODONTIA**

**RENATO PICHINI DE OLIVEIRA**

**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.**

**São Paulo**

**2014**

**RENATO PICHINI DE OLIVEIRA**

**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.**

Dissertação apresentada para obtenção do título de  
Mestre em Odontologia do Programa de Pós-  
Graduação em Implantodontia da Universidade de  
Santo Amaro, sob a orientação da Profa. Dra. Leticia  
Cidreira Boaro

**São Paulo**

**2014**

RENATO PICHINI DE OLIVEIRA

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.

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestre em Odontologia do Mestrado em Implantodontia do Programa de Pós-Graduação da Universidade de Santo Amaro.

Data de Aprovação \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_.

## **BANCA EXAMINADORA**

---

Nome Completo (orientador)  
Titulação

---

Nome Completo  
Titulação

---

Nome Completo  
Titulação

CONCEITO FINAL: \_\_\_\_\_

## **AGRADECIMENTOS**

A Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Leticia Cristina Cidreira Boaro, cujo apoio tem me permitido realizar meus ideais de profissão e vida, dedico minha amizade, admiração e respeito.

Ao Dr. Fernando Akio Maeda, por me ensinar a como utilizar os equipamentos laboratoriais utilizados nesta pesquisa, assim como sua dedicação e interesse em meu aprendizado.

Ao professor Walter Miranda Junior, por me receber na USP tornando possível a realização deste trabalho.

Ao amigo Mirko Denis Ayala Peres, pela ajuda, companheirismo e incentivo.

A minha amada esposa Christiane Magalhães de oliveira, pela paciência e conforto nas horas difíceis.

Aos Amigos Juliano Guerra e esposa Vânia Medeiros, pela fraternal amizade.

## RESUMO

No intuito de aumentar a adesão entre cimento e zircônia, métodos alternativos foram e estão sendo desenvolvidos e estudados, dentre eles, os mais conhecidos são o jateamento com óxido de alumínio (JAT) e o Rocatec, jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica (ROC). Recentemente foi lançado no Mercado, um novo primer específico para zircônia, o Signum Zircônia Bond (SZB). Este primer melhoraria a adesão da zircônia aos cimentos resinosos usados em odontologia. O objetivo do estudo foi verificar a influência do tratamento de superfície e da presença de primer SZB em relação a resistência de união entre cimento e zircônia parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP). Para tanto, foram confeccionados 60 corpos de prova de zircônia medindo 7 mm de comprimento, 7 mm de largura e 3 mm de espessura cada corpo de prova. Foram avaliados três tratamentos de superfície: jateamento com óxido de alumínio pré-sinterização (OPre), Rocatec Soft antes (RPre) e após-sinterização final da zircônia (RPos), e também, quanto a presença ou não de SZB. Todos os corpos de prova foram cimentados com Panavia F. A resistência de união (RU) foi avaliada através de teste de cisalhamento com dispositivo de padronização da SDI (Southern Dental Industrie) em uma máquina de ensaios universal (Kratos), com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram avaliados utilizando Kruskal-Wallis/Mann-Whitney ( $\alpha=0,05$ ). Médias (DP) de RU sem a utilização de SZB: OPre: 5,5 (0,9) Ba; RPre: 4,0 (1,4) Bb; RPos: 5,0 (0,5) Bab. Médias (DP) de RU com a utilização de SZB: OPre: 7,9 (1,5) Aab; RPre: 6,7 (2,3) Ab; RPos: 9,0 (1,2) Aa. Foi possível observar também que 97% das falhas encontradas na análise do modo de fratura apresentaram-se como falhas adesivas entre cimento e zircônia, 3% como mistas e nenhuma falha coesiva em cimento. A utilização do primer aumentou a resistência de união cimento/zircônia independentemente do tratamento de superfície realizado, além disso, o grupo tratado com Rocatec pós-sinterização e a aplicação do primer, obteve maiores valores de resistência de união quando comparados aos demais grupos do estudo.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários. Cerâmica. Zircônio.

## ABSTRACT

In order to increase this adhesion between cement and zirconia, alternative methods have been developed and studied, among them the best known are blasting with aluminum oxide (JAT) and Rocatec, blasting with aluminum oxide coated silica (ROC ). Recently launched on the Market, a new specific primer zirconia, the Signum Zirconia Bond (SZB). This primer improve the adhesion between zirconia and resin cements used in dentistry. The aim of the study was to investigate the influence of surface treatment and the presence of primer SZB regarding the bond strength between cement and zirconia partially stabilized by yttria (Y-TZP). For both 60 specimens zirconia measuring 7mm long, 7mm wide and 3mm thick each specimen were made. Blasting with aluminum pre-sintering (OPre), Soft Rocatec before (RPRE) and after the final sintering of zirconia (RPOs), oxide and also for the presence or absence of SZB: three surface treatments were evaluated. All specimens were cemented with Panavia F. The resistance of union (RU) was evaluated by shear test device standardization of SDI (Southern Dental Industrie) in a universal testing machine (Kratos) with a speed of 0 , 5mm/min. Data were evaluated using Kruskal-Wallis/Mann-Whitney ( $\alpha = 0.05$ ). Mean (SD) without the use of RU KUL: OPre: 5.5 (0.9) Ba; RPRE: 4.0 (1.4) Bb; RPOs: 5.0 (0.5) Bab. Mean (SD) with the use of RU KUL: OPre: 7.9 (1.5) Aab; RPRE: 6.7 (2.3) Ab; RPOs: 9.0 (1.2) Aa. It was also possible to observe that 97% of faults found in the analysis of the fracture mode showed up as adhesive failure between cement and zirconia, 3% as mixed and no cohesive failure in concrete. The use of primer increased the bond strength of cement / zirconia regardless of surface treatment carried out in addition the group treated with Rocatec after sintering and the application of primer, showed higher values of bond strength when compared to other gupos study.

Keywords: Dentin Bonding. Ceramics. Zirconium.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.2.1 - Formas alotrópicas da Zircônia .....	17
Figura 3.3.1 - Transformação de fase induzida por tensão .....	19
Figura 3.3.2 - Transformação martensítica .....	19
Figura 3.4.1 - Tensões compressivas na superfície da zircônia .....	23
Figura 4.1 - Obtenção dos espécimes .....	24
Figura 4.3 – Jateamento dos corpos de prova.....	26
Figura 4.4 –Sinterização dos corpos de prova.....	26
Figura 4.5 – Inclusão dos espécimes.....	27
Figura 4.6 - Aplicação do primer específico .....	27
Figura 4.7 - Preparação do dispositivo SDI .....	28
Figura 4.8 - Cimentação .....	29
Figura 4.9 - Teste de cisalhamento .....	30
Figura 4.10 - Análise do modo de fratura .....	30
Figura 5.1 - Falhas encontradas .....	32
Figura 5.2 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	32

## LISTA DE TABELAS E GRÁFICOS

Tabela 5.1 - Análise do modo de fratura .....	32
Tabela 5.2 - Valores de RU encontrados .....	32
Gráfico 1- Resistência de união (em MPa) para os grupos analisados no estudo ..	34



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

% - Porcento

10-MDP – 10 Meta-crilóiloxidecil diidrogenofosfato

A – Área

C<sub>2</sub>O<sub>2</sub> – Óxido de cérico

CaO – Óxido de cálcio

Ce<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Óxido de cérico

CSZ – Zircônia totalmente estabilizada

DP – Desvio-padrão

Er:YAG – Laser de érbio

F - Força

h - Hora

JAT – Jateamento com óxido de alumínio

KgF – Kilo grama força

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MgO – Óxido de magnésio

Mg-ZCP – Zircônia parcialmente estabilizada por magnésio

Min – Minuto

mm/minuto – Milímetro por minuto

Mm<sup>2</sup> – Milímetro quadrado

mol% - Porcentagem de moléculas

MPa – Mega pascal

mW/cm<sup>2</sup> – Miliwatts por centímetro quadrado

Nd:YAG – Laser de neodímio

°C – Graus célcus

°C/min - Graus célcus por minuto

OPre – Jateamento com Óxido de Alumínio antes da sinterização final

PSZ – Zircônia parcialmente estabilizada

r – Raio

ROC – Abrasão triboquímica com partículas de óxido de alumínio revestido por sílica

RPos - Jateamento com Rocatec Soft após a sinterização final

RPos - Jateamento com Rocatec Soft antes da sinterização final

RU – Resistência de União

$r^2$  – Raio ao quadrado

r - Raio

SDI - Southern Dental Industrie

$\mu\text{m}$  -Micrometro

SIE – Tratamento de superfície por infiltração seletiva

ST – Tratamento de superfície com solução de gravura quente experimental

SZB – Signun Zircônia Bond

TZP – Poli cristais de zircônia tetragonal

TZP – Zircônia parcialmente estabilizada

$\text{Y}_2\text{O}_3$  – Óxido de ítria

Y-TZP - Zircônia parcialmente estabilizada por ítria

$\text{ZrO}_2$  – Dióxido de zircônio

ZTA – Zircônia infiltrada com vidro de alumina temperado

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
<b>2. PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>15</b>
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>16</b>
3.1. HISTÓRICO .....	<b>16</b>
3.2. APRESENTAÇÃO E TRANSFORMAÇÃO DE FASES .....	<b>16</b>
3.3. MECANISMO DE TENACIFICAÇÃO DA ZIRCÔNIA .....	<b>18</b>
3.4. CIMENTAÇÃO .....	<b>20</b>
<b>4. MATERIAL E MÉTODO</b> .....	<b>24</b>
4.1. OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES .....	<b>24</b>
4.2. DIVISÃO DOS GRUPOS .....	<b>24</b>
4.3. JATEAMENTO DOS CORPOS DE PROVA .....	<b>25</b>
4.4. SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA .....	<b>26</b>
4.5. INCLUSÃO DOS ESPÉCIMES .....	<b>26</b>
4.6. APLICAÇÃO DO PRIMER ESPECÍFICO PARA ZIRCÔNIA .....	<b>27</b>
4.7. PREPARAÇÃO DO DISPOSITIVO SDI .....	<b>28</b>
4.8. CIMENTAÇÃO .....	<b>28</b>
4.9. TESTE DE CISALHAMENTO .....	<b>29</b>
4.10. ANÁLISE DO MODO DE FRATURA .....	<b>30</b>
4.11. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	<b>31</b>
4.12. ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	<b>31</b>
<b>5. RESULTADOS</b> .....	<b>32</b>
<b>6. DISCUSSÃO</b> .....	<b>35</b>
<b>7. CONCLUSÃO</b> .....	<b>39</b>
<b>8. REFERÊNCIAS</b> .....	<b>40</b>

## 1. Introdução

Atualmente as cerâmicas odontológicas são os materiais de escolha para uma reabilitação protética dentária, por apresentarem muitas propriedades desejáveis. Dentre elas pode-se citar a estética, resistência à abrasão, biocompatibilidade, menor acúmulo de placa, estabilidade de cor e baixa condutibilidade térmica. Aliado a este fato, a possibilidade de eliminação da infraestrutura metálica torna possível melhorar ainda mais a estética além de preservar, em alguns casos, uma maior quantidade de remanescente dentário (DIAS DE SOUZA, THOMPSON, BRAGA 2011; MATILINNA et al., 2007).

Restaurações dentais totalmente isentos de metal tornaram-se então alternativas muito utilizadas. Entre elas destacam-se IPS impress2 (dissilicato de lítio), In-Ceram alumina e In-Ceram Zircônia (ambas as cerâmicas de vidro infiltradas) e Procera Alumina. Com a utilização destes materiais, tornou-se possível alcançar melhores resultados devido ao fato de apresentarem melhor translucidez e brilho quando comparado com restaurações metálo-cerâmica.

Seguindo esta evolução, foi lançado no mercado, a zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP). Esta cerâmica demonstra maior resistência e dureza quando comparada às outras cerâmicas disponíveis no mercado (ATSU, KILICARSLAN, KUCUKESMEN 2006; MAEDA, 2014; MATTILINNA et al., 2007; LUTHY, LOEFFEL, HAMMERLR, 2006).

Em virtude de seu notável desempenho, a zircônia já foi explorada em diversas aplicações médicas e de engenharia, devido principalmente a seu mecanismo de tenacificação à fratura (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011). Trata-se de um material polimorfo, existente sob três formas diferentes: monoclinica, tetragonal e cúbica, sendo que, para cada uma das fases, apresenta resistência mecânica diferente.

Com o advento do surgimento do sistema CAD-CAM, houve um maior controle na fabricação destas cerâmicas (Y-TZP), sistema este, que consiste no escaneamento do preparo do dente ou implante e na confecção da infraestrutura através de um software que já compensa a contração de 25% que a Y-TZP sofre durante a sua sinterização, o que acabou sendo o grande responsável por sua

popularização (KITAYAMA et al., 2010; MAEDA, 2014; MATTILINNA et al., 2007; PALACIOS et al., 2006). Apesar de oferecer ótimas propriedades, como alta resistência flexural, biocompatibilidade e dureza, a zircônia após-sinterização, não apresenta sílica em sua composição, o que nas cerâmicas convencionais feldspáticas, é responsável pela rugosidade criada após o uso de ácido fluorídrico, formando assim, micro retenções que favorecem a união aos materiais cimentantes (THOMPSON et al., 2011; MANICONE, ROSSI, RAFFAELLI, 2007; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

Afim de compensar esta falta de retenção associada à ausência de sílica, outros métodos foram e estão sendo desenvolvidos e estudados. Entre eles pode-se citar o jateamento por óxido de alumínio (JAT), tratamento por abrasão triboquímica com partículas de oxido de alumínio revestidas por sílica (ROC) (MAEDA, 2014), solução de gravação experimental quente (ST) (ELSAKA, 2013), infiltração por gravura seletiva (SIE) (CASUCCI et al., 2009). Deposição de partículas de zircônia, (EGIMEZ, 2013) e Lasers de ND:Yag e ER:yag também têm sido sugeridos como método alternativo para aumentar a rugosidade de cerâmicas. (MAEDA, 2014)

Dentre as técnicas acima citadas, pode -se destacar o jateamento com óxido de alumínio, por ser um equipamento facilmente encontrado no mercado e apresentar um baixo custo, seu uso provoca micro-retenções na superfície da cerâmica, e o tratamento por abrasão triboquímica com partículas óxido de alumínio revestidas por sílica (Rocatec -ROC), que formaria uma fina camada de sílica sobre as micro-retenções feitas previamente pelo jateamento de óxido de alumínio. (MAEDA, 2014; DENRY, KELLY, 2008).

Apesar de serem os tratamentos mais amplamente utilizados, retenções mecânicas confeccionadas por jateamento em zircônia após a sinterização final leva a uma transformação de fases de tetragonal para monoclínica, o que pode acabar por favorecer ao envelhecimento precoce desta cerâmica levando-a até mesmo ao insucesso. (ATSU, KILICARSAL, KUCUKSMEN, 2006; GUESS et al., 2010; DENRY, KELLY, 2008; RE DINO et al., 2008)

Em seu estudo MOON et al. (2010) conclui que o jateamento em Y-TZP pré sinterizada, induz a favorável manutenção da fase tetragonal da zircônia após o processo de sinterização final, elevando assim a performance clínica deste material. Pensando desta forma, neste trabalho além de realizamos o tratamento ROC após

sinterização final da zircônia (considerado gold standart), realizamos ainda o tratamento com JAT e ROC em Y-TZP pré sinterizada.

Autores como Andereiuolo, Gonçalves e Dias, (2011) relatam ainda que mesmo após a criação de retenção mecânica, é interessante que se crie algum tipo de ligação química por meio de primers com monômeros fosfatados como o 10-MDP(10 –meta-crilóloixidecil diidrogenofosfato). Estes monômeros, assim como os silanos, são moléculas bifuncionais que se unem em uma extremidade aos óxidos metálicos da cerâmica e na outra, apresentam grupamentos que copolimerizam com a matriz resinosa dos cimentos. Desta forma utilizamos o Signum Zircônia Bond como primer, por conter o 10-MDP, assim como o Panavia F como cimento, pois o mesmo também apresenta 10-MDP em sua composição.

O objetivo deste estudo foi o de verificar a influência do tratamento de superfície e da presença do primer SZB em relação à resistência de união entre cimento e zircônia parcialmente estabilizada por ítria.

## 2. Proposição

O objetivo do trabalho foi avaliar a resistência de união entre zircônia estabilizada por ítria e cimento em função de dois fatores:

- 1-) Tratamento de superfície (Jateamento com oxido de alumínio antes da sinterização final, Rocatec Soft antes e após-sinterização final da zircônia)
- 2-) Presença de um primer específico para zircônia (Signun Zircônia Bond - Heraus).

A hipótese de trabalho foi que os tratamentos de superfície e o uso do primer aumentariam a resistência de união.

### **3. Revisão de literatura**

#### **3.1 Histórico**

A exploração da zircônia como um biomaterial começou na década de 1960, com a maior parte dos trabalhos citando-o ao longo dos anos em ortopedia, especificamente na área de cabeças femorais de artroplastias totais do quadril (DENRE, KELLY, 2008; THOMPSON et al., 2011).

O dióxido de Zircônio ( $ZrO_2$ ), mais comumente conhecido como zircônia, tem mostrado grande potencial para substituir materiais tradicionais em muitas aplicações biomédicas, principalmente na forma parcialmente estabilizada (DENRE, KELLY, 2008; THOMPSON et al., 2011; MEDINA-VALDIVIA, 2007). Apresenta uma matriz cristalina pura, densa e livre da fase vítrea, e por este motivo é classificado como óxido cerâmico. Apresenta baixa condutibilidade térmica, baixo potencial de corrosão e boa compatibilidade biológica, não solúvel em água, atóxico, ótimo contraste radiográfico, além de grande resistência e tenacidade à fratura (MANICONE, ROSSI, RAFFAELI, 2007; MEDINA-VALDIVIA, 2007; THOMPSON et al., 2011; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

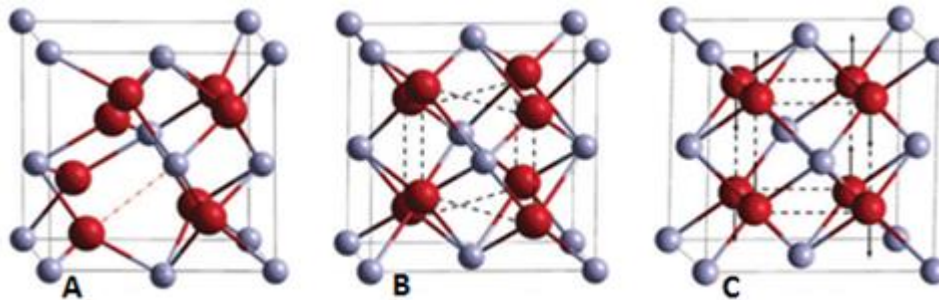
Na odontologia já é usado como agente opacificador, núcleo endodôntico, brackets ortodônticos, instrumentos de corte cirúrgico, infraestruturas para confecção de restaurações protéticas unitárias ou múltiplas, em regiões posteriores e ou anteriores da arcada, sobre dentes naturais ou implanto suportados, como pilares protéticos e até mesmo como implantes endósseos (DE SOUZA, 2007; MANICONE, ROSSI, RAFFAELI, 2007; MEDINA-VALDIVIA, 2007; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

#### **3.2 Apresentação e transformação de fases**

A zircônia pura apresenta três formas alotrópicas: monoclinica, tetragonal, e cúbica. (Figura 3.2.1)



Figura 3.2.1: A-) Monoclínica ; B-) Tetragonal; C) Cúbica



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

A fase monoclinica apresenta redução do desempenho mecânico, fase em que permanece até a temperatura de 1170°C, a partir da qual se transforma em tetragonal, apresentando melhor propriedade mecânica, sendo uma fase estável. A partir de 2370°C se transforma na fase cúbica, também estável, porém com propriedade mecânica moderada, a qual existe até 2680°C quando atinge seu ponto de fusão (DENRE, KELLY, 2008; DE SOUZA, 2007; LIZYMOL, 2013; MANICONE, ROSSI, RAFFAELI, 2007; MEDINA-VALDIVIA, 2007; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

A estabilização da zircônia pode ocorrer de maneira parcial ou total, dependendo da quantidade de óxidos estabilizantes adicionados. Óxidos como, óxido de magnésio (MgO), óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ), óxido de cálcio (CaO) ou óxido cérico ( $Ce_2O_3$ ), quando adicionados a zircônia permitem estabilizar as fases tetragonal e ou cúbica em temperatura ambiente (THOMPSON et al., 2011; MEDINA-VALDIVIA, 2007). Exemplificando, zircônia totalmente estabilizada (CSZ) será produzida quando mais de 16 mol% de CaO, 16 mol% de MgO ou 8 mol% de  $Y_2O_3$  forem adicionados a  $ZrO_2$ , sendo esta estabilização em forma cúbica. Quando pequenas quantidades forem adicionadas o resultado será uma zircônia parcialmente estabilizada (PSZ), também conhecida como policristais de zircônia tetragonal (TZP) (MEDINA-VALDIVIA, 2007).

Apesar de existirem várias formas de cerâmicas a base de zircônia, até o presente momento, apenas três delas foram usadas e estudadas para aplicações dentárias. São elas, Zircônia infiltrada com vidro de alumina temperado (ZTA), zircônia parcialmente estabilizada por magnésio (Mg-ZCP) e a zircônia parcialmente

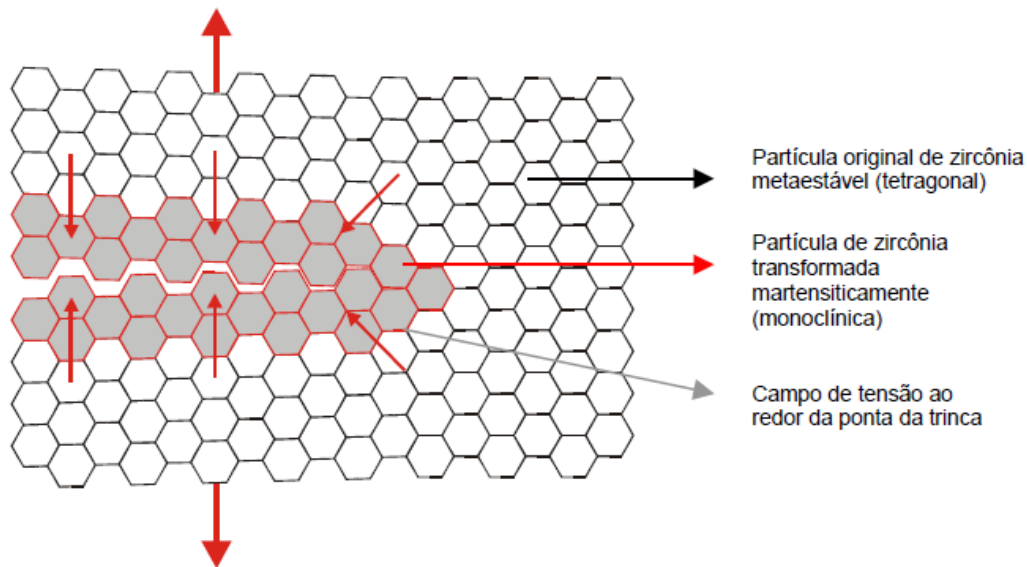
estabilizada por ítrio (3Y-TZP) (DENRE, KELLY, 2008; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

Na atualidade a forma mais popular e frequente de zircônia comercializada em odontologia é a Y-TZP, zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio, a qual se forma quando apenas 2 ou 3 mol% de ( $Y_2O_3$ ) é adicionado ao óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ). Nesta forma, a zircônia apresenta propriedades como, alta resistência e tenacidade à fratura (10 MPa), resistência ao desgaste e a corrosão, baixa condutibilidade térmica, boa fricção, comportamento não magnético, resistência à flexão de 900 a 1400 MPa, módulo de elasticidade (210 GPa) semelhante ao aço e coeficiente de expansão térmica similar ao do ferro. (BLATZ et al., 2009; DE SOUZA, 2007; MAEDA, 2014; MANICONE, ROSSI, RAFFAELI, 2007; MEDINA-VALDIVIA, 2007).

### **3.3 Mecanismo de tenacificação da zircônia.**

A zircônia Y-TZP tem como característica interessante, o mecanismo de tenacificação de transformação de fase induzida por tensão. Esta ocorre quando uma trinca começa a se propagar, este mecanismo faz com que as partículas tetragonais próximas à ponta da trinca mantidas até então de forma estável, sofram transformação para a fase monoclinica ( $t \rightarrow m$ ), promovendo um aumento volumétrico de 3-5%, que resulta em tensões de compressão que irão se opor a trinca ou dificultar a sua propagação (não irão impedi-la) (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; BLATZ et al., 2009; DENRE, KELLY, 2008; DE SOUZA, 2007; MANICONE, ROSSI, RAFFAELI, 2007; MEDINA-VALDIVIA, 2007; THOMPSON et al., 2011; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011). (Figuras 3.3.1 a 3.3.2)

Figura 3.3.1: Transformação induzida por tensão de partículas de  $ZrO_2$  no campo de tensão elástica da trinca.



Fonte: De Souza. 2007, p.12

Figura 3.3.2: Transformação martensítica que ocorre na  $ZrO_2$  (tetragonal para monoclinica a 900-1100°C) com sua expansão de volume de 3-5%, desenvolvendo microtrincas ao redor das partículas de  $ZrO_2$ . (a) A propagação da trinca dentro da partícula é desviada e torna-se bifurcada (b) aumentando a resistência à fratura do material.



Fonte: De Souza. 2007, p.13

A transformação tetragonal-monoclinica ocorre por um processo sem difusão, próximo a velocidades sônicas. Essa transformação também é dependente do tamanho dos grãos. No caso de partículas muito finas, a temperatura de transformação é mais baixa, por isso, essa transformação pode também ser induzida por uma tensão aplicada externamente, como exemplo, em tratamentos mecânicos superficiais como usinagem ou jateamento. Neste caso, o aumento de volume em razão da transformação tetragonal-monoclinica eleva a tenacidade à fratura do material. Este fenômeno ocorre devido às grandes tensões de tração, que são

geradas ao redor de uma trinca, principalmente na ponta da mesma, promovendo um relaxamento da contração elástica imposta pelas partículas de zircônia (DE SOUZA, 2007).

### **3.4 Cimentação**

O sucesso clínico de reabilitações protéticas com coroas livre de metal dependente em muito do processo de cimentação (AMARAL et al., 2008; THOMPSON et al., 2011).

Apesar da cimentação de restaurações de zircônia com cimentos tradicionais (fosfato de zinco ou ionoméricos) garantir a adequada fixação clínica, a cimentação adesiva é preferível por assegurar maior retenção e adaptação marginal. (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011)

A obtenção de adesão confiável às cerâmicas a base de zircônia requer tratamentos de superfícies baseados em retenção física por meio de jateamentos e ligação química através da utilização de silanos e/ou primers. No caso específico da zircônia, por se tratar de uma cerâmica altamente cristalina, livre da fase vítrea, a aplicação de ácido fluorídrico não se mostra eficaz para a criação de rugosidades na superfície da zircônia, dificultando sua adesão ao cimento (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; AMARAL et al., 2008; LUTHY, LOEFFEL, HAMMERLE, 2006 THOMPSON et al., 2011).

Devido à dificuldade em criar a ligação química em zircônia, métodos alternativos têm sido explorados para tentar aumentar a resistência de união entre resinas e zircônia. Técnicas estas que aumentariam mecanicamente esta RU por meio de modificações realizadas sobre a superfície da zircônia que entrará em contato direto com o cimento (ATSU, KILICARSAL, KUCUKSMEN, 2006; DIAS, THOMPSON, BRAGA, 2011; ELGILMEZ et al., 2013; ELSAKA, 2003; GUESS et al., 2010; CASUCCI et al., 2009; PALACIUS et al., 2006).

Estudos demonstram a efetividade do tratamento de superfície através do jateamento com óxido de alumínio, esta técnica aumentaria a rugosidade da zircônia, aumentando a área de superfície da cerâmica, facilitando assim seu embricamento mecânico (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; ATSU, KILICARSAL, 2006; THOMPSON et al., 2011). No entanto, tem-se que levar em

consideração que, abrasão a ar pode afetar a resistência à fratura da cerâmica, pois pode favorecer a formação de micro-trincas (ATSU, KILICARSAL, KUCUKSMEN, 2006; GUESS et al., 2010; DENRY, KELLY, 2008; RE DINO et al., 2008). Estudos demonstram que este tipo de tratamento de superfície, pode provocar um envelhecimento precoce da zircônia, devido ao fato de que, a ação deste jateamento pode promover uma grande transformação de fases de tetragonal para monoclinica, o que aumentaria sua resistência a flexão, porém com o aumento de volume dos cristais de zircônia que acompanha esta transformação de fases, também o tornaria mais susceptível a entrada de fluidos bucais, fato este que levaria a susceptíveis transformações de fases T-M, acabando por enfraquecer o material, levando até mesmo ao fracasso da restauração protética. (ATSU, KILICARSAL, KUCUKSMEN, 2006; GUESS et al., 2010; DENRY, KELLY, 2008; RE DINO et al., 2008; ) (Figura 3.4.1).

Elgimez et al., (2010), comparam o tratamento com jateamento com óxido de alumínio e SIE; neste estudo, o autor, avalia valores de resistência à microtração (MPa) e padrão de fratura em diferentes intervalos de tempo (resultados iniciais, após termo ciclagem, após 4 semanas de armazenagem em água e após 26 semanas de armazenagem em água), concluindo que o SIE apresentou-se mais estável e durável, quando comparado ao grupo tratado com JAT, podendo sim, ser uma boa alternativa de tratamento de superfície em zircônia.

Cassuci et al. (2009) compara métodos tradicionais (ataque com ácido fluorídrico, sem tratamento e jateamento com óxido de alumínio) a infiltração seletiva e solução de gravura quente, e obtêm como resultado que, tanto infiltração seletiva, quanto solução de gravura quente mostraram-se favoráveis como métodos para se aumentar a RU.

Abousehelib, Feizer, Kleverlaan (2010) avaliam a RU entre cimento zircônia, comparando superfícies tratadas com jateamento com óxido de alumínio, sem tratamento e infiltração seletiva, concluindo que, o grupo tratado com infiltração seletiva se mostrou mais efetiva, estável e durável.

Egimes et al. (2013) comparam a RU entre quatro grupos diferentes, Rocatec pré-sinterização (controle), em três grupos variando a quantidade de vezes em que foram imersos e resíduos de moagem de Y-TZP antes da sua sinterização final (duas vezes, seis vezes e dez vezes). Resultado: As partículas de deposição de Y -

TZP não tiveram um efeito significativo sobre o vínculo de RU do cimento para a zircônia, quando comparado com o controle. Porém, as partículas de deposição podem criar uma superfície mais retentiva ao cimento.

Re Dinno et al. (2008) compram a RU entre cimento e zircônia em grupos que foram tratados com óxido de alumínio jateados a 1 bar de pressão, óxido de alumínio jateados a 2,8 bars de pressão e um grupo controle sem tratamento. Autor não obteve diferenças estatísticas.

Maeda (2014) em uma das etapas de seu estudo compara diferentes grupos variando o tipo de tratamento de superfície (ROC após-sinterização e laser Nd:YAG, laser Er:YAG, e JAT antes da sinterização final da zircônia), obtendo como resultado, um maior valor na RU no grupo tratado com Nd:YAG antes da sinterização, e que, tanto o JAT e Er:YAG aplicados antes da sinterização final, foram estatisticamente semelhantes ao ROC após a sinterização final.

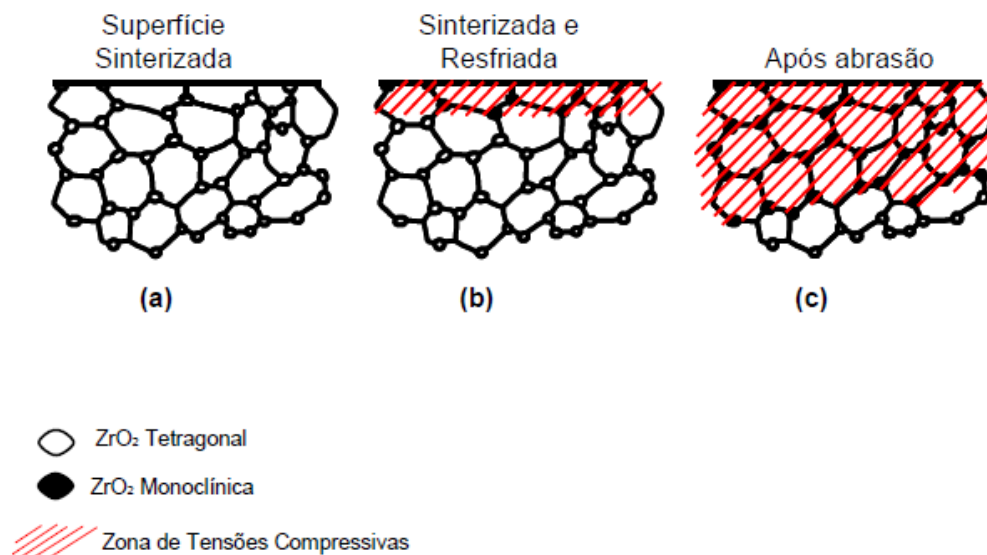
Em outra etapa deste mesmo estudo, o autor, avalia se há diferenças entres diferentes tipos de testes para registrar a RU, comparando a resistência de união entre cimento e zircônia em três níveis: um grupo controle sem tratamento (CO), Rocatec plus (ROC) e jateamento com óxido de alumínio mais aplicação do signum zircônia bond (JAT + SZB). Obtendo como resultado, maiores valores de RU para o grupo JAT + SZB, seguido por ROC e CO, independentemente do dispositivo utilizado para registrar a RU.

Segundo Andereiolo, Gonçalves e Dias, (2011), após o jateamento é interessante criar algum tipo de ligação química por meio de primers com monômeros fosfatados como o 10-MDP (10 –meta-criloloxidecil dihidrogenofosfato). Estes monômeros, assim como os silanos, são moléculas bifuncionais que se unem em uma extremidade aos óxidos metálicos da cerâmica e na outra, apresentam grupamentos que copolimerizam com a matriz resinosa dos cimentos.

Recentemente um novo primer a base de 10-MDP foi introduzido no mercado, o Signun Zircônia Bond (SZB) (Heraus Kulzer, Hanau, Alemanha). Este primer se apresenta em dois frascos: Frasco 1, composto por acetona, MDP e ácido acético; Frasco 2, composto por metacrilato de metila e difenil óxido fosfeno. Segundo Ural et al.,(2005), a acetona melhora a molhabilidade da superfície da zircônia e o metacrilato de metila presente na fase 2 do SZB, pode reagir com o metacrilato presente no cimento resinoso, aumentando a adesão entre a resina e a cerâmica.

Outra opção é a silicatização, que consiste no jateamento com óxido de alumínio recobertos por sílica (Rocatec -3M ESPE). O impacto destas partículas gera um aumento local da temperatura, fazendo com que a sílica se funda a superfície da cerâmica. Desta forma a cerâmica passa a ser recoberta por uma fina camada de sílica, o que permite uma relativa união química, por meio de silanos, entre cimento e zircônia (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; ATSU, KILICARSAL, 2006; MAEDA, 20014; THOMPSON et al 2011).

Figura 3.4.1: (a) Diagrama de um corte através de uma superfície livre à temperatura de sinterização. (b) No resfriamento, partículas de  $ZrO_2$  próximas à superfície livre geram através da limitação de movimento uma tensão compressiva na matriz. (c) Devido aos tratamentos superficiais, preferencialmente usinagem e jateamento.



Fonte: Souza, 2007, p.16

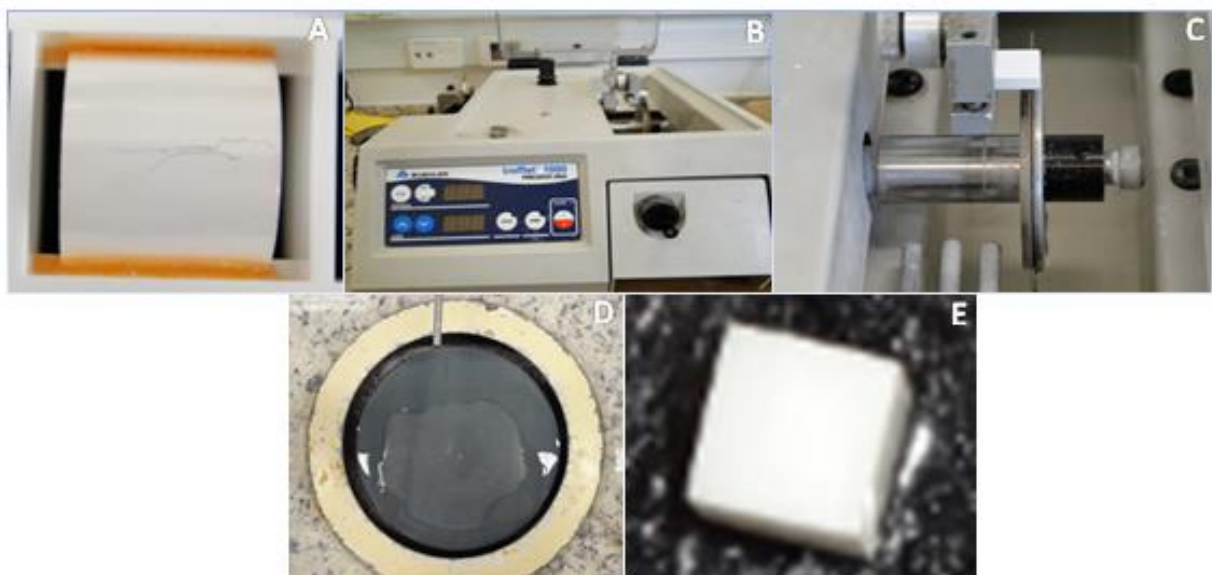
## 4. Material e método

### 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). Para isso foram realizados cortes sucessivos até a obtenção de corpos de prova com dimensões aproximadas de 7x7x3 mm, com o processo de sinterização estes cortes sofreram redução de 25%.

Todos os corpos de provas receberam o polimento de suas superfícies com lixa de óxido de alumínio abrasivas com granulação 1200.(Norton Brasil) (Figura 4.1)

Figura 4.1-A: Bloco de zircônia; B: Cortadeira elétrica de alta precisão, montada com disco diamantado da Extec; C: Disco diamantado da Extec; D: Lixa para polimento; E: Corpo de prova.



### 4.2. Divisão dos grupos:

Os espécimes foram divididos em seis grupos experimentais, de acordo com os fatores analisados: Tratamento de superfície (3 níveis) e presença de primer (2 níveis). O número de repetições em cada grupo foi igual a dez.



A - Os corpos de prova receberam jateamento com óxido de alumínio **antes** de sua sinterização final, **sem o uso do primer**.

B - Os corpos de prova receberam jateamento com óxido de alumínio **antes** sua sinterização final, **com aplicação do primer**.

C - Os corpos de prova receberam jateamento com ROC **antes** de sua sinterização final, **sem o uso do primer**.

D - Os corpos de prova receberam jateamento com ROC **antes** de sua sinterização final, **com aplicação do primer**.

E - Os corpos de prova receberam jateamento com ROC **após** a sinterização final, **sem o uso do primer**.

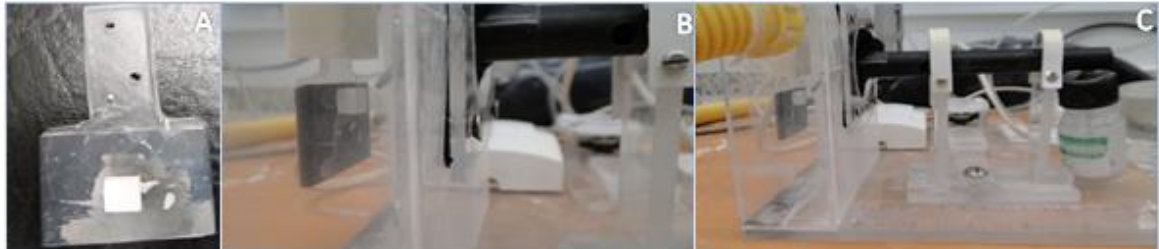
F- Os corpos de prova receberam jateamento com ROC **após** a sinterização final, **com o uso do primer**.

#### **4.3. Jateamento dos corpos de prova**

Os corpos de prova dos grupos A e B foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 110  $\mu\text{m}$  (N. Martins e TeixeiraLtda, Colombo, PR,Brasil) (JAT), a uma distância de 40 mm, angulação de 45° e uma pressão de 2,8 bar por 10 segundos.

Os corpos de prova dos grupos C,D,E e F foram jateados primeiramente com óxido de alumínio assim como os grupos A e B e em seguida receberam tratamento por abrasão triboquímica com partículas oxido de alumínio revestidas por sílica (Rocatec Soft – 3M-ESPE St Paul, MN EUA) de 30  $\mu\text{m}$ , jateados a uma distância de 40 mm, angulação de 45° e uma pressão de 2,8 bar por 10 segundos. Para a padronização da distância e angulação durante o jateamento com óxido de alumínio e Rocatec, foi utilizado um mecanismo de padronização fabricado pela FOUSP. (Figura 4.3)

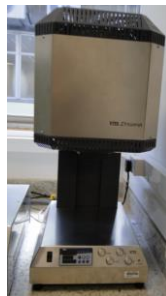
Figura 4.3-A: Centralização dos espécimes no dispositivo de jateamento; B: Espécime adaptado, ao dispositivo de jateamento distância e ângulo determinados; C: Dispositivo de jateamento montado. OBS: os materiais jateados eram da N. Martins, na foto acima consta como sendo bioarte, apenas por ter sido utilizado a embalagem.



#### 4.4. Sinterização dos corpos de prova

Os corpos de prova foram sinterizados no forno (Zyrcomat (Vita, Zahnfabrik, Alemanha), com ciclo de sinterização de 1530°C por 2 horas, taxa de aquecimento de 25°C/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas. (Figura 4.4)

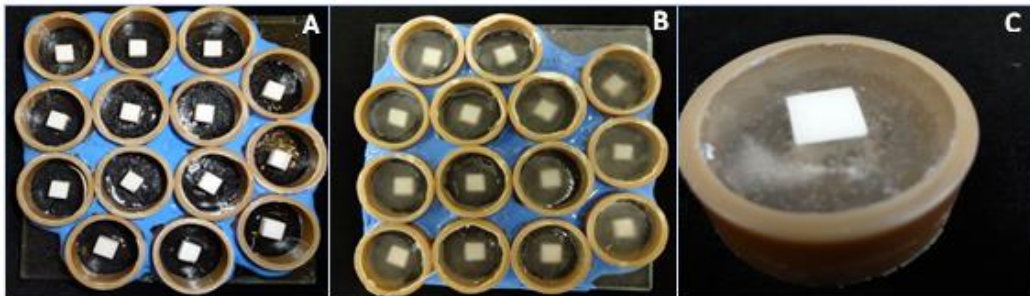
Figura 4.4 – Forno utilizado para a sinterização



#### 4.5. Inclusão dos espécimes

Os corpos de prova foram incluídos em tubos de PVC com 25 mm de diâmetro (3/4 de polegada), preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada (Jet – Artigos Odontologicos Classico Ltda, Brasil), deixando a face tratada livre para o procedimento de adesão (Figura 4.5).

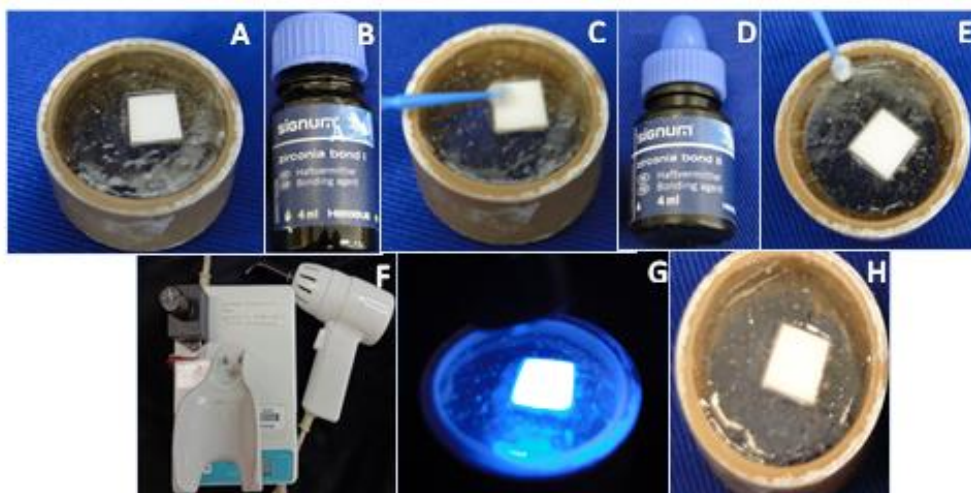
Figura 4.5-A: Centralização dos espécimes dentro dos tubos de PVC; B: Tubos de PVC preenchidos com resina acrílica; C aspecto final do espécime incluído em resina acrílica/PVC.



#### 4.6. Aplicação do primer específico para Zircônia

As grupos, B,D e F receberam a aplicação de primer Signun Zircônia Bond I (Heraeus Kulzer) por toda a superfície da zircônia com a ajuda de aplicadores descartáveis KG brush (Medical Burs indústria e comércio- Cotia Brasil), seguido de aplicação de leve jato de ar por três segundos, aplicação do primer Signum Zircônia Bond 2, fotopolimerização de 40 segundos (de acordo com as recomendações do fabricante) utilizando um fotopolimerizador de lâmpada halógena modelo VIP JR com irradiância de  $500 \text{ mW/cm}^2$ . (Figura 4.6)

Figura 4.6 – A: espécime sem primer; B: Fase I do primer, C: Aplicação da fase I do primer sobre o espécime; D Fase II do primer; E: Aplicação da fase II do primer sobre o espécime; F: Fotopolimerizador utilizado; G: Fotoativação do primer; H: Espécime com a superfície tratada com Signun Zircônia Bond.

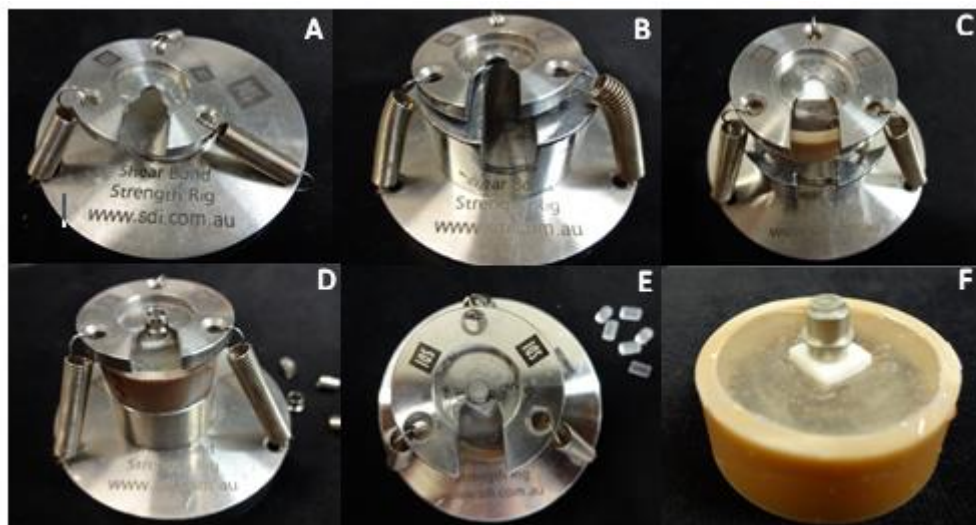


#### 4.7. Preparação do dispositivo SDI

Após a realização dos tratamentos de superfície, da sinterização final e da inclusão dos espécimes em resina nos tubos de PVC, os mesmos foram montados no conjunto SDI, que consiste em um cilindro metálico oco, com diâmetro externo de 4 mm e interno de 3,5 mm, com um anel externo metálico que divide na altura de 1/3 do cilindro, pino acrílico transparente com 3 mm de diâmetro, 3,8 mm de altura, dispositivo de cisalhamento metálico.

Os corpos de prova foram montados no dispositivo de cisalhamento, seguidos pela colocação do cilindro metálico, que ficou sobre compressão junto aos corpos de prova, devido ao anel externo do cilindro se encaixar justaposto à placa superior do dispositivo. (Figura 4.7)

Figura 4.7: Sequência de montagem dos corpos de prova no dispositivo SDI, A)- Dispositivo vazio; B)- Dispositivo com sistema de compressão; C)- Corpo de prova adicionado ao dispositivo; D)- Adição do cilindro metálico oco; E)- Pino acrílico inserido no dispositivo; F)- Corpo de prova finalizado pronto para teste de cisalhamento.



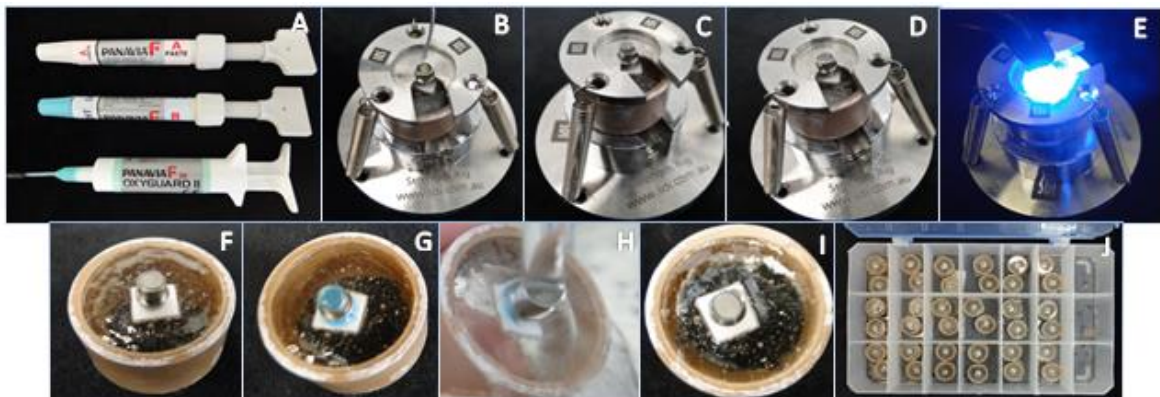
#### 4.8. Cimentação

Após a espatulação do cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Osaka, Japan), conforme instruções do fabricante, o mesmo foi colocado no interior do cilindro oco.

O pino acrílico foi colocado no interior do cilindro, deixando bem próximo com a altura do cilindro. O excesso de cimento foi removido, e o conjunto foi foto-

polimerizado por 30 s, com fotopolimerizador modelo VIP JR com irradiância de 500 mW/cm<sup>2</sup>. Procedeu-se então a proteção dos corpos de prova com oxiguard (Kuraray, Osaka, Japan) por 3 minutos, os corpos de prova foram, então, lavados em água corrente por 10 segundos e armazenados em água destilada a temperatura de 37°C em estufa por 24 h. (Figura 4.8)

Figura 4.8: Sequência de montagem dos corpos de prova no dispositivo SDI, A)- cimento utilizado; B)- carregando com o cimento o corpo de prova adicionado ao dispositivo SDI; C)- Adição do pino de acrílico; D)- Pino acrílico inserido no dispositivo; E)- Fotopolimerização do cimento; F)- Corpo de prova após remoção do sistema SDI; G)- Corpo de prova protegido por oxiguard; H)- corpo de prova sendo lavado em água corrente; I)- Corpo de prova finalizado; J)- corpo de prova armazenado em água destilada.

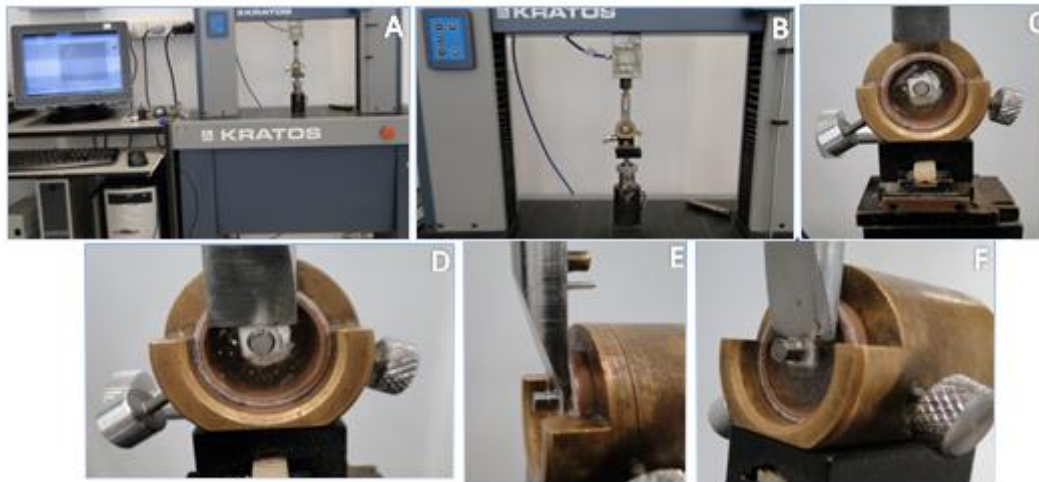


#### 4.9. Teste de cisalhamento

Os testes de resistência ao cisalhamento foram realizados na máquina de ensaio universal (Kratos, LKC3 – USB, Brasil). Os corpos de prova foram adaptados a uma matriz metálica de modo a ficar verticalmente a máquina e paralelamente a face de ponta reta. A força de cisalhamento foi aplicada até ocorrer a fratura entre cimento e a Y-TZP, à velocidade constante de 0,5 mm/minuto. (Figura 4.9)



Figura 4.9: Montagem dos corpos de prova na máquina de cisalhamento da Kratos; A: Máquina visão geral; B: Visão do dispositivo montado; C, D, E, F: Visão aproximada e de ângulos diferentes;



Os valores de Resistência de União foram obtidos através da mensuração da carga necessária para provocar o início da fratura e foram expressos em quilograma-força (Kgf). Para a conversão em Mega-Pascal (MPa) a seguinte fórmula foi utilizada:  $RU = F/A$ , onde: RU é a resistência de união (MPa); F (Kgf), a força aplicada; A, a área de união ( $\text{mm}^2$ ) -  $A = \pi \cdot r^2$

#### 4.10. Análise do modo de fratura

O modo de fratura de cada espécime foi determinado utilizando um estéreo microscópio com aumento de 40x (Olimpus SZ61) equipado com uma câmera CCD (Q- Color 3, Olympus), e classificado como: (1) falha adesiva entre cimento/zircônia; (2) falha coesiva em cimento; (3) falha mista, com falhas adesiva e coesiva na mesma superfície de fratura. (Figura 4.10)

Figura 4.10: Equipamento utilizado para a análise do modo de fratura.



#### **4.11. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Espécimes representativos de cada tipo de falha foram levados ao microscópio eletrônico de varredura modelo JSM-6610LV (JEOL Ltda, Tokyo, Japan), para análise mais detalhada do padrão de fratura. Após metalização com ouro os espécimes forma levados ao MEV sob 50x de aumento.

#### **4.12. Análise estatística**

Em virtude da a ausência de normalidade e homocedasticidade, os dados foram analisados utilizando o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney. Para ambos os testes o nível global de significância foi de 5%.

## 5. Resultados

A tabela 5.1 apresenta a distribuição dos tipos de falha observados neste estudo. Nenhuma falha coesiva na interface cimento-zircônia foi observada, 97% das falhas observadas foram adesivas, e 3% das falhas se caracterizaram como mistas.

Dentre as falhas mistas, uma ocorreu no grupo tratado com jateamento com óxido de alumínio pré-sinterização final com a presença do primer e outra ocorreu no grupo tratado com Rocatec pré-sinterização final com a presença do primer.

Tabela 5.1: análise do modo de fratura.

Tipos de Fratura	Frequência	
	Absoluta	Relativa
Falha adesiva entre cimento/zircônia	58	97%
Falha coesiva em cimento	0	0%
Falha mista	2	3%

Figura 5.1: Tipos de fratura encontrados. A) Falha mista; B) Falha adesiva entre cimento e zircônia.

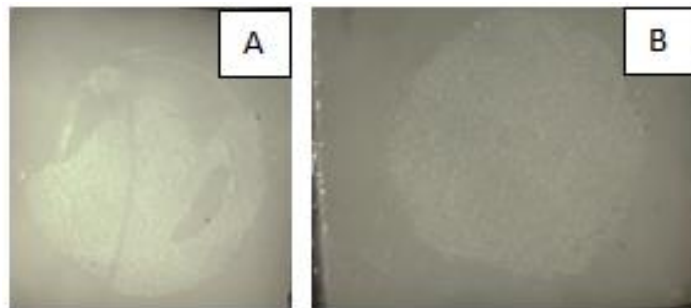
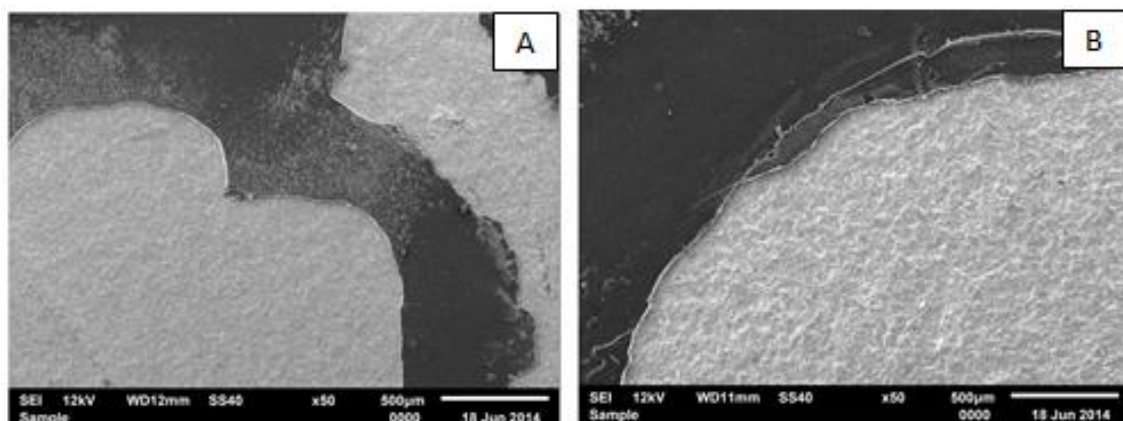


Figura 5.2: Microscopia eletrônica de varredura. A) Falha mista; B) Falha adesiva.





A tabela 5.2 e o gráfico 5.1 apresentam os valores de resistência de união obtidos no presente estudo. O menor valor obtido foi para o grupo ROC pré-sinterização sem a utilização de primer (4,0 Mpa), e o maior valor obtido para o grupo ROC pós-sinterização com a utilização de primer (9,0 Mpa).

Tabela 5.2 Valores de resistência de união obtidos.

Tratamento de superfície	Presença de primer	
	NÃO	SIM
Óxido pré-sinterização	5,5 (0,9) Ba	7,9 (1,5) Aab
ROC pré-sinterização	4,0 (1,4) Bb	6,7 (2,3) Ab
ROC pós-sinterização	5,0 (0,5) Bab	9,0 (1,2) Aa

Médias (DP) para os dados de resistência de união (em Mpa) para os grupos analisados no estudo. Na mesma linha, médias seguidas pela mesma letra maiúscula são estatisticamente semelhantes. Na mesma coluna, médias seguidas pela mesma letra minúscula são estatisticamente semelhantes.

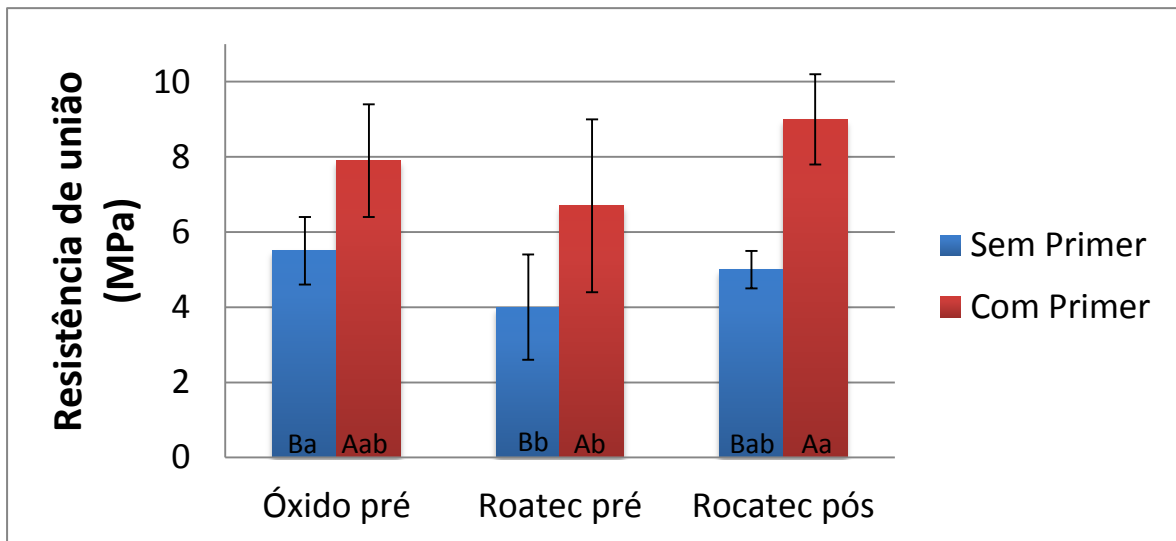
A análise estatística revelou que a utilização do primer resulta em maiores valores de resistência de união cimento/zircônia independentemente do tratamento de superfície realizado.

Na ausência do Primer, o tratamento com Rocatec pós-sinterização e o jateamento com óxido de alumínio apresentaram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes entre si, enquanto que o grupo jateado com óxido de alumínio mostrou-se ainda superior ao tratamento com Rocatec pré-sinterização. O mesmo ocorre quando avaliamos os grupos que receberam o primer.

Quando se avalia a resistência de união dos grupos que não receberam o primer, o grupo com a superfície tratado com óxido de alumínio pré-sinterização obteve melhores resultados, enquanto que nos grupos que receberam o primer, o grupo que apresentou melhores resultados, foi o que teve a superfície tratada com ROC pós-sinterização.

Quando comparamos todos os grupos entre si, tanto os que receberam o primer, quanto os que não receberam, os menores valores de RU encontrados foram dos grupos tratados com ROC pré sinterização.

Gráfico 5.1 dados de resistência de união (em Mpa) para os grupos analisados no estudo



## 6. Discussão

A zircônia tem como característica elevada resistência ao ácido fluorídrico, tanto que a utilização deste não é o suficiente para a criação de retenções em sua superfície as quais aumentariam o embricamento mecânico entre cimento e zircônia. (THOMPSON et al., 2011; MANICONE, ROSSI, RAFFAELLI, 2007; ZARONE, RUSSO, SORRENTINO, 2011).

Com o intuito de se conseguir uma adesão confiável entre cimento e zircônia, é necessário que se utilize de tratamentos de superfícies que sejam capazes de criar retenção física ou química, ou ainda uma combinação entre meios físicos e químicos. (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; AMARAL et al., 2008; LUTHY, LOEFFEL, HAMMERLE, 2006 THOMPSON et al., 2011). Sendo que autores como (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; ATSU, KILICARSAL, 2006; THOMPSON et al., 2011) defendem que tratamentos físicos como o jateamento com óxido de alumínio são sim eficazes para se aumentar a rugosidade da zircônia, o que aumentaria sua adesão aos cimentos, porém segundo (ATSU, KILICARSAL, KUCUKSMEN, 2006; GUESS et al., 2010; DENRY, KELLY, 2008; RE DINO et al., 2008) esta técnica pode levar á um envelhecimento precoce do material devido a transformação de fases de tetragonal para monoclinica, o acabaria por afetar a resistência à fratura deste material devido ao favorecimento de formação de trincas que esta transformação de fases pode acarretar.

No intuito de se conseguir os benefícios que técnica do jateamento pode proporcionar porém, sem os transtornos causados pela mesma, neste trabalho utilizamos sim desta técnica, porém este jateamento foi realizado em zircônia pré sinterizada, pois segundo estudo de MONN et, al (2010) , o processo de sinterização é capaz de reverter a transformação de fases causadas pelo processo de jateamento. Neste estudo ficou evidente que o grupo tratado previamente à sinterização final demonstrou maior quantidade da fase tetragonal, o que garantiria um melhor desempenho clínico da zircônia.

Pensando em aumentar ainda mais a adesão entre cimento e zircônia, neste trabalho combinamos ao jateamento, técnicas químicas, como o primer a base de 10-MDP, o que segundo Andreiuolo, Gonçalves e Dias, (2011) agiriam como

moléculas bifuncionais, se unindo de um lado aos óxidos metálicos da cerâmica e de outro se copolimerizariam à matriz resinosa do cimento.

Outra opção de tratamento químico utilizado foi a silicatização, onde uma fina camada de sílica se funde a superfície já jateada por óxido de alumínio, e esta camada permitiria uma relativa adesão química por meio de silanos. (ANDREIUOLO, GONÇALVES, DIAS, 2011; ATSU, KILICARSAL, 2006; MAEDA, 20014; THOMPSON et al 2011).

Pensando mais uma vez em potencializar a adesão entre cimento e zircônia combinamos ainda o tratamento com JAT em zircônia pré sinterizada à dois tratamentos químicos, a silicatização e a utilização de primer contendo 10-MDP.

O presente estudo objetivou comparar métodos tradicionais de tratamento de superfície (JAT e Rocatec pós-sinterização) ao JAT e ao Rocatec pré-sinterização final. Avaliando ainda se após o processo de sinterização da zircônia, a fina camada de sílica adicionada à superfície da zircônia pelo Rocatec, ainda seria capaz de promover boa resistência de união entre cimento-zircônia. Quando comparamos apenas os tratamentos de superfície sem a presença do primer, pode-se observar que o tratamento com Rocatec previamente à sinterização resultou em uma menor resistência de união. O mesmo ocorreu quando comparamos os grupos que utilizaram o primer, demonstrando que provavelmente esta fina camada de sílica deixou de existir após o processo de sinterização.

O jateamento com óxido de alumínio correspondeu a métodos físicos de tratamento de superfície, enquanto que a aplicação primer e o Rocatec, por formar uma fina camada de sílica sobre as ranhuras provocadas pelo jateamento com óxido de alumínio, equivaleram a métodos químicos de tratamento de superfície.

A hipótese de trabalho foi parcialmente aceita, pois quando avaliamos os valores de RU, pode-se observar que dentro da comparação entre os grupos que não receberam o primer, este mostrou-se, estatisticamente semelhante ao tratamento com Rocatec pós-sinterização, e ainda superior ao grupo tratado com Rocatec pré-sinterização. Já a presença do primer aumentou a RU entre cimento-zircônia independentemente do tratamento de superfície utilizado.

O jateamento com óxido de alumínio e Rocatec, foram os tratamentos mais encontrados dentro dos artigos utilizados para este estudo, provavelmente por se apresentarem como método simples, barato e de fácil execução. Estes fatores foram

determinantes na delimitação deste estudo, onde quando observamos os grupos que não receberam a aplicação do SZB, o grupo tratado com OPre, foi o que apresentou maiores valores de RU, seguidos por RPos e RPre, e que apesar de existir uma diferença estatística entre os grupos OPre e RPre, esta diferença não existe quando se compara separadamente, RPos ao OPre ou RPos ao RPre.

Maeda (2014) em um estudo onde avalia se há diferenças entre diferentes tipos de testes para avaliar a resistência de união, comparando a resistência de união entre cimento e zircônia em três níveis: um grupo controle sem tratamento (CO), Rocatec plus (ROC) e jateamento com óxido de alumínio mais aplicação do signum zircônia bond (JAT + SZB). Obteve como resultado, maiores valores de RU para o grupo JAT + SZB, seguido por ROC e CO, independentemente do dispositivo utilizado para registrar a RU. Muito embora os níveis de comparação de resultados não sejam os mesmos entre este estudo e o de Maeda, quando comparamos neste estudo, jateamento com óxido de alumínio pré-sinterização, mais a aplicação do primer (OPre + SZB); Rocatec soft, pré e pós-sinterização final sem a presença do primer (RPre; RPos), também obteve-se maiores resultados em relação a RU no grupo OPre + SZB. Ainda neste estudo, Maeda, obteve como padrão de fratura 66,66% de falha adesiva, 26,67% de falhas mista e 6,67%, isso quando avaliou o grupo tratado com Rocatec e teste de RU por microcisalhamento, 60% de falhas adesivas, 40 % de falhas mistas e nenhuma falha coesiva, no grupo tratado com JAT+SZB e teste de microcisalhamento, 40% adesiva, 60% mista e nenhuma coesiva no grupo tratado com Rocatec e teste de resistência de união por cisalhamento tradicional, 40% adesiva, 60% mista e nenhuma coesiva no grupo tratado com JAT+SZB e teste de RU por cisalhamento tradicional. Já nos grupos tratados com Rocatec ou JAT+SZB, quando utilizado cisalhamento com o sistema SDI de padronização, o autor conseguiu 100% de suas falhas como sendo adesivas. No presente estudo o modo de fratura observado, foi em sua grande maioria (97%), que se apresentou como falhas adesivas, bem próximo ao obtido por Maeda, quando da utilização da técnica de cisalhamento com o sistema de padronização da SDI. Provavelmente a maior porcentagem de falhas adesivas deve-se ao fato da utilização do sistema da SDI, pois o mesmo possibilitou uma maior padronização na cimentação e local da aplicação da força de cisalhamento.

Dentre as falhas mistas ocorridas neste estudo, uma ocorreu no grupo tratado com jateamento com óxido de alumínio pré-sinterização final com a presença do primer e outra ocorreu no grupo tratado com Rocatec pré-sinterização final com a presença do primer, uma provável explicação para as falhas terem ocorrido nos grupos que receberam o primer, é que a aplicação do SZB tenha aumentado tanto a união cimento-zircônia, que, acabou levando a falhas coesivas em alguns pontos do corpo de prova, caracterizando assim, falhas mistas.

Todos os autores estudados são condizentes ao relatarem, que a dificuldade de adesão da zircônia aos cimentos odontológicos, hoje existentes, como sendo o ponto crítico em sua escolha como material restaurador. No intuito de compensar a falta de sensibilidade ao ácido fluorídrico é necessário que se utilize de alguma outra técnica que seja capaz de aumentar a rugosidade na superfície da zircônia, tornando-a assim mais retentiva em relação ao cimento.

Em razão dessa dificuldade de adesão à zircônia um novo primer contendo 10-MDP, o Signum Zircônia Bond, foi recentemente lançado no mercado, e por esse motivo ainda não são encontrados muitos estudos que relatem a sua eficiência. De acordo com os achados do presente estudo, o primer resultou em valores de resistência de união maiores, independentemente do tipo de tratamento de superfície utilizado, o que mostra que, seu efeito de adesão química está presente. No entanto, estudos de longevidade da interface zircônia-cimento são necessários para verificar se esse aumento de resistência de união permanece após o envelhecimento.

Levando em consideração apenas os grupos analisados no presente estudo, podemos concluir que a combinação entre o tratamento de superfície após a sinterização final da zircônia e utilização do primer Signum Zirconia Bond resulta em maior resistência de união.

## 7. Conclusão:

Dentro das limitações do presente estudo, pode-se concluir que:

1-) Na ausência do Primer, o tratamento com Rocatec pós-sinterização e o jateamento com óxido de alumínio apresentaram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes entre si, enquanto que o grupo jateado com óxido de alumínio mostrou-se ainda superior ao tratamento com Rocatec pré-sinterização. O mesmo ocorre quando avaliamos os grupos que receberam o primer.

2-) O uso do primer Signum Zircônia Bond aumentou a resistência de união da zircônia ao cimento independentemente do tratamento de superfície escolhido.

## 8. Referencias bibliográficas:

1. ABOUSHELIB, Moustafa N.; FEILZER, Albert J.; KLEVERLAAN, Cornelis J. Bonding to zirconia using a new surface treatment. **Journal of prosthodontics**, v. 19, n. 5, p. 340-346, 2010.
2. AMARAL, Regina et al. 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**, v. 85, n. 1, p. 1-9, 2008.
3. ANDREIUOLO, Rafael; GONÇALVES, Silvia Alencar; DIAS, Katia Regina H. Cervantes. A zircônia na Odontologia Restauradora. **Rev. bras. odontol**, v. 68, n. 1, p. 49-53, 2011.
4. ATSU, Saadet Saglam et al. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 95, n. 6, p. 430-436, 2006.
5. BLATZ, Markus B. et al. Zirconia abutments for single-tooth implants—rationale and clinical guidelines. **Journal of oral and maxillofacial surgery**, v. 67, n. 11, p. 74-81, 2009.
6. CASUCCI, Alessio et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. **Journal of dentistry**, v. 37, n. 11, p. 891-897, 2009.
7. DE SOUZA, Carolina Figueiras. **RESISTÊNCIA À FRATURA DE SUBESTRUTURAS PARA PRÓTESES PARCIAIS FIXAS POSTERIORES DE ZIRCÔNIA DENSA SOB TESTES DE FADIGA CÍCLICA**. 2007. Tese de Doutorado. UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO.
8. DE SOUZA, Grace M. Dias et al. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v. 93, n. 2, p. 318-323, 2010.
9. DENRY, Isabelle; KELLY, J. Robert. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental materials**, v. 24, n. 3, p. 299-307, 2008.



10. DIAS DE SOUZA, Grace M.; THOMPSON, Van P.; BRAGA, Roberto R. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 105, n. 5, p. 296-303, 2011.
11. EGILMEZ, Ferhan et al. Effect of surface modification on the bond strength between zirconia and resin cement. **Journal of Prosthodontics**, v. 22, n. 7, p. 529-536, 2013.
12. ELSAKA, Shaymaa E. Influence of surface treatments on the surface properties of different zirconia cores and adhesion of zirconia-veneering ceramic systems. **Dental Materials**, v. 29, n. 10, p. e239-e251, 2013.
13. GALLINO, Federico; DI VALENTIN, Cristiana; PACCHIONI, Gianfranco. Band gap engineering of bulk ZrO<sub>2</sub> by Ti doping. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 13, n. 39, p. 17667-17675, 2011.
14. GUESS, P. C. et al. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. **Journal of dental research**, v. 89, n. 6, p. 592-596, 2010.
15. KITAYAMA, Shuzo et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. **Dental Materials**, v. 26, n. 5, p. 426-432, 2010.
16. LIZYMOL, P. P. Physical and mechanical properties of visible light cure composites based on novel organically modified ceramic resins. **Advanced Materials Research**, v. 685, p. 50-53, 2013.
17. LÜTHY, Heinz; LOEFFEL, Olivier; HAMMERLE, Christoph HF. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. **Dental Materials**, v. 22, n. 2, p. 195-200, 2006..
18. MAEDA, F. A. et al. Association of Different Primers and Resin Cements for Adhesive Bonding to Zirconia Ceramics. **The journal of adhesive dentistry**, 2014.
19. Manicone, Paul Francis; RED IOMMETTI, Pierfrancesco; Raffaelli, Luca. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. **Journal of dentistry**, v. 35, n. 11, p. 819-826, 2007.
20. MATINLINNA, JUKKA P. et al. Applications of trialkoxysilanes in dental biomaterials: a review. **Silanes and other coupling agents**, v. 4, p. 199-219, 2007.

21. MOON, Ji-eun et al. O efeito da ordem de preparação sobre a estrutura cristalina do estabilizado com ítrio zircônia tetragonal policristalina e a resistência ao cisalhamento de cimentos dentários. **Dental Materials** , v. 27, n. 7, p. 651-663, 2011.
22. PALACIOS, Rosario P. et al. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 96, n. 2, p. 104-114, 2006.
23. RE, Dino. **The Effect of Surface Treatment on the Adhesion of Resin Cements to**. 2008. Tese de Doutorado. Department of Prosthodontics, School of Dentistry, University of Milan.
24. THOMPSON, Jeffrey Y. et al. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now?. **dental materials**, v. 27, n. 1, p. 71-82, 2011.
25. VALDIVIA, Juan Rommel Medina. **Resistência de união entre cimentos resinosos e zircônia**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
26. ZARONE, Fernando; RUSSO, Simona; SORRENTINO, Roberto. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. **Dental materials**, v. 27, n. 1, p. 83-96, 2011.