



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

DÉBORA PINTO ANTUNES

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS
RESINOSOS EM SUPERFÍCIE DE CERÂMICA DE Y-TZP
APÓS APLICAÇÃO DE FILME VITROCERÂMICO**

2014

DÉBORA PINTO ANTUNES

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS EM
SUPERFÍCIE DE CERÂMICA DE Y-TZP APÓS APLICAÇÃO DE FILME
VITROCERÂMICO**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Dentística.

Orientador: Prof. Titular Dr. Clovis Pagani

Co-orientador: Prof. Dr. Gildo Coelho Santos Júnior

São José dos Campos

2014

BANCA EXAMINADORA

Prof. Tit. Clovis Pagani (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP- Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Eduardo Bresciani

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP- Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Dra. Taciana Marco Ferraz Caneppele

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP- Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Profa. Assoc. Luzia da Glória Corrêa Coelho

Faculdade de Odontologia
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Adj. Dr. Rafael Barroso Pazinato

Faculdade de Odontologia
Universidade Federal de Juiz de Fora

São José dos Campos, 08 de Abril de 2014.

DEDICATÓRIA

À Deus, meu criador, meu sustentador. Tú és o meu refúgio e a minha fortaleza. Toda honra e glórias sejam dadas a Ti.

A todos os meus familiares e aos meus pais, Sônia e Lincoln, que sempre me mostraram o valor do conhecimento e me ensinaram a lutar pelos meus objetivos, sendo exemplo de trabalho e honestidade para mim.

À minha irmã Drusila, pelo apoio, companheirismo e contribuir em tudo em minha vida.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista, na pessoa do diretor **Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli** e do vice-diretor **Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara**.

Ao Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa da coordenadora **Profª Dra. Márcia Carneiro Valera Garakis**.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior-CAPES, pela concessão de bolsa Doutorado e bolsa Doutorado Sanduíche.

À The University of Western Ontario pela disponibilidade dos equipamentos e laboratórios utilizados para este estudo, especialmente o laboratório de Biomateriais da Faculdade de Odontologia.

À Divisão de Materiais do Comando Geral de Tecnologia Aeroespacial (CTA) e ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) em São José dos Campos pela permissão em utilizar seus laboratórios.

À Faculdade de Química da Universidade Estadual Paulista (UNESP) em Araraquara, obrigada pela colaboração de todos os alunos de pós graduação, professores e funcionários desta instituição.

À Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual Paulista (UNESP) em Guaratinguetá obrigada pela permissão em utilizar os laboratórios, bem como a biblioteca desta instituição.

Às Faculdades de Odontologia e Química da Universidade Federal de Juiz de Fora obrigada pela importante contribuição para a realização deste trabalho.

Aos Docentes do Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora, muito obrigada por compartilhar seus conhecimentos.

Ao Prof. Dr. Clovis Pagani, o meu sincero agradecimento pelos ensinamentos valiosos e por confiar na minha capacidade. Você é um exemplo de idoneidade e extrema competência, fazendo-o admirável não apenas como profissional, mas como pessoa.

Ao Prof. Dr. Gildo Coelho Santos Júnior, exemplo de profissionalismo, determinação e força de vontade. Sinto-me honrada por realizarmos juntos esse trabalho.

À Profa. Dra. Maria Jacinta Moraes Coelho Santos, muito obrigada por sua colaboração, disponibilidade e amizade.

Ao Prof. Dr. Amin Sami Rizkalla, Dra. Selma A. Saadaldin e Barry Lai minha gratidão pela colaboração significativa na concretização deste trabalho.

À Profa. Dra. Luzia da Glória Corrêa Coelho, pessoa que tenho orgulho, respeito e gratidão. Muito me engrandeceu seguir seus conselhos!

Ao Prof. Dr. Francisco Cristovão Loureiro Melo, fico muito agradecida por sua participação neste trabalho, que o tornou real.

Ao Prof. Dr. Sidney José Lima Ribeiro, muito obrigada por sua atenção e dedicação a este trabalho.

Ao Prof. Dr. César Rogério Pucci obrigada pelo convívio fraterno. Seu apoio e suas palavras transmitiram a mim segurança e também coragem para continuar.

Ao Prof. Dr. João Maurício Ferraz da Silva como não poderia ser diferente, devido à sua grande competência, suas considerações foram muito importantes para melhorar esta pesquisa. Muito obrigada!

Ao Prof. Dr. Eduardo Bresciani pela significativa participação na concretização deste trabalho. Você é um exemplo de conduta e plena dedicação à Ciência.

Á Profa. Dra. Taciana Marco Ferraz Caneppele pela convivência super agradável, apoio, confiança e por sua carinhosa atenção comigo.

Prof. Ivan Balducci pela grande amizade e participação na análise estatística dos resultados.

Profa. Dra. Ivone de Oliveira Salgado, muito obrigada por me receber de braços abertos no mestrado! Tenho enorme admiração por você e sou muito grata por estimular meu crescimento.

Prof. Dra, Ana Paula Martins Gomes muito obrigada pelo apoio nos momentos difíceis. Obrigada pela amizade e incentivo.

Prof. Dr. José Benedicto de Mello, admiro sua extrema dedicação no ensino da Odontologia. Você é uma pessoa muito especial.

Prof. Dr. Rafael Barroso Pazinatto agradeço pela amizade e por sempre poder contar com sua preciosa colaboração. Dizer obrigada é muito pouco diante da importância de sua participação em mais essa fase da minha vida.

Aos funcionários do Instituto de Ciência e Tecnologia, em especial aos secretários da Pós-Graduação, obrigada por toda paciência e assistência.

A todos os amigos da pós graduação e em especial a Ana Carolina Rodrigues Danzi Salvia e Rodrigo Furtado de Carvalho pela amizade, força, ajuda e companheirismo... Obrigada também pelos inúmeros momentos de alegria vividos nessa caminhada, que com certeza serão inesquecíveis.

À todos aqueles que deram um tempo de suas vidas, colaborando direta ou indiretamente não só para a construção deste trabalho, como também para a finalização de mais uma fase em minha vida profissional.

*"Quando se tem uma meta na vida, o que era
obstáculo passa a ser uma etapa"*

(Autor desconhecido)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	11
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	13
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	14
RESUMO.....	17
ABSTRACT.....	19
1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	25
3 PROPOSIÇÃO.....	46
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	47
4.1 Material utilizado.....	47
4.2 Preparo do VBA.....	49
4.3 Obtenção dos corpos de prova e divisão dos grupos.....	49
4.4 Cimentação, envelhecimento, ensaio de microcisalhamento	54
4.5 Caracterização dos espécimes.....	57
4.5.1 Análise térmica diferencial.....	57
4.5.2 Difração de raios-x.....	57
4.5.3 Análise da superfície cerâmica após os tratamentos de	58
superfície e análise da espessura do filme vitrocerâmico.....	59
4.5.4 Mapeamento dos elementos de superfície.....	59
4.5.5 Análise da rugosidade.....	59
4.5.6 Análise do tipo de fratura.....	60
4.6 Delineamento experimental.....	60
4.6.1 Análise estatística.....	61
4.6.2 Hipótese estatística.....	61
5 RESULTADOS.....	63
5.1 Abordagem paramétrica.....	63
5.2 Análise de Weibull.....	65

5.3 Classificação do padrão de falha.....	66
5.4 Caracterizações (DTA, DRX, MEV, EDS, PO).....	69
6 DISCUSSÃO.....	78
7 CONCLUSÃO.....	90
8 REFERÊNCIAS.....	91
APÊNDICE.....	99

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Delineamento da metodologia.....	48
Figura 2 – Matriz para inclusão dos blocos.....	50
Figura 3 – Dispositivo para confecção do cilindro de cimento sobre o bloco cerâmico.....	51
Figura 4 – Microjateador posicionado no dispositivo para padronizar o jateamento.....	52
Figura 5 – Akyzent Glaze Spray.....	53
Figura 6 – Máquina de ciclagem térmica para envelhecimento dos corpos de prova.....	55
Figura 7 – Dispositivo para prensão e fixação dos corpos de prova	56
Figura 8 – Máquina Shear Bond Tester.....	56
Figura 9 – Dispositivo de carga faca com entalhe.....	57
Figura 10 – Aparelho para análise térmica diferencial.....	58
Figura 11 – Difratorômetro de raios-x.....	58
Figura 12 – Gráfico de colunas (média $\pm$ desvio padrão) dos valores de RU, segundo as condições experimentais.....	63
Figura 13 – Curva de probabilidade dos valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de cisalhamento, segundo as seis condições experimentais estabelecidas pelas variáveis cimento e tratamento de superfície.....	66

Figura 14 – Representação gráfica da classificação das falhas.....	67
Figura 15 – Micrografia representativa de fratura coesiva após o ensaio de cisalhamento (150x).....	68
Figura 16 – Micrografia representativa da fratura adesiva após o ensaio de cisalhamento (150x).....	68
Figura 17 – Análise térmica diferencial do VBA.....	69
Figura 18 – Difração de raios-X no VBA.....	70
Figura 19 – Aspecto topográfico do substrato com Rocatec Soft.....	71
Figura 20 – Aspecto topográfico do substrato com Akyzent Glaze Spray.....	71
Figura 21 – Aspecto topográfico do substrato com VBA.....	72
Figura 22 – Micrografia representativa (20.000x) da espessura do filme formado sobre a superfície cerâmica.....	73
Figura 23 – Visualização da união química entre cerâmica e filme	73
Figura 24 – Análise em EDS na região filme/ substrato.....	74
Figura 25 – Análise em EDS do substrato.....	74
Figura 26 – Análise em EDS no filme	75
Figura 27 – Perfilometria ótica na cerâmica com Rocatec Soft.....	76
Figura 28 – Perfilometria ótica na cerâmica com Akyzent Glaze Spray.....	76
Figura 29 – Perfilometria ótica na cerâmica com VBA.....	77
Figura 30 – Curva de poder do teste. Efeito principal (DP= 5 MPa)...	99
Figura 31 – Curva de poder do teste. Efeito principal (DP= 10 MPa).	100

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 – Materiais, marcas comerciais, fabricantes, nº do lote e composição.....	47
Quadro 2 – Ciclo de sinterização do Akyzent Glaze Spray.....	53
Tabela 1 – ANOVA (2 fatores) para os dados de RU obtidos no experimento.....	64
Tabela 2 – Média e desvio padrão do ensaio de cisalhamento entre as variáveis estudadas.....	64
Tabela 3 – Análise de Weibull para os dados de cisalhamento segundo o tipo de TS e de cimento.....	65
Tabela 4 – Distribuição dos casos de falhas ocorridos, de acordo com o tipo de falha.....	67
Tabela 5 – Dados da rugosidade para os tratamentos de superfície	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al_2O_3	= óxido de alumínio
ANOVA	= Análise de variância
bar	= unidade de pressão- equivale a 10^5 Pa
°C	= graus Celsius
cm^2	= centímetro quadrado
CP	= corpos de prova
DTA	= Análise térmica diferencial
DRX	= Difração de raios-x
EDS	= Espectroscopia de energia dispersiva de raio-x
EUA	= Estados Unidos da América
g	= grama
h	= hora
HCl	= Ácido clorídrico
HF	= Ácido hidrófluorídrico
INT	= Técnica de revestimento interno
JOA	= Jateamento com óxido de alumínio
kgf	= kilograma força
kPa	= quilopascal

±	= mais ou menos
MPa	= megapascal
MDP	= 10- metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato
m	= metro
mm	= micrômetro
MEV	= Microscopia eletrônica de varredura
min	= minuto
mL	= mililitro
mm	= milímetro
mm ²	= milímetros ao quadrado
mm/min	= milímetro por minuto
nm	= nanômetro
α	= nível de confiabilidade
n.º	= número
n	= número de amostras por grupo
P	= Panavia F
%	= porcentagem
p	= probabilidade
R	= RelyX U200
RU	= resistência de união
s	= segundo

ST	= silicatização triboquímica
SIE	= Técnica de condicionamento e infiltração seletiva
T°	= temperatura
TC	= termociclagem
TS	= tratamento de superfície
VBA	= Vidro bioativo
vs	= versus
x	= amplitude (número de aumento)
Y-TZP	= Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio
wt%	= peso em porcentagem

Antunes DP. Resistência de união de cimentos resinosos em superfície de cerâmica de Y-TZP após aplicação de filme vitrocerâmico [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2014.

RESUMO

Comparou-se a resistência de união (RU) dos cimentos resinosos Panavia F (P) (Kuraray) e RelyX U200 (R) (3M ESPE) à cerâmica zircônia através de três diferentes métodos de tratamento da superfície: 1- silicatização triboquímica (ST) (Rocatec Soft - 3M ESPE); 2- glaze (G) (Akyzent glaze spray- VITA); 3- aplicação de vidro bioativo (VBA). Blocos pré-sinterizados do sistema Zirkonzahn (Zirkonzahn) foram seccionados de modo a produzir 90 blocos menores (5 x 4 x 3 mm). Os blocos foram polidos em Politriz com lixas d'água de granulação fina 1000 e 1200 (3M ESPE) e limpos em banho ultrassônico contendo álcool isopropílico a 96% durante 5 min. Após a sinterização dos blocos cerâmicos, foi realizada a aplicação do tratamento de superfície. O Rocatec Soft foi jateado com 2,8 bar, ângulo de incidência perpendicular e distância padrão de 10 mm por 25 s em movimentos circulares. O Akyzent Glaze Spray foi pulverizado por 2 s e em seguida sinterizado em forno Vacumat (Vita) de acordo com recomendações do fabricante. Após a aplicação de 1 gota do vidro bioativo, procedeu-se a secagem e sinterização a 1200 °C deste material. Em todos os grupos aplicou-se agente de união silano Monobond-S (Ivoclar Vivadent). Nos grupos 3, 4, 5 e 6 a superfície foi primeiramente condicionada com ácido hidrófluorídrico (HF) a 5% durante 2 min, lavada e depois silanizada. A cimentação foi realizada com um dispositivo (Ultradent), produzindo cilindros de cimento resinoso com 2 x 1mm. Após 24 h os espécimes foram envelhecidos em termocicladora com 5.000 ciclos com banhos de temperatura entre 5 e 55 °C e submetidos ao ensaio de cisalhamento na Shear Bond Tester (Bisco). O VBA foi analisado qualitativamente por meio de análise térmica diferencial (DTA), através de difração de raios-x (DRX)(Panalytical) e espectroscopia de energia dispersiva de raio-x (EDS) (Oxford Instruments). Perfilometria ótica (PO) em 3 dimensões (Veeco) foi realizada para obtenção dos dados de rugosidade (Ra) em 1 amostra representativa de cada grupo. Após fratura, as amostras foram analisadas em estereomicroscópio Discovery V20 (Carl Zeiss) e microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Carl Zeiss). Verificou-se que a DTA demonstrou que a temperatura de 1200 °C é a mais adequada para a sinterização do VBA. A DRX revelou a

formação de um filme vitrocerâmico. De acordo com o teste ANOVA, o efeito interação foi significativo ($p = 0,003 < 0,05$). O teste de comparação múltipla de médias, Tukey (5%), mostrou que os valores de RU (MPa) para VBA foram significativamente maiores do que os outros grupos (com $26,94 \pm 3,50$ para P e $28,36 \pm 3,32$ para R), independentemente do tipo de cimento utilizado. O menor resultado foi encontrado no grupo 2 (ST vs R) com $17,68 \pm 3,09$, que diferiu estatisticamente dos demais grupos. O parâmetro módulo de Weibull foi próximo de 10 para todos os grupos, exceto o grupo 2, que foi igual a 6,6. A rugosidade (R_a) foi maior nos grupos VBA e G. A RU do vidro bioativo como tratamento de superfície apresentou excelentes resultados, mas a sua longevidade no interior da cavidade bucal ainda é desconhecida. Investigações sobre o desempenho deste material a longo prazo são necessárias.

Palavras-chave: Zircônia. Condicionamento da superfície. Cisalhamento.

Antunes DP. Bond strength of resin cements in Y-TZP ceramic surface after application of glass ceramic film [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2014.

ABSTRACT

The bond strength of resin cements Panavia F (P) (Kuraray) and RelyX U200 (R) (3M ESPE) to zirconia using three different surface treatments: 1 - tribochemical silicatization (ST); 2 - glaze (G) 3 - bioactive glass (VBA) was compared. Blocks of ZirKonzahn system were cut producing 90 smaller blocks (5 x 4 x 3 mm). The blocks were polished with water fine-grained 1000 and 1200 sandpaper in Politriz and cleaned with 96% isopropyl alcohol for 5 min. The Rocatec Soft was etched with 2.8 bar, in a perpendicular way and a distance of 10 mm for 25 s in a circular motion. The Akyzent Glaze Spray was sprayed by 2s and then sintered in oven Vacumat (Vita) according to manufacturer's recommendations. After application of 1 drop of bioactive glass, the material was dried and sintered at 1200 °C. In all groups was applied silane coupling agent Monobond- S (Ivoclar Vivadent). In groups 3, 4, 5 and 6 the surface was first etched with 5% hydrofluoric acid (HF) and then silanized. The cementing was carried out with a device (Ultradent), producing cured cement cylinders of 2 x 1mm. After 24 h the specimens were aged in thermocycler with 5,000 cycles at a temperature of 5 and 55 °C and subjected to microshear test on Shear Bond Tester (Bisco). VBA was analyzed by means of DTA, XRD and EDS. Optical profilometry (PO) was performed to obtain roughness. After fracture the samples were analyzed through SEM. It was found that XRD revealed the formation of a glass ceramic film. DTA shows that the temperature of 1200 °C is the most suitable for sintering. DRX showed the formation of a glass ceramic film. According to ANOVA, the interaction effect was significant ($p = 0.003 < 0.05$). The test for multiple comparison of means, Tukey (5%) showed that the TBS (MPa) for VBA were significantly higher than the other groups (with 26.94 ± 3.50 to P and 28.36 ± 3.32 to R), regardless cement kind used. The lowest result was found in group 2 (ST vs. R) with 17.68 ± 3.09 , which was statistically different from the other groups. The module parameter Weibull was close to 10 for all groups except group 2, which was equal to 6.6. The roughness (Ra) was higher in VBA and G. RU groups as the bioactive glass surface treatment showed good results, but

its longevity within the oral cavity is still unknown. Investigations about the performance of this material are necessary.

Keywords: Zirconia. Surface conditioning. Shear.

1 INTRODUÇÃO

A Zircônia começou a ser utilizada na Odontologia como alternativa para substituir as estruturas metálicas das próteses e por apresentar alta resistência, melhores propriedades estéticas e biológicas (Heikkinen et al., 2007; Smith et al., 2011). O uso de Y-TZP como reforço de cerâmicas melhorou significativamente suas aplicações, possibilitando seu uso em diversas situações clínicas (Amaral et al., 2008). Os métodos tradicionais para tratamento da superfície das cerâmicas ácido sensíveis em superfície de Y-TZP tem sido verificados como ineficazes visto que sua ação ocorre sobre a matriz vítrea, praticamente inexistente nestas cerâmicas (Della Bona, 2005; Perdigão et al., 2013).

O sistema Zirkonzahn (Zirkonzahn, Tirol, Itália) é composto por blocos de dióxido de zircônio estabilizado por ítria ($95\% \text{ZrO}_2 + 5\% \text{Y}_2\text{O}_3$) e apresenta elevada dureza e resistência (Hjerppe et al., 2009). Esse sistema divide-se em 2 grupos: translúcido, que pode ser usado para confecção de coroas anteriores e, opaco, indicado para coppings e infraestruturas de próteses fixas, segundo o fabricante. A translucidez da zircônia apresenta características semelhantes às da dentição natural, tornando o sorriso mais harmonioso e belo. A sua opacidade é útil em situações clínicas adversas, por exemplo, para mascarar pilares de dentes discrômicos (McLaren, Giordano, 2005).

A silicatização triboquímica, que é o jateamento de óxido de alumínio (JOA) com partículas revestidas por sílica, aumenta a RU das cerâmicas (Perdigão et al., 2013; Román-Rodríguez et al., 2013). Diversos estudos que investigaram a RU e a durabilidade dos mesmos diante de diferentes tratamentos de superfície às cerâmicas de alta resistência observaram que a abrasão do ar, que é o método mais

comumente utilizado, e o uso de cimentos resinosos com MDP resulta em alta e durável resistência de união (Wolff et al., 2007; Valandro et al., 2008; Kitayama et al., 2010).

Uma técnica que tem sido recentemente testada para modificar a superfície da cerâmica de Y-TZP é a vitrificação, no qual há formação de um filme com óxidos de silício, que pode ser seletivamente condicionado ou totalmente removido, para tornar a superfície microrretentiva e reativa quimicamente (Kitayama et al., 2009; Piascik et al., 2009; Ntala et al., 2010). O Glaze Spray Akyzent (VITA) é um produto utilizado no acabamento da cerâmica de cobertura e foi desenvolvido comercialmente na forma em spray para ser usado pelo técnico do laboratório de prótese e pelo Cirurgião-Dentista, para tornar mais rápida a produtividade e ter melhor controle sobre o processo de glaze. Ao pulverizar este produto, cria-se uma camada mais fina e mais padronizada comparada à técnica do pincel (pó+líquido), além de economia de tempo. Esse spray pode ser utilizado para modificar a superfície da cerâmica de Y-TZP, porque forma um filme (vítreo ou vitrocerâmico) que pode ser condicionado, com o objetivo de aumentar a resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso (Vanderlei et al., 2014).

O vidro bioativo (VBA) de composição $x\text{SiO}_2\text{-}y\text{CaO-zP}_2\text{O}_5$ é um biomaterial que gera uma resposta biológica específica na sua interface resultando na união entre os tecidos humanos e este material (Froum et al., 2002; Kokubo, Takadama, 2006; Chevalier, Gremillard, 2009; Kaur et al., 2013). O VBA foi clinicamente aprovado para o uso tanto na forma densa, para confecção de próteses de ouvido médio, alvéolos pós-extração (Wilson et al., 1993) como na forma particulada, no tratamento de defeitos ósseos periodontais (Hench et al., 1971). Outros relatos clínicos e histológicos indicaram o VBA como um material promissor, demonstrando que se trata de um material com excelente bioatividade e biocompatibilidade (Schepers et al., 1991).

Em 1971, algumas cerâmicas foram denominadas cerâmicas de vidro bioativo por serem ricas em SiO_2 (Hench et al., 1971). As cerâmicas vítreas foram idealizadas inicialmente a partir do desenvolvimento do VBA. A interação desse vidro com metais ou cerâmicas reforçadas foi aperfeiçoada com o tempo (Höland et al., 2006). Em 1974 Hench e Paschall descreveram o mecanismo de união histoquímica entre as cerâmicas de VBA e o tecido ósseo: após o contato com os fluidos teciduais há uma troca de íons na superfície do VBA, formando uma camada de gel rica em sílica na superfície do material. Essa camada acelular, que também contém íons cálcio e fosfato, é biologicamente ativa e forma uma interface de união do osso com as partículas de VBA.

A união químico-mecânica aumenta de forma considerável a adesão da restauração no preparo cavitário (Blatz et al., 2003) e a efetividade deste procedimento restaurador está diretamente relacionada ao tipo de cimento (Armstrong et al., 2010). Os cimentos resinosos são recomendados para todos os tipos de restaurações cerâmicas e asseguram um relativo sucesso clínico (Valandro et al., 2008; Subaşı, Inan, 2014). Este sucesso depende, a longo prazo, do tipo do cimento resinoso com sua respectiva composição e técnica de uso (Manicone et al., 2007), espessura da linha de cimento formada (Pereira et al., 2012), sua resistência químico-mecânica e durabilidade de adesão (Oyague et al., 2009) além de outros fatores, tais como a adaptação da restauração (Vanderlei et al., 2014), a resistência do material restaurador, a quantidade de remanescente dental e o pré-tratamento realizado na superfície da cerâmica utilizada (Román-Rodríguez et al., 2013).

Quando as restaurações indiretas são cimentadas clinicamente, ficam expostas a condições adversas. O envelhecimento artificial pode ser realizado para simular as situações do uso das restaurações no ambiente bucal. A simulação da utilização clínica é realizada em máquina cicladora, com variação térmica pré-estabelecida

(Marinho, 2012), baseada em estudos realizados in vivo.

Para verificar a eficácia do VBA e testar a hipótese de que os tratamentos de superfície apresentariam valores semelhantes independentemente do cimento utilizado, foi realizado estudo laboratorial para verificar, comparativamente, o desempenho no teste de cisalhamento, de 2 cimentos resinosos e 3 tratamentos de superfície após a ciclagem térmica, para obtenção de valores mais próximos da realidade clínica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Blatz et al., 2003 revisaram artigos publicados entre 1966 e 2001 relacionados a adesão resinosa em materiais cerâmicos. Descreveram que continuamente tem sido aprimoradas as propriedades ópticas dos materiais cerâmicos, oferecendo restaurações altamente estéticas. A cimentação resinosa da cerâmica às estruturas dentais é exigida ao utilizar alguns materiais cerâmicos e em certas situações clínicas, de modo a garantir longevidade clínica. O procedimento restaurador adesivo tem por objetivo associar as propriedades do material restaurador em uso, em razão da união química à estrutura dental, aproximando-se das condições ideais em termos funcionais e estéticos. Portanto, a união químico-mecânica aumenta consideravelmente a retenção e estabilidade da restauração ao preparo cavitário. Ainda que a adesão de cerâmicas à base de sílica seja bem pesquisada e documentada, há a necessidade de um maior número de estudos *in vitro* e ensaios clínicos controlados sobre a adesão de cerâmicas de alta resistência. A literatura disponível relata que a adesão a esses materiais é menos previsível e requer métodos substancialmente diferentes dos relatados para as cerâmicas a base de sílica.

Borges et al., 2003 avaliaram a topografia de 6 diferentes cerâmicas: IPS Empress, IPS Empress 2 (0,8 mm de espessura), Cergogold (0,7 mm de espessura), In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera (0,8 mm de espessura) após o condicionamento com ácido hidrófluídrico a 10% ou com JOA. Dividiu-se o estudo em 3 grupos: Grupo 1: amostras sem tratamentos de superfície (controle); Grupo 2: JOA com 50 µm e Grupo 3: amostras

tratadas com condicionamento de HF 10% (20 s para IPS Empress 2; 60 s para IPS Empress e Cergogold, e 2 min para o In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera). Para complementar a interpretação dos resultados, foi feita análise em Microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após análise dos resultados, observaram que JOA nas superfícies da In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e Procera não foi capaz de modificar as características morfológicas dessas superfícies, deixando-as semelhantes à superfície das amostras que não receberam tratamento superficial. Já IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold tiveram sua superfície morfológica alterada com Al_2O_3 e o condicionamento com HF produziu irregularidades na superfície. O grupo controle não apresentou irregulares evidentes. Tratamentos similares em In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera não mudaram suas microestruturas morfológicas. Concluiu-se que o condicionamento com HF 10% e o JOA aumentou as irregularidades nas superfícies de IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold e que ambos os tratamentos não alteraram a microestrutura morfológica nas superfícies de In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia e Procera. Este estudo mostrou que a eficiência do tratamento de superfície é dependente da composição das cerâmicas.

Para Janda et al., 2003 a retenção micromecânica e química gerada pelas técnicas de condicionamento com HF e silanização requerem que a cerâmica utilizada contenha essencialmente óxido de silício em sua composição. Devido a isso, os autores avaliaram um novo método de tratamento superficial com o objetivo de obter uma elevada RU entre a cerâmica e o cimento resinoso e de ser possível utilizar em diferentes materiais cerâmicos. As cerâmicas utilizadas foram a Empress II, InCeram Alumina, InCeram Zircônia e Frialit. Este novo método foi chamado de PyrosilPen – Technology (SurA Instruments, Germany) que é basicamente composto por uma pequena caneta de mão com chama jateadora contendo uma mistura de gás butano e silano. Os autores relatam que essa técnica apresenta facilidade de manuseio, menor

susceptibilidade a alterações e melhor custo/benefício. As cerâmicas testadas foram divididas em 3 grupos (1) jateada com PyrosilPen durante 2,5 s / cm²; (2) jateada com PyrosilPen durante 5 s / cm²; (3) jateada com PyrosilPen durante 10 s / cm². Após o ataque das superfícies cerâmicas pela chama foi aplicado o agente de união silano e posteriormente o cimento resinoso foi colado à resina composta. Os grupos foram termociclados 5000 x entre 5 °C e 55 °C e então submetidos ao ensaio de cisalhamento. O grupo com 5 s / cm²; apresentou os melhores resultados. Conclui-se que o PyrosilPen é um método de fácil aplicação e efetivo no tratamento da superfície de cerâmicas a base de silicato, óxido de alumínio e óxido de zircônia para se obter uma boa união entre a cerâmica e o cimento resinoso. No entanto, os autores recomendam o jateamento da superfície da cerâmica antes do uso do PyrosilPen.

.De acordo com Holand et al., 2006 as cerâmicas vítreas podem ser utilizadas como biomateriais em 2 diferentes campos: em primeiro lugar como materiais de elevada durabilidade em Odontologia Restauradora, tais como pontes fixas, facetas, coroas, *inlays* e em segundo lugar como materiais bioativos na área Médica, como por exemplo, substituição de tecido ósseo. Essas cerâmicas foram desenvolvidas inicialmente a partir do desenvolvimento dos vidros bioativos destinados a interações biológicas e sua interação com metais ou cerâmicas reforçadas foi aperfeiçoada com o tempo. Atualmente diversos tipos de cerâmicas vítreas, tais como aquelas com dissilicato de lítio, leucita e apatita, são baseadas em vidros bioativos, e a sua união com os óxidos de zircônio possibilita sua aplicação como cerâmica de recobrimento.

Segundo Oréfice et al., 2006 os biomateriais, como por exemplo os materiais cerâmicos, vidros e vitrocerâmicas, são compostos inorgânicos, não-metálicos, tipicamente duros, com altas temperaturas de fusão, baixa condutividade elétrica e térmica, boa estabilidade química e biocompatibilidade. As cerâmicas têm uma ampla faixa de aplicações, tais

como utilização para confecção de peças protéticas para substituição de estrutura dental perdida, utensílios domésticos, revestimentos, refratários, abrasivos, vidros em geral, componentes elétricos e magnéticos, etc. Na área médica o uso de cerâmicas também é abrangente, sendo comumente usado em lentes para óculos, fibras óticas para endoscopia e mais recentemente como material de implante e regeneração. Os autores diferenciam cerâmicas cristalinas, vitreas e vitrocerâmicas, relatando que materiais cerâmicos cristalinos são fabricados em uma forma específica através da preparação de uma mistura, a partir da matéria prima na forma de pó ou grânulos, que são posteriormente ligados através de um tratamento térmico. No caso de produtos vítreos, o processo de fabricação envolve a obtenção de um líquido e tratamento térmico seguido do resfriamento até uma temperatura em que um líquido de viscosidade apropriada é conformado e o produto obtido é então resfriado de forma controlada. Uma terceira classe de cerâmicas pode ser obtida a partir do produto vítreo, as vitrocerâmicas. Neste caso a peça com a estrutura vítrea é submetida a um tratamento térmico em que ocorre a cristalização controlada e resfriamento em temperatura ambiente, sendo o produto final uma dispersão de uma ou mais fases cristalinas numa matriz vítrea. Com relação ao comportamento mecânico das cerâmicas, as mesmas apresentam propriedades mecânicas distintas de outros materiais, em grande parte reflexo do tipo de ligação química existente e das características estruturais.

Aboushelib et al., 2007, avaliaram a resistência de união e a durabilidade entre os cimentos resinosos e uma cerâmica de Y-TZP utilizando uma nova técnica de tratamento de superfície. Setenta e dois discos de Y-TZP (Cercon Base; DeguDent) (19,5 mm x 3 mm) foram confeccionados e divididos aleatoriamente em 4 grupos (n = 18). Três grupos receberam tratamento superficial com JOA com partículas de tamanho 110 µm. O outro grupo teve a superfície da cerâmica recoberta com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1%

de Rb, 1% de Mg e o restante de O₂). Para a sinterização, os espécimes foram aquecidos até 750 °C, resfriados até 650°C por 1 min (60 °C / min.), reaquecidos até 750 °C por 1 min (60 °C / min) e finalmente resfriados em temperatura ambiente. Os espécimes foram condicionados com HF 5% por 15 min. Três cimentos resinosos (Panavia F, RelyX ARC e Bistite II DC) foram usados para unir as amostras de zircônia aos discos de resina composta (Filtek Z250). O tratamento de superfície em que foi utilizado o recobrimento com vidro recebeu apenas cimentação com Panavia F. As amostras foram cortadas em microbarras (6 x 1 x 1 mm), e ensaiadas no teste de microtração imediatamente, após 1 semana, 2 semanas, 3 semanas e após 1 mês de armazenamento em água destilada a 37 °C. Foi utilizado o MEV para examinar as microbarras fraturadas. Adicionalmente foi realizado o teste de resistência à flexão de 4 pontos para analisar a influência desses tratamentos de superfície na estrutura da cerâmica Y-TZP. Após envelhecimento, não houve diferença entre os 2 tipos de tratamentos de superfície estudados. Houve diferença significativa na resistência de união entre os grupos estudados ($p < 0,001$). As amostras jateadas cimentadas com Panavia F, RelyX ARC, ou II DC Bistite resultaram em uma média (desvio padrão) de resistência de união de 23,3 (2,4), 33,4 (2,1), 31,3 (2,8) MPa, respectivamente, enquanto a maior resistência de união de 49,8 (2,7) MPa foi obtida para as amostras em que foi realizado o recobrimento com vidro e cimentada com Panavia F. Houve uma interação significativa entre o tempo de armazenamento em água e a técnica de colagem ($p < 0,001$), com redução nos valores de RU com o tempo, exceto para as amostras cimentadas com Panavia F (recoberta com vidro). Além disso, o modo de falha observado foi essencialmente do tipo coesiva quando foi realizado o recobrimento com vidro da superfície da cerâmica, em contraste com os outros grupos, que mostraram predominantemente falha adesiva. O recobrimento de vidro na superfície cerâmica apresentou melhor resistência de união em comparação com o jateamento, demonstrando

ser um método confiável para estabelecer uma união forte e durável com materiais à base de zircônia.

Heikkinen et al., 2007 estudaram o efeito da quantidade de pressão de ar do método de silicatização na resistência ao cisalhamento da resina composta aos substratos cerâmicos. Cerâmicas à base de alumina (Procera Alumina, Nobel Biocare) e zircônia (LAVA; 3M ESPE e Procera Zircônia, Nobel Biocare) passaram por ST (Cojet; 3M ESPE) usando as pressões de ar disponíveis clinicamente de 150, 220, 300 e 450 KPa. As superfícies receberam aplicação do agente de união silano (ESPE Sil; 3M ESPE) e do adesivo (Scotchbond Multiuso, 3M ESPE). Incrementos de resina composta (Z250, 3M ESPE) foram adicionados sobre a cerâmica. Os corpos de prova foram divididos em 4 grupos ($n = 18$ / grupo), foram termociclados ($6000 \times$, $5-55^\circ\text{C}$) e a RU no ensaio de cisalhamento foi realizada com velocidade constante de $1,0 \text{ mm/min}$. As superfícies fraturadas foram analisadas em MEV, e uma análise elementar (EDS) foi realizada para determinar a quantidade de sílica na superfície do substrato, que apresentou constante quantidade de sílica ou mesmo um decréscimo nas superfícies da zircônia LAVA quando a pressão do ar foi aumentada. O teste Weibull foi usado para analisar as probabilidades de fratura entre a resina composta e o material cerâmico com a tensão aplicada no ensaio de cisalhamento. Observou-se através do ensaio de cisalhamento que os maiores valores de resistência foram obtidos para os maiores valores de pressão de ar. O teste de ANOVA mostrou diferenças significativas na resistência de união entre as cerâmicas ($p < 0,05$) e entre as amostras tratadas em diferentes pressões de ar ($p < 0,05$). Concluiu-se que a pressão do ar dos aparelhos para silicatização pode ter um efeito significativo na resistência de união à cerâmicas não condicionáveis.

Manicone et al., 2007 revisaram a literatura sobre as propriedades básicas e aplicações clínicas das cerâmicas à base de zircônia. Apesar de o ideal ser analisar estudos clínicos, biológicos e

mecânicos à longo prazo, os estudos utilizados nesta revisão conduziram os autores a concluir que a zircônia tem uma boa confiabilidade para uso odontológico, apresentando suficiente tolerância e resistência. Estudos que relatam a cimentação da zircônia, bem como os procedimentos de envelhecimento e desgaste devem ser cuidadosamente e criticamente avaliados. A seleção dos pacientes, juntamente com os protocolos clínicos técnicos adequados são fundamentais para a obtenção de um bom desempenho desses materiais.

Segundo Temenoff e Mikos (2008) biomateriais envolvem as áreas da Biologia Básica, Medicina, Engenharia e seu uso aumentou significativamente a partir da 2ª Guerra Mundial. Biomaterial é um material que faz uma interação biológica, a fim de tratar ou substituir qualquer tecido, órgão, ou função no corpo. Os biomateriais tem sido processados com o objetivo de desenvolver alterações apenas na superfície ou nas propriedades químicas de um material ou tecido, sem alterar as suas propriedades. A composição química de um biomaterial revela as suas propriedades e também a composição química da superfície a ser tratada que irá determinar a resposta biológica do biomaterial.

Casucci et al., 2009 avaliaram o efeito de diferentes tratamentos químicos e mecânicos na superfície da cerâmica zircônia. Dividiu-se o estudo em 4 grupos experimentais: (1) ST com partículas de 125 μm por 10 s; (2) condicionamento ácido com HF 9,5% por 90 s; (3) técnica de condicionamento e infiltração seletiva; (4) solução quente com HCl experimental aplicada por 10, 30 e 60 min; (5) controle. A microscopia de força atômica na superfície da zircônia registrou médias da rugosidade da superfície do substrato. Os dados foram analisados estatisticamente pelo teste de Kruskal-Wallis, ANOVA e Mann-Whitney ($\alpha = 0,05$). Os tratamentos de superfície de cerâmica influenciaram significativamente a topografia e rugosidade da superfície ($p < 0,001$). O condicionamento da zircônia com a solução quente de HCl experimental,

e a técnica de SIE aumentaram a rugosidade da cerâmica e aumentaram a superfície disponível para adesão permitindo a formação de retenção micromecânica. Apesar dos bons resultados, os autores atentam para a necessidade de melhor compreensão da influência destes tipos de tratamentos de superfície na superfície da zircônia.

Hjerppe et al., 2009 avaliaram o efeito do tempo de sinterização nas propriedades mecânicas da zircônia y-tzp (ICE Zirkon, Zirkonzahn, Itália). Cinquenta e seis discos de zircônia foram divididos em 2 grupos. Discos do 1º grupo foram sinterizados de 20 °C a 1500 °C utilizando o tempo de aumento de temperatura de 3h e manutenção (patamar) a 1500 °C durante 2 h. Os discos do 2º grupo foram sinterizados de 20 °C a 1500 °C com tempo de aumento da temperatura de 1 h 40 min, e mantido a 1500 °C durante 1 h. Metade dos discos (n = 15) de ambos os grupos foram termociclados em água destilada por 20.000 ciclos (5 – 55 °C). A resistência à flexão biaxial dos discos (19 x 1,6 mm) foi medida de forma seca à temperatura ambiente. Difração de raios-x foi realizada para avaliar a relação entre as fases tetragonal e monoclinica nos discos termociclados. Não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) entre os grupos em termos de tempo de sinterização ou termociclagem. A resistência À flexão biaxial dos grupos variou a partir de 995 Mpa a 1127 MPa. A relativa quantidade de fase monoclinica foi superior quando a zircônia foi termociclada e armazenada na água em comparação com os discos do grupo controle, que não tinham qualquer fase monoclinica. A variação no tempo de sinterização de 1,6 h e 3,0 h não influenciou as propriedades mecânicas da zircônia Y-TZP.

Kitayama et al., 2009 cientes de que a ST pode ser menos efetiva para cerâmicas densamente sinterizadas em comparação com as infiltradas por vidro e que essa silicatização pode não cobrir uniformemente toda a superfície da restauração com sílica, elaboraram uma nova técnica para obtenção de adequada cobertura das

restaurações. Essa técnica, denominada “técnica de revestimento interno” (INT) consiste na fusão de uma cerâmica à base de sílica à superfície da zircônia, através da qual é possível também reparar gaps internos e marginais das restaurações. O propósito deste trabalho foi examinar a resistência à tração de 2 cimentos resinosos à cerâmica de zircônia pré-tratada com ou sem a técnica INT comparada com a cerâmica à base de sílica. Para isso, 56 espécimes de zircônia (Cercon Base) e 28 espécimes de cerâmica à base de sílica (GN-1 Ceramic Block) foram jateados utilizando alumina. Dividiu-se o estudo em 3 grupos: (1) Cercon Base + JOA com partículas de tamanho 70 μm (com pressão de 0,5 MPa, por 5 s e distância de 10 mm); (2) Cercon Base + JOA + INT (a superfície da zircônia foi coberta com uma camada de cerâmica à base de sílica (Cercon Ceram Kiss) de aproximadamente 100 μm , utilizando para padronização um dispositivo metálico e, após, realizando a sinterização; (3) GN-1 + JOA. As superfícies das cerâmicas foram condicionadas com ou sem agente silano e depois cimentadas com um dos dois cimentos resinosos: Panavia F e Superbond C & B. Após 24 h de armazenamento em água foi realizado o ensaio de tração. A análise do tipo de falha foi realizada em MEV. Houve diferença estatisticamente significativa para o cimento resinoso, substrato cerâmico e silanização. O teste ANOVA 2 - fatores revelou que a RU para o cimento Panavia F foi influenciada tanto pelo substrato cerâmico ($p = 0,018$) quanto pela silanização ($p < 0,001$). A RU do cimento SB foi influenciada pelo substrato cerâmico ($p = 0,004$) e silanização ($p < 0,001$). A silanização melhorou de forma significativa a resistência de união à GN- 1 e INT ($p < 0,05$). O revestimento INT seguido de silanização demonstrou aumento da RU à cerâmica zircônia.

Oyague et al., 2009 estudaram a durabilidade de união da zircônia com diferentes tipos de cimentos e tratamentos de superfície. Dezoito blocos de Cercon Zircônia (Dentsply, Germany) foram divididos em 3 grupos: (1) sem tratamento superficial; (2) JOA com partículas de 125 μm ; (3) JOA com partículas de 50 μm revestidas por sílica. Os blocos

foram cimentados em discos de resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent) com os seguintes cimentos: (1) Clearfil Esthetic Cement (CEC) (Kuraray); (2) Rely X Unicem (RXU) (3M ESPE); (3) Calibra (CAL) (Dentsply). Realizou-se microtração após 24 h e após 6 meses de armazenamento em água destilada a 37 °C. Os resultados no ensaio de microtração mostraram que após 24 h a RU do CEC foi significativamente maior que a do RXU e CAL, independentemente do tratamento superficial da cerâmica. Após 6 meses de armazenamento em água, a RU do CEC decresceu significativamente e o RXU não alterou sua RU com o decorrer do tempo de armazenagem. Concluíram que a durabilidade da união na interface resina-cerâmica depende da seleção do cimento associado ao tratamento de superfície. CEC e RXU foram ambos indicados para a cimentação de cerâmicas de zircônia, sendo o armazenamento em água uma parte importante na degradação da união entre cimento resinoso e cerâmica.

Piasek et al., 2009 desenvolveram um trabalho que teve foco em uma nova abordagem para tornar mais fácil e funcional o condicionamento da superfície de zircônia a fim de promover uma boa união química utilizando diferentes espessuras de camadas de óxido de sílica (Si_xO_y) e utilizando silanos e cimentos tradicionais. O tratamento proposto utiliza a deposição à plasma do tetracloreto de sílica (SiCl_4) com a água (H_2O). O resultado dessa reação cria uma camada de óxido de sílica (Si_xO_y) e HCl como subproduto na superfície da cerâmica. Blocos pré-sinterizados de zircônia (ZirCAD, Ivoclar – Vivadent), porcelana preenchida com leucita (ProCAD, Ivoclar – Vivadent) (controle) e resina composta (AELITE) foram colados a um bloco de resina composta de dimensões semelhantes utilizando técnicas de acordo com as normas dos fabricantes. As amostras foram divididas em 6 grupos: (1) controle, ProCad + HF 9,6% + silano (Porcelain Primer) + adesivo (One-Step Plus) + cimento C&B; (2) ZirCad + silano; (3) ZirCad + CoJet + silano; (4) ZirCad + Si_xO_y 2,6 nm + silano; (5) ZirCad + Si_xO_y 23nm + silano; (6)

barras de resina. Os blocos de zircônia, porcelana e resina sofreram deposição de Si_xO_y sob duas condições diferentes antes da colagem: 2,6 nm e 23 nm. A espessura de 2,6 nm foi obtida através de uma única deposição e a espessura de 23 nm foi obtida pelo aumento do número dos ciclos de deposição. Palitos para microtração foram preparados e ensaiados na EMIC à uma velocidade de 1mm/min e microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para analisar superfícies de fratura e determinar o modo de falha: coesiva (parcial ou completa falha de coesão dentro do composto) ou falha adesiva (parcial ou completa falha na adesão). Os resultados dos testes de microtração revelaram que a cerâmica zircônia com camada fina de 2,6 nm de óxido de sílica foi semelhante em resistência ao grupo de porcelana feldspática (controle). Com apenas 2,6 nm de sílica produziu-se RU em microtração de 23,2 MPa. A deposição de uma camada com espessura de 23 nm produziu RU de 16,2 MPa. Os outros grupos testados apresentaram baixos valores de resistência e características de falha adesiva. Os resultados deste trabalho mostraram que a deposição à plasma de uma camada ultra-fina de óxido de sílica com o uso de tetracloreto de sílica pode melhorar a adesão da zircônia usando técnicas de cimentação tradicionais, pois apresentou resultados similares ao tratamento convencional para porcelanas.

Matiello et al., 2010 avaliou a resistência de união, por ensaio de microtração e microscopia eletrônica de varredura, do cimento resinoso Panavia F à superfície de cerâmica reforçada por Zircônia (VITA In Ceram Zircônia Y-TZP) variando o método de tratamento superficial da mesma: jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (Sistema Rocatec) e aplicação de filme vitrocerâmico por deposição de VBA. Três blocos pré-sinterizados da cerâmica In-Ceram Zircônia Y-TZP foram seccionados em máquina de corte (Isomet 1000) produzindo espécimes com 5 x 6 x 6 mm, que foram polidos em lixas d'água de granulação de até 1200. Nas mesmas dimensões foram produzidos

blocos da resina Filtek Z-350 (3M / ESPE), os quais foram cimentados com Panavia F nos blocos cerâmicos após os tratamentos: grupo 1- jateamento com Al_2O_3 de 110 μm , silicatização com sistema Rocatec e silanização; grupo 2- deposição do filme vitrocerâmico e silanização. Os blocos cimentados foram armazenados em solução salina (NaCl 0,9%) a 37 °C durante 7 dias, sendo então fatiados em máquina de corte para produzir palitos com área adesiva de aproximadamente 0,6 mm² e testados sob tração em máquina de ensaios universais (Kratos) com velocidade constante de 0,5 mm/min. As amostras fraturadas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura. Os dados coletados foram analisados pelo teste T de Student, demonstrando que o grupo 2 apresentou resistência de união ($26,1 \pm 4,9$) estatisticamente superior ao grupo 1 ($13,3 \pm 6,8$), com $p = 0,001$. A análise em MEV demonstrou predominância de falhas adesivas entre o cimento e a cerâmica para o grupo 1 e falhas adesivas, mistas e coesivas no grupo 2. A resistência adesiva a microtração mediante aplicação do filme vitrocerâmico é estatisticamente superior ao uso do método de silicatização Rocatec, estando este fato correlacionado a melhor interação química mediada pelo processo de silanização comum na superfície da Zircônia modificada pelo filme vitrocerâmico. A aplicação do filme parece ser eficiente, devendo ser mais profundamente pesquisada para resultados definitivos.

Ntala et al. (2010), desenvolveram 4 diferentes glazes (pó + líquido) tentando melhorar a adesão da cerâmica zircônia a um cimento resinoso. Discos de zircônia ZS-Blanks (Kavo, Everest) com 16 mm x 1 mm foram submetidas a jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50 μm por 13 s e uma distância de 10 mm. Os espécimes foram divididos em 5 grupos de acordo com o tratamento de superfície: (1) Controle- jateado com partículas de óxido de alumínio 50 μm ; (2) Hidroxiapatita (10 wt%) com P25 glaze (90%) e ácido fosfórico 37% (60 s); (3) IPS Empress 2 glass–ceramic (20%) com IPS e.max Ceram glaze (80%) + HF 5% (120 s); (4) IPS Empress 2 glass (20%) misturado com

IPS e.max Ceram glaze (80%); (5) IPS Empress 2 glass (30%) com IPS e.max Ceram glaze (70 wt%). A espessura da camada de glaze foi verificada com auxílio de um micrômetro. Após a sinterização, foi aplicada uma camada de Monobond-S e realizada a cimentação utilizando cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar-Vivadent) de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram armazenados em água durante 7 dias. Os grupos foram testados através do ensaio de cisalhamento a 0,5 mm / min. A cinética da cristalização do pó de Empress 2 glass foi investigada através de DTA (STA 1500, Rheometric Scientific). A cristalização do pó de Empress 2 glass e os materiais experimentais foram também avaliada por DRX usando um X'Pert Pro X-ray diffractometer (Panalytical, The Netherlands). DTA mostrou a presença de picos exotérmicos a 795 °C e DRX confirmou a sua cristalização. As fases de cristalização foram validadas usando o X'Pert High-Score software (Panalytical) em conjunto com o arquivo de dados ICDD. O glaze P25 e IPS e.max Ceram Glaze mostraram fase amorfa de acordo com os arquivos do software. A média (DP) ao cisalhamento (MPa) dos grupos testados foram: Grupo 1: 7,7 (3,2), Grupo 2: 5,6 (1,7); Grupo 3: 11,0 (3,0), Grupo 4: 8,8 (2,6) e Grupo 5: 9,1 (2,6). O grupo 3 foi significativamente diferente do grupo controle. Não houve diferença significativa nos valores médios da resistência de união ao cisalhamento entre o Grupo 1 e os Grupos 2, 4 e 5. O grupo 2 mostrou resistência de união ao cisalhamento estatisticamente menor que os Grupos 3-5. A aplicação de um novo glaze contendo dissilicato de lítio pode ser um material promissor para aumentar a resistência de união da zircônia a um cimento resinoso. A infiltração de vidro na zircônia resultou em uma camada de vidro residual na superfície exterior de 50nm e resistência melhorada. Os autores sugerem que a utilização de um aerossol para aplicar o glaze antes da sinterização poderia fornecer uma superfície fina, consistente e uniforme de glaze na superfície da restauração.

Scherrer et al., 2010, em uma revisão de literatura coletou os dados, dos últimos 10 anos, de seis adesivos dentinários obtidos com quatro ensaios (cisalhamento, microcisalhamento, tração e microtração) e analisou a média de RU, coeficiente de variação e modo de falha dos produtos. Os adesivos selecionados foram: de três passos (Optibond FL, Scotch Bond Multi-Purpose Plus), dois passos (Prime & Bond NT, Single Bond, Clearfil SE Bond) e um passo (Adper Prompt L Pop). Analisando os resultados dos 147 artigos consultados, verificaram uma alta dispersão dos resultados nos dados de RU independentemente do adesivo e do teste utilizado. O coeficiente de variação permaneceu elevado (20-50%) mesmo com o teste de microtração. O modo de falha para todos os ensaios ainda incluiu um alto número de falhas coesivas. A dispersão dos resultados com relação ao teste utilizado foi confirmada pela análise de elementos finitos que previu a distribuição de tensão de forma não uniforme devido às propriedades geométricas e de carregamento dos materiais e das variáveis de preparo das amostras. Isto reabre o questionamento de que o mecanismo de fratura da interface para analisar a união dentina-adesivo não é o mais apropriado para obter um consenso entre os artigos de resistência de união à dentina e que a comparação desses testes deve ser realizada entre metodologias muito semelhantes.

Smith et al., 2011 compararam a resistência à microtração de uma cerâmica à base de zircônia através do tratamento de superfície desenvolvido por Piascik et al. (2009), no qual utiliza a deposição à plasma do tetracloreto de silício (SiCl_4) com a água (H_2O) para formar uma camada de óxido de silício (Si_xO_y). Confeccionou-se 6 grupos : 1) porcelana (ProCAD, Ivoclar – Vivadent) (controle) + HF a 5% + silano (Monobond-S, Ivoclar Vivadent); 2) zircônia (Lava, 3M ESPE) + ST (Cojet) + silano; 3) zircônia + primer modificado por ácido fosfórico (Metal/Zirconia Primer, Ivoclar Vivadent); 4) zircônia + novo método com camada de 3,2 nm de sílica + silano; 5) zircônia + novo método com camada de 5,8 nm de sílica + silano e 6) zircônia + novo método com

camada de 30,4 nm de sílica + silano. Blocos das cerâmicas foram unidos aos da resina composta (Herculite XRV, Kerr Corporation) através do cimento Clearfil Esthetic Cement (Kuraray). Os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37 °C por 24 h e então cortados para obtenção dos palitos (n = 8 / grupo). A RU foi obtida em máquina de teste universal Instron (Model 8841, Canton, MA, USA) imediatamente após o corte dos palitos e após 1, 3 e 6 meses de armazenamento em água destilada a 37 °C. Amostras fraturadas foram analisadas em um estereomicroscópio (SMZ-140, VWR International) e em um MEV (SEM – Quanta 200, FEI). Espectroscopia de energia dispersiva (EDS – INCA x-sight, Oxford Instruments) foi realizada para determinar a composição dos elementos na superfície fraturada dos espécimes a fim de contribuir para determinar o modo de falha. A análise estatística com os testes ANOVA e Tukey mostrou que apenas o grupo 4, com 3,2 nm camada de sílica apresentou similar resistência de união em comparação com a porcelana, em todos os tempos, corroborando com Piascik et al., 2009. As demais espessuras de camada de sílica apresentaram menores resultados. Após 1 mês, o grupo 1 (porcelana) apresentou significativamente maior média de resistência de união em relação aos demais grupos. Após 3 meses, a média da resistência dos grupos 1 (porcelana), 2 (zircônia + Cojet) e 4 (zircônia + 3,2 nm de camada de sílica) foram significativamente maiores em relação aos outros grupos e não houve diferença estatisticamente significativa entre si. Após 6 meses, o grupo 2 (Cojet) apresentou resistência de união similar ao grupo 1 (porcelana). Após 6 meses, a deposição da camada de sílica resultou em similar ou superior resistência de união ao comparar com a ST (que é uma silicatização convencional) e com os demais grupos, porém menor resistência de união ao comparar com o grupo da porcelana tratada com silano.

Subasi e Inan (2014) avaliaram as alterações superficiais na cerâmica à base de zircônia estabilizada por Y-TZP (VITA In Ceram YZ for Inlab; Bad Sackingen, Germany) em diferentes

tratamentos de superfície e pesquisaram a influência do tratamento de superfície e seleção do cimento na ligação à zircônia após envelhecimento. Os tratamentos foram divididos em 5 grupos ($n = 31$), com base no tratamento de superfície, a saber: 1) controle; 2) JOA com partículas de $110\text{ }\mu\text{m}$; 3) silicatização (Cojet) ; 4) laser (Er: YAG) ; 5) JOA com partículas de $110\text{ }\mu\text{m}$ + laser (Er: YAG). Após o tratamento da superfície, a rugosidade da superfície foi avaliada por um perfilômetro. As análises no MEV foram realizadas em uma amostra de cada grupo. Cilindros de resina composta foram ligados à cerâmica condicionada utilizando Rely X U100, Clearfil Esthetic Cement e Panavia F ($n = 10$). Após 24 h, as amostras foram submetidas a ciclos térmicos (6.000 x) e, em seguida, ao ensaio de resistência ao cisalhamento. Os valores de rugosidade foram analisados através de testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney e as forças de ligação foram analisadas por análise ANOVA two-way e teste de Duncan. A relação entre a rugosidade e a resistência da ligação foi determinada por análises de correlação de Spearman. As amostras submetidas a tratamentos superficiais apresentaram-se mais rugosas do que as do grupo controle ($p < 0,000$). No entanto, não houve diferenças significativas entre a abrasão do ar (grupo 2) e a abrasão do ar + laser (grupo 5) e também não houve diferença entre a silicatização (grupo 3) e o grupo de laser (grupo 4). As amostras tratadas com laser mostraram resistência de união menores, independentemente do cimento resinoso utilizado. Os cimentos Clearfil Esthetic Cement e Panavia F mostraram resistência de união superior ao cimento Rely X U100. Não foi observada relação significativa entre a rugosidade e resistência de união. Os resultados deste estudo mostraram que todos os tratamentos de superfície, com exceção para a irradiação à laser, são adequados para o tratamento de superfície de cerâmica à base de zircônia. A seleção do cimento mostrou ser mais importante do que o tratamento de superfície, e os cimentos resinosos contendo MDP foram adequados para cimentação de cerâmica à base de zircônia.

Baldea em 2013 avaliou, através de dentes de molares humanos, a força retentiva de 2 cimentos autoadesivos usados para cimentação de pinos de fibra de vidro em canais radiculares. Os pinos Rely X Fiber Posts # 3 (3M ESPE) foram cimentados com fina camada de Rely X U200 (3M ESPE) (n = 10) e Maxcem Elite (Kerr Corporation) (n = 10). A média dos valores do push out de cada grupo e região radicular (cervical, média e apical) foram calculadas. Os testes ANOVA e Tukey ($p < 0,05$) mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos estudados, apesar do RelyX U200 apresentar maior força de união ($8,23 \pm 4,46$ MPa) quando comparado ao Maxcem Elite ($6,52 \pm 3,68$ MPa). Os modos de falha foram analisados com microscopia ótica e MEV. Houve maior frequência de falhas adesivas (60%) na interface cimento resinoso – dentina. Diferenças estatisticamente significantes foram observadas entre as regiões apical e cervical.

Jones (2013) revisou a literatura sobre a importância dos tipos de vidro bioativo e suas aplicações clínicas. Relata que ao comparar o VBA com as biocerâmicas, o VBA tem maior capacidade de estimular a regeneração óssea, porém as biocerâmicas tem maior sucesso comercial. Pesquisas sobre o VBA estão aumentando na área da Medicina, Odontologia e Engenharia de tecidos e os pesquisadores estão conhecendo o potencial deste material. Apesar de que a maioria das melhores invenções aconteceram por acidente, isto não aconteceu com o VBA. Mas mesmo assim a sua invenção foi um conjunto curioso de eventos. O primeiro VBA foi inventado por Larry Hench na Universidade da Flórida, em 1969. Professor Hench começou seu trabalho na busca de um material que poderia ligar-se ao osso, após uma conversa com um coronel do Exército dos EUA. O coronel, tendo acabado de voltar da guerra do Vietnã, perguntou-lhe se materiais poderiam ser desenvolvidos para que pudessem sobreviver no corpo humano. Existia um problema a respeito dos materiais para implante disponíveis naquela época: os metais e polímeros desenvolvidos para serem bioinertes, formavam um

encapsulamento fibroso após o implante, em vez de formar uma interface ou uma ligação estável com tecidos. Larry Hench's 4S5S Bioglass® foi o primeiro material artificial desenvolvido para formar uma ligação química com o osso, dando início ao campo de biocerâmicas. Os estudos *in vivo* têm mostrado que o vínculo com o osso dos vidros bioativos ocorre mais rapidamente do que com outras biocerâmicas, e estudos *in vitro* indicam que suas propriedades osteogênicas são devido à dissolução de sua composição, estimulando células osteoprogenitoras a nível genético. No entanto, os fosfatos de cálcio, tais como fosfato tricálcico e hidroxiapatita sintética são mais amplamente utilizados clinicamente. Alguns motivos são comerciais, mas outros são devido às limitações científicas do Bioglass 4S5S original. Exemplificando, é muito difícil produzir modelos de Bioglass 4S5S porosos a fim de estimular regeneração óssea porque o material cristaliza durante a sinterização. Recentemente, este problema tem sido superado através de mais estudos na área e melhor compreensão de como ajustar o material para evitar a cristalização. Os problemas de sinterização também podem ser evitados por meio da síntese pelo processo sol-gel, em que a cadeia de sílica é formada em temperatura ambiente. Desenvolvimentos do processo de formação de espuma de preenchimento, fabricação de forma livre sólida e nanofibras tem agora permitido a produção de VBA poroso a partir de ambos os métodos de obtenção de vidros: processo sol-gel e processo fundido. Um material ideal para regeneração óssea deveria compartilhar carga com o osso. Biocerâmicas não são capazes de fazer isso quando o defeito ósseo é sujeito a cargas cíclicas, uma vez que elas são frágeis. Para superar isto, os polímeros de vidro bioativo híbridos estão sendo sintetizados para terem o potencial de serem rígidos e apresentar congruente degradação de componentes inorgânicos bioativos e polímeros. A chave para isso é a criação de uma rede de interpenetração em escala nanométrica, no qual os componentes orgânicos e inorgânicos realizam ligações covalentes entre si. Nanopartículas bioativas já podem

ser sintetizadas e seu destino provavelmente será como fazer sua internalização nas células.

Vanderlei et al., 2014 avaliaram, através do ensaio de cisalhamento, o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na resistência de união, durabilidade e discrepância marginal. Para os testes de RU, foram obtidos 144 corpos de prova da cerâmica VITA In-Ceram YZ for InLab (5,25 x 3,75 x 4,5 mm), que foram divididos em 6 grupos (n = 24), conforme o tratamento de superfície - G1: sem tratamento (controle); G2: jateamento com partículas de alumínio revestidas por sílica (CoJet - Sand, 3M ESPE); G3: vitrificação 1 (Glaze Spray Vita Akyzent) + condicionamento com HF a 9% por 1min; G4: vitrificação 1 (Glaze Spray Vita Akyzent) + silicatização; G5: vitrificação 2 (Glaze Vita Akyzent) + condicionamento com HF a 9% por 1min; G6: vitrificação 2 (Glaze Vita Akyzent) + silicatização. Após todos os tratamentos, as superfícies foram silanizadas por 5min (Espe-sil) e uma cartela de papel adesivo com formato quadrangular e com seu centro vazado com uma circunferência de 3 mm de diâmetro foi utilizada sobre a superfície cerâmica, para delimitar o acesso do cimento resinoso a superfície de cimentação. Com auxílio de uma matriz metálica (3 mm de diâmetro) o cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Japão) foi inserido e fotopolimerizado por 40 s. A matriz metálica foi removida e todas as superfícies foram cobertas com Oxyguard por 3min e cimentadas com Panavia F (Kuraray). Metade dos espécimes de cada tratamento (n = 12) foi ensaiada 24 h após cimentação (seco), a outra metade foi submetida à armazenagem em água destilada a 37 °C por 150 dias e submetida a termociclagem (TC) (12.000 x) e então realizado o ensaio de cisalhamento (1 mm / min). G7: G1 + TC; G8: G2 + TC; G9: G3 + TC; G10: G4 + TC; G11: G5 + TC; G12: G6 + TC. Superfícies tratadas foram analisadas por perfilometria óptica para obtenção dos valores de rugosidade. Análise em EDS foi realizada para determinar os elementos químicos presentes na superfície de cada grupo. Para a análise da

adaptação marginal foram confeccionadas 60 infraestruturas (adaptadas em um troquel metálico) nas quais foram realizados os mesmos tratamentos de superfície. Constatou-se que tanto na condição seco como na condição TC os grupos que receberam tratamento de superfície via vitrificação (vitrificação 1 e vitrificação 2) apresentaram mais alta Ra comparada ao grupo controle. As maiores discrepâncias marginais foram observadas nos grupos que receberam vitrificação comparados aos demais grupos. A espessura dos diferentes glazes após aplicação sobre a superfície da zircônia foram analisadas em perfilometria óptica digital. O Glaze Spray Vita Akyzent apresentou 10 μm de espessura e o Glaze Vita Akyzent apresentou 13 μm . O novo tratamento de superfície proposto modificou a morfologia da cerâmica Y-TZP, melhorando sua adesão ao cimento resinoso. A discrepância marginal aumentou com esse novo tratamento de superfície, no entanto ficou numa faixa de valor clinicamente aceitável.

Chintapalli et al., 2014 pesquisaram qual poderia ser o tamanho das partículas, a quantidade de pressão e o ângulo de incidência que poderia minimizar os defeitos causados pelo jateamento na superfície da zircônia. Em discos de cerâmica 3Y-TZP (Tosoh Co. Japan) (2x10 mm) foi realizado JOA com 2 diferentes tamanhos de partículas (110 e 250 μm), duas diferentes pressões (2 e 4 bar) e dois ângulos de impacto (30° e 90°). A rugosidade da superfície dos discos foram analisados após polimento e após o jateamento em um perfilômetro (Mitutoyo SV-300) e observou-se que a rugosidade diminuiu com ângulo de impacto de 90°. A força à flexão biaxial foi determinada utilizando um teste de 3 bolas em uma máquina de testes universais (Instron 8511). A superfície da cerâmica (polida ou jateada) foi submetida à tensão flexural biaxial com carga de 200 N. Os resultados foram analisados pelo módulo de Weibull. Para determinar a dureza da superfície e o módulo de elasticidade após jateamento, nanoindentações foram feitas na superfície e na secção transversal perto da superfície com um MTS Nanoindenter XP

equipado com um módulo CSM e uma ponta diamantada. A dureza da superfície e o módulo de elasticidade permaneceram os mesmos durante o teste e não diferiram do grupo controle (sem tratamento) Os autores encontraram que o jateamento com partículas de 110 μm , pressão menor que 4 bar e ângulo de 30° aumentou a força biaxial e não afetou o módulo de elasticidade, enquanto que com partículas de 250 μm e ângulo de 90° apresentou reduzida força biaxial.

3 PROPOSIÇÃO

a) Comparar a resistência de união, por ensaio de cisalhamento, de dois cimentos resinosos a uma cerâmica de Y-TZP nas seguintes condições:

I – recoberta por filme vitrocerâmico;

II – silicatizada com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica com $30\mu\text{m}$;

III – vitrificada com glaze em spray.

b) Caracterizar e analisar qualitativamente e morfologicamente a composição da superfície do filme vitrocerâmico aplicado sobre o substrato cerâmico.

c) Analisar quantitativamente e qualitativamente as superfícies de fratura, após ensaio de microcisalhamento.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material utilizado

No quadro 1 estão descritos os materiais que foram utilizados para a realização dos experimentos.

Quadro 1 - Material, marca comercial, fabricante, nº do lote e composição

Material	Marca comercial, Fabricante	nº do lote	Composição
Cerâmica de zircônia y-tzp	Zirkonzahn, Zirkonzahn, GmbH, Gais Itália	16788	ZrO ₂ ,Y ₂ O ₃
Agente Silano	Monobond S Ivoclar Vivadent, Barueri, Brasil	R71495	50% etanol, 1% 3-methacriloxipropiltrimetoxisilano
Ácido hidrofluorídrico 5%	Ceramic etching gel Ivoclar Vivadent, Liechtenstein	N39215	HF 5%
Cimento Resinoso	Relyx U200 3M ESPE, Seefeld, Alemanha	493880	Ácido 2-propenóico, monômeros fosfatados, metacrilato iniciadores, catalizadores, sílica com silano
Cimento Resinoso	Panavia F Kuraray, Tokyo, Japão	Base: 00255A Catalizadora: 00033 A	MDP, dimetacrilatos, sílica, canforoquinona, iniciadores, catalizadores
Glaze Spray	Akyzent. Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	26760	Isobutano, 2-propanol
Jateamento	Rocatec Soft, 3M ESPE,USA	419361	Al ₂ O ₃ revestido por Si

Na Figura 1 está representada a metodologia utilizada.

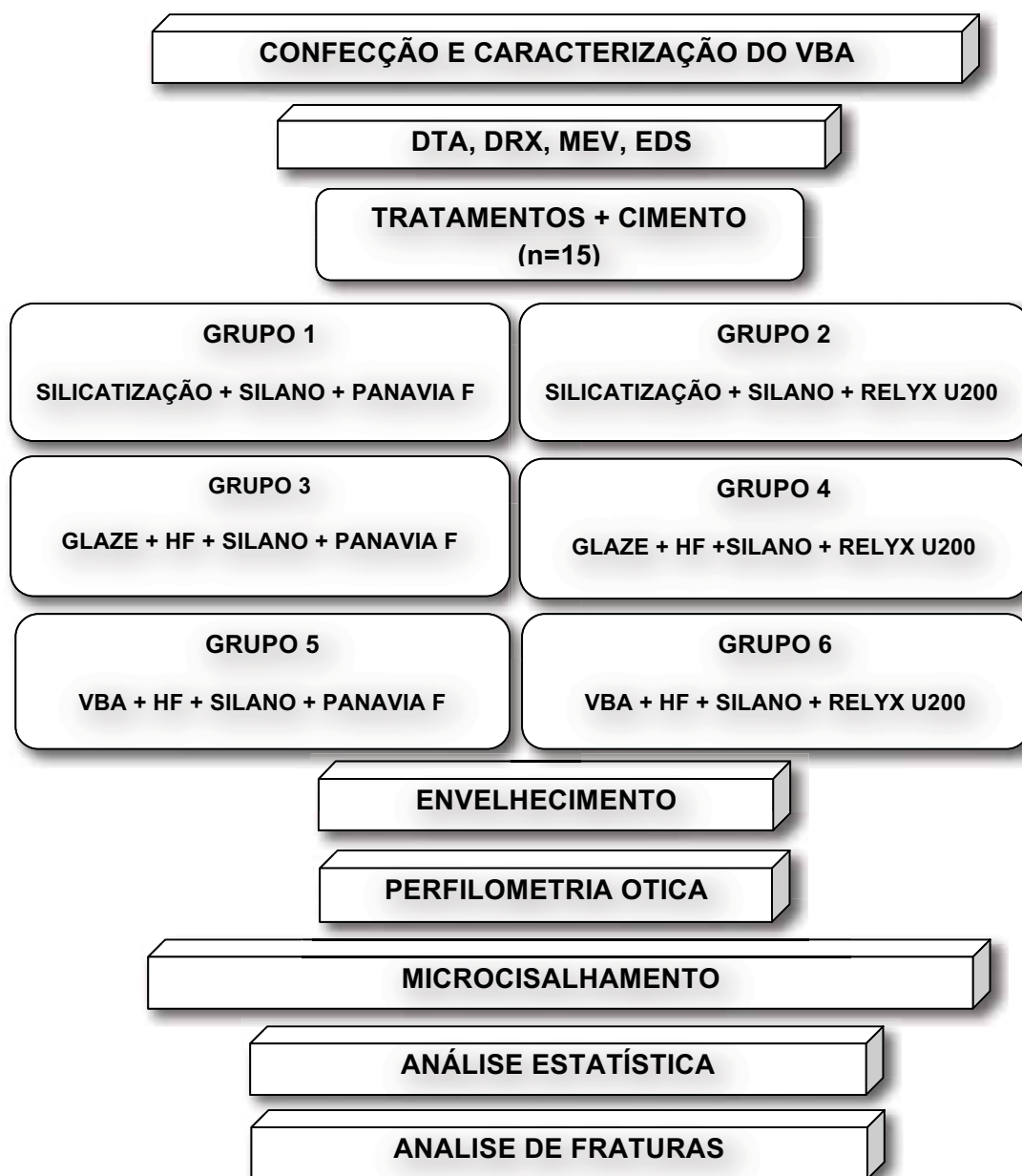


Figura 1 - Delineamento da Metodologia.

4.2 Preparo do vidro bioativo

Foi confeccionada uma suspensão coloidal estável com VBA de composição $x\text{SiO}_2\text{-}y\text{CaO-zP}_2\text{O}_5$ com 10 mL de propilenoglicol, colocados em um pote de nalgene (Nalgon, Itupeva, SP) juntamente com 50 g de esferas de zircônia tetragonal estabilizada por ítria de 10 mm de diâmetro e então o conjunto foi levado para moer em moinho de bolas.

4.3 Obtenção dos corpos de prova e divisão dos grupos

Blocos pré-sinterizados do sistema cerâmico Zirkonzahn (ZirkonzahnGmbH, Gais Itália) foram montados em máquina de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, IL, EUA) e seccionados de modo a produzir 90 blocos menores com dimensões de 5 x 4 x 3mm. Previamente à sinterização os blocos menores foram polidos em politriz (Panambra D-10, São Paulo, SP) com lixas d'água de granulação fina 1000 e 1200 (3M, St Paul, USA) e limpos em banho ultrassônico Digital Ultrasonic Cleaner (Hilsonic, Inglaterra) contendo álcool isopropílico a 96% durante 5 min. A sinterização foi realizada em forno Zyrcomat (Vita, Zahnfabrik, Alemanha), conforme ciclo de sinterização indicado pelo fabricante. Nesse processo, o volume total foi reduzido em aproximadamente 20% devido à contração tridimensional referente ao empacotamento dos óxidos durante o processo de crescimento dos grãos. Após o término dos ciclos de sinterização os blocos cerâmicos foram mantidos em temperatura ambiente, por 6 h para resfriamento e em seguida a superfície foi novamente regularizada com o uso de lixas de granulação fina 1000 e 1200. As amostras do grupo 1 e 2 foram incluídas em resina acrílica ativada quimicamente (Clássico, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil) com auxílio de um delineador e de uma fita dupla face em uma matriz metálica circular medindo 2,5 x 3 mm (Figura 2). Após a polimerização da resina acrílica, as amostras

foram limpas em banho ultrassônico contendo álcool isopropílico a 96% durante 5 min e então submetidas ao jateamento com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica. Os demais grupos receberam primeiramente o tratamento de superfície (pois é necessário colocar os blocos cerâmicos no forno para sinterização) e depois foram incluídas utilizando a mesma resina acrílica e a mesma matriz.

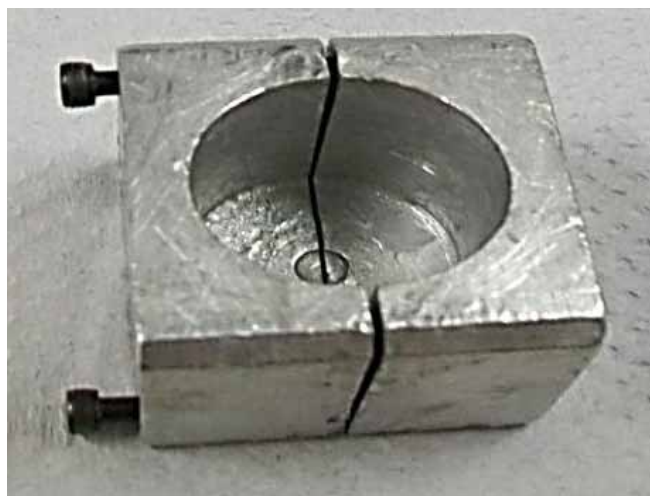


Figura 2- Matriz para inclusão dos blocos.

Após inclusão, os corpos de prova foram posicionados no dispositivo da Ultradent (Ultradent Products Inc, Utah, EUA) para confecção dos cilindros de cimento resinoso (diâmetro 1 mm e altura 2 mm) com auxílio da seringa CentrixTM CE Speed Slot (Centrix Incorporated, USA) (Figura 3).

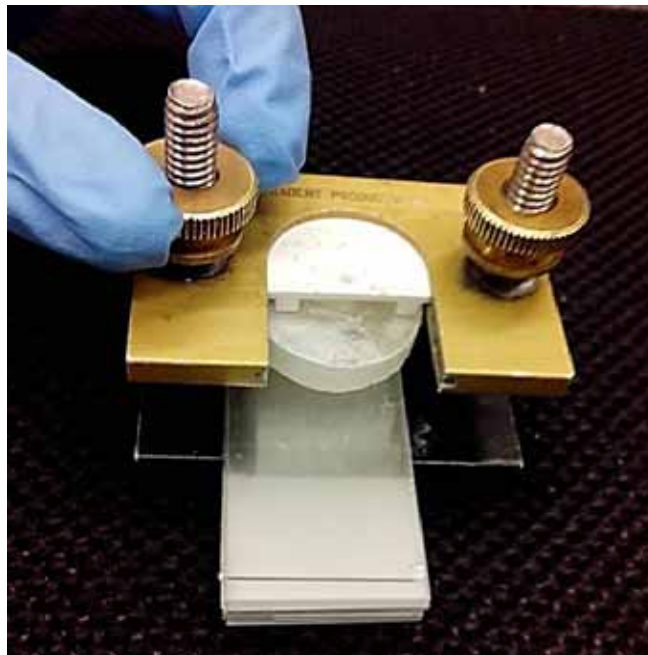


Figura 3 – Dispositivo para confecção do cilindro de cimento sobre o bloco cerâmico.

Grupo 1: controle- jateamento com microjateador ORO (Sterling Plastics CO, USA) de partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica 30 μm com ângulo de incidência perpendicular e distância padrão de 10 mm com uma pressão de 2,8 bar por 25 s em movimentos circulares - Rocatec Soft (3M ESPE, USA) (Figura 4). Aplicou-se agente de união silano Monobond-S (Ivoclar Vivadent, Barueri, Brasil) com auxílio de um microbrush (KG, Sorensen, Brasil) sobre a superfície da cerâmica mediante fricção em movimentos circulares por 20 s e foi aguardado 60 s para reação deste com a superfície. Após esse período, o excesso de silano foi removido com jato de ar livre de óleo a 2,8 bar por 20 s. A cimentação foi realizada neste grupo com o cimento de dupla polimerização Panavia F 2.0 (Kuraray, Tokyo, Japão).

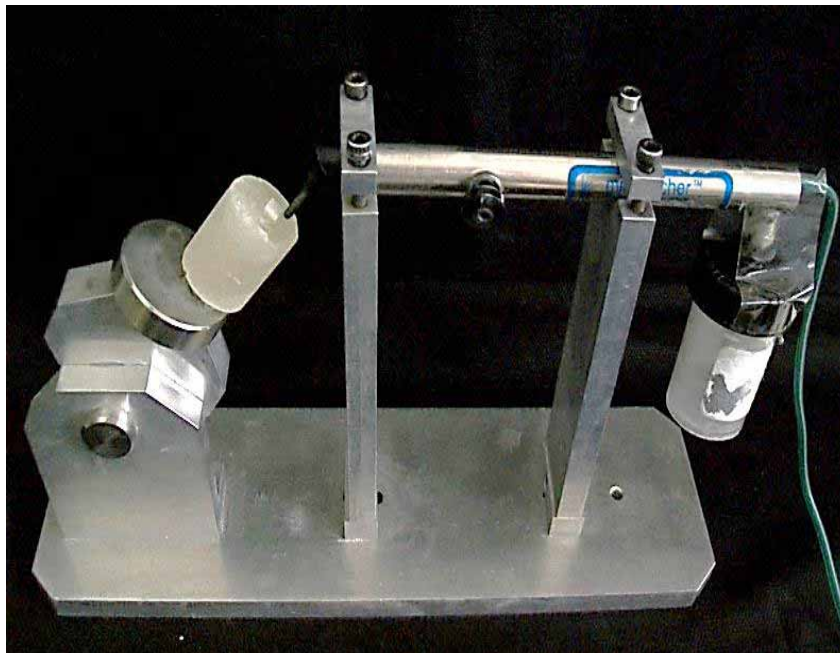


Figura 4 – Microjateador posicionado no dispositivo para padronizar o jateamento.

Grupo 2: controle - jateamento com o sistema Rocatec Soft (3M ESPE), aplicação de silano e confecção de cilindro com cimento resinoso de dupla polimerização Rely X U200 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha).

Grupo 3: vitrificação com Akyzent Glaze Spray (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) (Figura 5) que forma uma superfície baseada em óxido de silício. O spray foi pulverizado a uma distância média de 5cm da superfície cerâmica e tempo de 2 s. Em seguida foi sinterizado em forno Vacumat (Vita, Bad Sackingen, Alemanha) de acordo com recomendação do fabricante (Quadro 2). Em seguida a superfície foi condicionada com HF a 5% por 2 min e lavada com jato de água a 2,8 bar pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico por 5 min em água destilada, para auxílio na remoção do precipitado ácido. Foi aplicado o silano e em seguida confeccionou-se cilindro com cimento resinoso Panavia F.



Figura 5 - Akyzent Glaze Spray.

Quadro 2 - Ciclo de sinterização do Akyzent Glaze Spray

Temperatura inicial	Tempo de secagem	Temperatura de aquecimento (°C / min)	Tempo de aquecimento	Temperatura final	Tempo
500	4 min	80	5 min	900 °C	1 min

Grupo 4: vitrificação com o Akyzent Glaze Spray, condicionamento com HF a 5% por 2 min, aplicação de silano de forma semelhante aos grupos anteriores e confecção de cilindro com cimento resinoso de dupla polimerização Rely X U200.

Grupo 5 : com auxílio de um conta-gotas foi aplicado 1 gota do VBA na superfície da cerâmica. O conjunto VBA + cerâmica foi mantido em

estufa de secagem (Fanem Ltda 311CG, São Paulo) durante 20 min à temperatura de 100 °C para secagem do VBA e formação de um filme. Foi feita a sinterização dos filmes em forno de alta temperatura EDG 3000 (EDG-Equipamentos, São Carlos, SP, Brasil) em temperatura graduada e máxima até 1200 °C durante 1 h, para incorporar o filme à superfície da zircônia. Aguardou-se o resfriamento em temperatura ambiente por aproximadamente 20 h. Em seguida, a superfície dos corpos de prova foram condicionados com HF a 5 % Ataque F (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil) por 2min e lavada com jato de água a 2,8 bar pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico com água destilada, para auxílio da remoção completa do precipitado ácido e foi feita a aplicação do agente silano e confecção de cilindro com cimento resinoso Panavia F.

Grupo 6: tratamento da superfície com VBA, condicionamento com HF a 5% por 2 min, aplicação de silano e confecção de cilindro com cimento resinoso Rely X U200.

4.4 Cimentação, envelhecimento e ensaio de microcislamento

Os cimentos resinosos foram manipulados segundo as recomendações dos fabricantes e inseridos em uma seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para então serem utilizados a fim de preencher o volume interno do cilindro do dispositivo. Após inserção do cimento Panavia F, foi aplicado um gel inibidor da passagem de oxigênio, o Oxyguard (Kuraray, Tokyo, Japão) na superfície externa do cimento para evitar a inibição da polimerização dessa superfície pelo oxigênio do ar atmosférico. A fotopolimerização foi realizada de acordo com as especificações do fabricante, durante 60 s, com o fotopolimerizador EliparTM S10 (3M ESPE, USA) com irradiância de 850 mW / cm² que foi previamente verificado com um radiômetro (Radiometer Spirith Health 3K, New York, USA). Após a fotopolimerização os corpos de prova foram mantidos em estufa bacteriológica durante 24 h para

completar a reação de polimerização do cimento e em seguida foram termociclados.

Para o envelhecimento de todos os corpos de prova, utilizou-se uma cicladora térmica desenvolvida pela The University of Western Ontario (Figura 6), com um refrigerador (Modelo 1167P, VWR International, USA), um aquecedor (Modelo IC-2, Brinkmann, Instruments Westbury, USA), uma máquina com um braço para realizar a troca dos banhos e uma cesta para inserção dos corpos de prova. A termociclagem foi realizada com 5000 ciclos de banhos, entre 5 e 55 °C (Janda et al., 2003; Palacios et al., 2006), tempo de imersão em cada banho de 30 s e tempo de intervalo de transferência entre os dois banhos de 2 s.



Figura 6- Máquina de ciclagem térmica para envelhecimento dos corpos de prova.

O ensaio de microcisalhamento foi realizado na Shear Bond Tester (Bisco Inc, Schaumburg, IL, EUA), uma máquina desenvolvida pela equipe do Professor David H. Pashley nos Estados Unidos. Esta máquina é portátil e de fácil utilização. Para a correta adaptação dos corpos de prova

nesta máquina é necessário que os mesmos sejam confeccionados no dispositivo da Ultradent.

Os corpos de prova foram adequadamente fixados em um dispositivo metálico que faz parte da composição da máquina (Figura 7) e em seguida na referida máquina (Figura 8). O dispositivo de aplicação de carga desta máquina é uma faca com entalhe (Figura 9). Esta faca exerceu uma força de cisalhamento de 50 Kgf com velocidade de 0,5 mm / min até o momento da fratura. Um visor digital acoplado à máquina de teste fez o monitoramento de todo o procedimento e forneceu os valores finais da resistência de união em N, que posteriormente foram transformados em MPa.



Figura 7 - Dispositivo para prensão e fixação dos corpos de prova.



Figura 8- Máquina Shear Bond Tester.



Figura 9 - Dispositivo de carga faca com entalhe.

4.5 Caracterização dos espécimes

4.5.1 Análise térmica diferencial

As temperaturas de cristalização e transição do material experimental foram determinados por análise térmica diferencial (DTA) utilizando um SDT Q600 V20.5 Build 15 system (TA Instruments, EUA) (Figura 10) com ar atmosférico e em 5 taxas de aquecimento (10 – 50 °C) iniciando com temperatura ambiente até atingir 1200 °C. O peso médio da amostra foi de 20 mg e um peso equivalente de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ foi usado como referência.



Figura 10- Aparelho para análise térmica diferencial.

4.5.2 Difração de raios-x

Para a identificação das fases vítreas ou vítreas e cristalinas presentes nas amostras foi utilizada a difratometria de raios X - X'Pert Powder (Panalytical, Almelo, Holanda) (Figura 11) numa configuração θ / θ . Os parâmetros de análise foram: passo de $0,02^\circ$, 2θ variando entre 10° e 90° , e tempo por passo de 10 s.

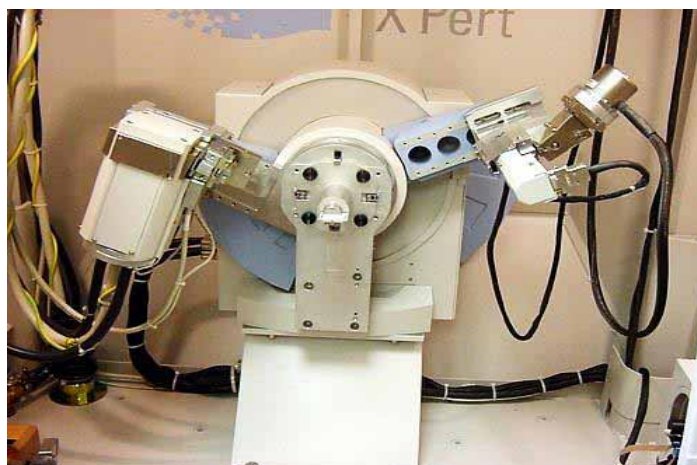


Figura 11 – Difratorômetro de raios-x.

4.5.3 Análise da superfície cerâmica após os tratamentos de superfície e análise da espessura do filme vitrocerâmico

Para visualização da superfície cerâmica após a realização dos 3 diferentes tratamentos de superfície, utilizou-se MEV (Carl Zeiss, Barcelona, Espanha). Através do MEV também foi mensurada a espessura da película do filme de VBA formado sobre a cerâmica.

4.5.4 Mapeamento dos elementos de superfície

Para a identificação dos elementos químicos encontrados na superfície externa da cerâmica (cerâmica sem filme), na superfície da amostra que foi tratada com o VBA e na região de união cerâmica/filme de VBA, foi utilizada a espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (Oxford Instruments, Abingdon, Inglaterra).

4.5.5 Análise da rugosidade

A análise qualitativa da topografia e rugosidade foi realizada em 1 amostra de cada grupo, utilizando um perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco, EUA) que é conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa computacional Wyko Vision 32 (Veeco, EUA). As medições dos parâmetros de rugosidade (média aritmética de todos os picos e vales encontrados durante a leitura da amostra) foram realizadas com um aumento de 20 x em uma área representativa da amostra.

4.5.6 Análise do tipo de fratura

Após ensaio de cisalhamento, os espécimes foram analisados em estereomicroscópio ótico (Mitutoyo MI, 176 - 581A) com aumento de 50 x-200 x para classificação do tipo de fratura ocorrida, sendo essas classificadas em 4 tipos: 1) coesiva no cimento resinoso; 2) coesiva na cerâmica, 3) adesiva na interface cerâmica/cimento 4) mista, em que ocorre fratura adesiva combinada com fratura coesiva.

Foi selecionada 1 amostra representativa de cada grupo para obtenção de imagens no microscópio eletrônico de varredura (Carl Zeiss, Barcelona, Espanha) com aumento de 5000 x.

4.6 Delineamento experimental

O delineamento desse estudo seguiu um esquema fatorial tipo 3 x 2, considerando-se como variáveis experimentais, ou fatores em estudo, o tipo de tratamento de superfície (Rocatec, Akyzent e VBA) e o tipo de cimento (Panavia F, Rely X U200). A variável resposta foi o valor de resistência de união (MPa) obtido no ensaio de cisalhamento. A unidade experimental considerada é o bloco cerâmico, denominado corpo-de-prova. Os corpos de prova foram designados, aleatoriamente, às seis condições experimentais estabelecidas pelas duas variáveis experimentais, num total de 15 réplicas.

O número de réplicas foi estimado a partir de um estudo de poder de teste. O número de réplicas, tamanho amostral, foi estimado a partir de um estudo de poder do teste (Apêndice A), sob duas condições de variabilidade populacional. Na primeira condição, a variabilidade foi expressa via desvio padrão igual a 5 MPa. Na outra condição o valor foi de 10 MPa.

Esses valores foram escolhidos após consulta da literatura. Foi observado que a faixa de valores de dispersão comumente encontrados situa-se entre 5 e 10 MPa. Assim, numa comparação entre os ensaios mecânicos sob probabilidade de 80%, com 15 réplicas (blocos cerâmicos) é possível constatar uma diferença média significativa de 10 MPa.

4.6.1 Análise estatística

Os dados de resistência de união (MPa) dos 90 corpos de prova foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 16.12, 2010) e STATISTIX (Analytical Software Inc., version 90, 2010). A estatística descritiva consistiu no cálculo de média e desvio padrão. A estatística inferencial consistiu (1) no teste de análise de variância (ANOVA) dois fatores (cimento e tratamento de superfície), teste de comparação múltipla de médias, Tukey (5%); (2) na análise de distribuição de Weibull comumente indicada para materiais cerâmicos.

4.6.2 Hipótese Estatística

As hipóteses estatísticas de todo planejamento que segue um delineamento fatorial tipo 3 x 2 são:

- a) H_0A : A resistência de união é igual para Rocatec, Akyzent e VBA;
 H_1A : A resistência de união é diferente para Rocatec, Akyzent e VBA.

b) H_0B : A resistência de união é igual para Rely X U200 e Panavia F;

H_1B : A resistência de união é diferente para Rely X U200 e Panavia F.

c) H_0AB : Não há interação dos efeitos;

H_1AB : Existe interação dos efeitos.

O estudo do efeito interação foi visualizado por meio de gráfico de médias. O nível de significância adotado foi o valor de 5%.

5 RESULTADOS

Os dados obtidos foram analisados em quatro partes:

- (1) abordagem paramétrica via modelo anova;
- (2) a análise de Weibull;
- (3) classificação de falhas;
- (4) caracterização dos espécimes por meio de, DTA, DRX, MEV, EDS e PO.

5.1 Abordagem paramétrica

Os valores médios (e desvio padrão) dos dados obtidos no ensaio, são apresentados de forma gráfica (Figura 12). Observa-se que o VBA (de cor verde na 1ª ilustração e representado pela letra V na 2ª ilustração) sempre se mantém com os maiores valores.

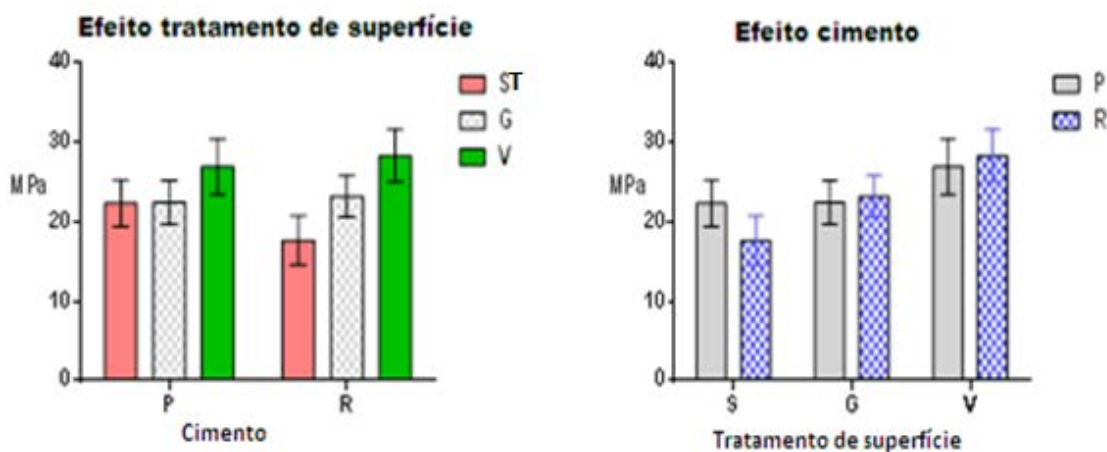


Figura 12 – Gráficos de colunas (média $\pm$ desvio padrão) dos valores de RU, segundo as seis condições experimentais. ST=silicatização triboquímica; G=glaze; V=vidro bioativo; P= Panavia F; R= Rely X U200.

Para avaliar o efeito da cimentação e do TS sobre a RU, foi efetuado o teste ANOVA 2 fatores (Tabela 1).

Tabela 1 - ANOVA (2 fatores) para os dados de RU obtidos no experimento

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
ST	2	894,55	447,27	47,93	0,0001*
C	1	15,21	15,21	1,63	0,2052
Interação	2	167,20	83,60	8,96	0,0003*
Resíduo	84				
Total	89				

*p<0,05 - gl: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; QM: quadrado médio; F: razão de variância; P: significância estatística.

Verificou-se que o efeito interação é significativo. A resistência de união ao cisalhamento foi significativamente afetada pelo fator tratamento de superfície ($p = 0,0001$) e não foi afetada pelo cimento ($p = 0,2052$).

O teste de Tukey (5%) (Tabela 2), realizado para comparar as seis médias indica que a condição de menor resistência é estabelecida pelo Rely X U200 e silicatização triboquímica; enquanto que as maiores correspondem, ao vidro bioativo que diferem do glaze e da silicatização triboquímica independentemente do tipo de cimento.

Tabela 2 – Média e desvio padrão do ensaio de cisalhamento entre as variáveis estudadas

Cimento	Tratamento de superfície		
	silicatização triboquímica	glaze	vidro bioativo
Panavia F	22.34(2.93) ^A	22.48(2.09) ^A	26.94(3.50) ^C
Rely X U 200	17.68(3.09) ^B	23.26(2.65) ^A	28.36(3.32) ^C

Valores de médias seguidas por diferentes letras diferem estatisticamente entre si (Tukey 5%)

5. 2 Análise de Weibull

Foi aplicado o modelo de Weibull para análise de dados de RU. Os dados de RU em geral são submetidos à análise de Weibull conforme recomendação da norma ISO/TS 11405: 2003 (E). Essa análise verifica a probabilidade de falhas na interface de união, no qual os valores próximos de 10 do módulo de Weibull (m) correspondem a um maior nível de integridade dos materiais estudados.

O resultado dessa análise é expresso via parâmetros calculados e representação gráfica.

Os parâmetros dessa distribuição foram estimados segundo o método dos mínimos quadrados. Os dois parâmetros estimados: a forma (ou módulo) e a localização (ou escala) são apresentados na Tabela 3 e Figura 13.

Tabela 3 - Análise de Weibull para os dados de cisalhamento, segundo o tipo de TS e de cimento

Estatística	Grupos*					
	1	2	3	4	5	6
Módulo	9,486	6,632	10,810	11,190	8,801	9,474
Escala	23,455	18,895	23,477	24,265	28,407	29,808
R	0,939	0,982	0,910	0,917	0,977	0,985
$\sigma_{1\%}$	14,442	9,443	15,340	16,088	16,844	18,343
$\sigma_{5\%}$	17,150	12,074	17,837	18,610	20,271	21,786
$\sigma_{10\%}$	18,501	13,458	19,065	19,846	21,998	23,506

*Grupo 1: Silicatização + Panavia F; Grupo 2: Silicatização + Rely X U200; Grupo 3: Glaze + Panavia F; Grupo 4: Glaze + Rely X U200; Grupo 5: VBA + Panavia F; Grupo 6: VBA + Rely X U200.

Pode-se verificar: (1) os valores de módulo são similares, não diferem estatisticamente (teste $\chi^2 = 5,852$; gl =5; p - valor = 0,321 > 0,05) e (2) esses valores de resistência de união seguem o modelo de Weibull, pois o valor de indicação do ajuste, o valor “r”, é próximo de 1.

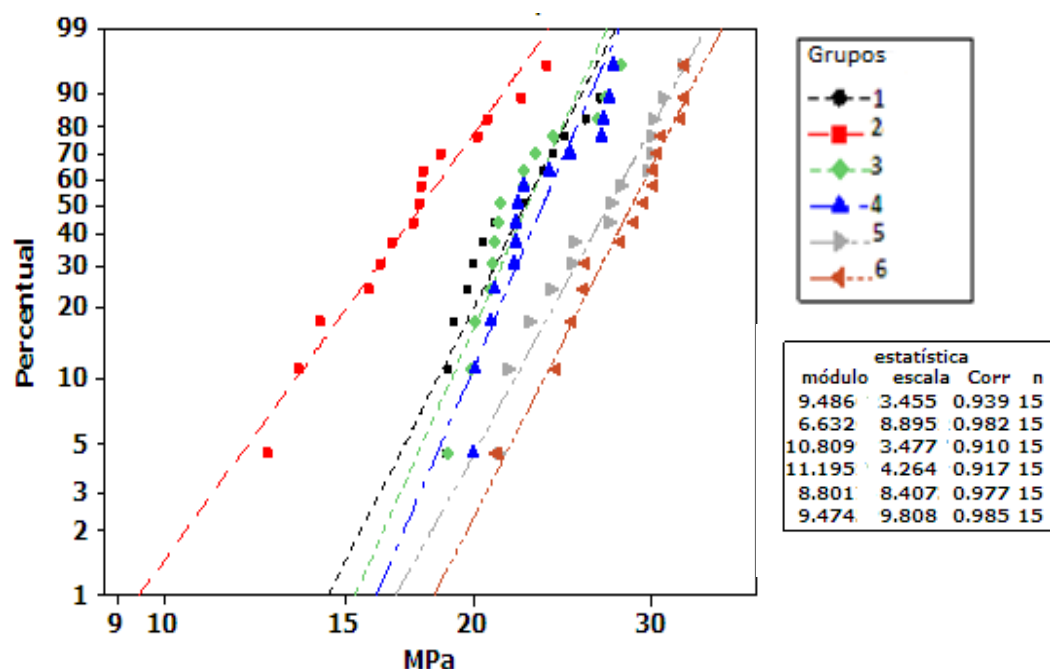


Figura 13 - Curva de probabilidade dos valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de cisalhamento, segundo as seis condições experimentais estabelecidas pelas variáveis cimento e tratamento de superfície.

5.3 Classificação do padrão de falha

Na Tabela 4 visualiza-se os resultados da classificação dos padrões de falha dos corpos de prova submetidos ao ensaio de cisalhamento. Foram encontradas falhas do tipo adesiva e coesiva no cimento. O tipo de falha predominante em todos os grupos foi do tipo adesiva. Os grupos 5 e 6 apresentaram as maiores porcentagens de falha adesiva, com 93,33%. Este resultado indica maior capacidade adesiva do VBA aos cimentos em relação aos demais tratamentos. Imagem representativa da porcentagem dos tipos de falha está apresentada na Figura 14.

Tabela 4 - Distribuição dos casos de falhas ocorridos, de acordo com o tipo de falha

Grupos	Adesiva (n)	Coesiva (n)	Total (N)	Adesivas (%)	Coesivas (%)
1	9	6	15	60,00	40,00
2	11	4	15	73,33	26,67
3	10	5	15	66,67	33,33
4	13	2	15	86,67	13,33
5	14	1	15	93,33	6,67
6	14	1	15	93,33	6,67

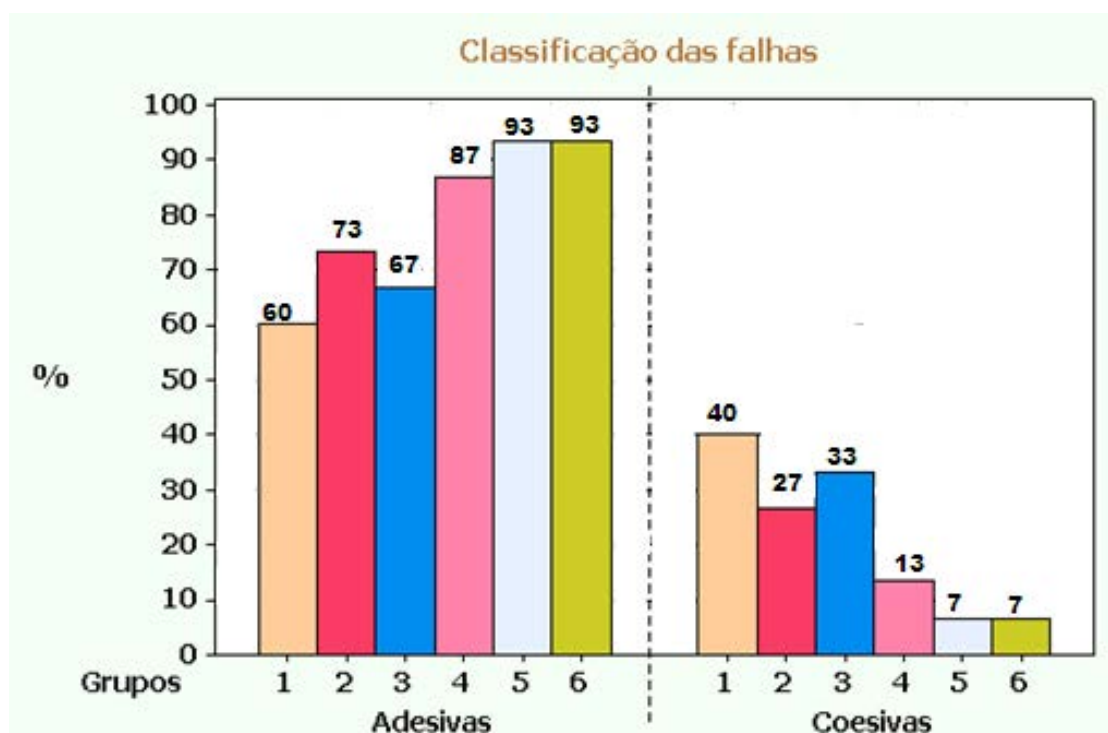


Figura 14 – Representação gráfica da classificação das falhas.

Nas Figuras 15 e 16 visualiza-se através de MEV (150 x) a fratura coesiva e a adesiva, respectivamente.



Figura 15 - Micrografia representativa de fratura coesiva no cimento após o ensaio de cisalhamento (150 x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.

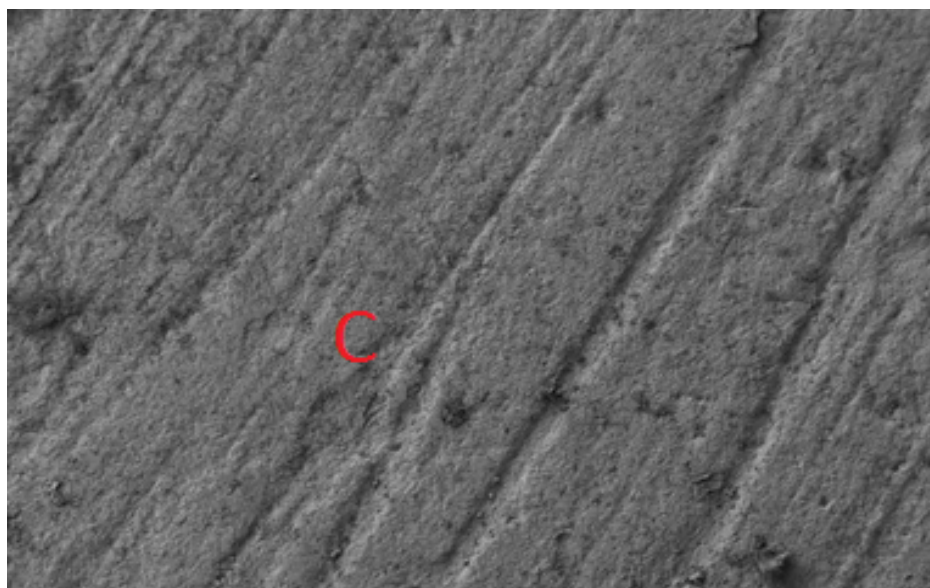


Figura 16 - Micrografia representativa da fratura adesiva após o ensaio de cisalhamento (150 x), onde C = cerâmica.

5.4 Caracterizações (DTA, DRX, MEV, EDS, PO)

Ao realizar a análise térmica diferencial, obteve-se um gráfico que mostrou o valor de T_g (transição vítrea) e os 2 picos de cristalização ($T_{p1} = 931,18^\circ\text{C}$; $T_{p2} = 1161,52^\circ\text{C}$). A partir do 2º pico de cristalização foi encontrado o valor ideal (que foi aproximado para 1200°C) para a sinterização do VBA (Figura 17).

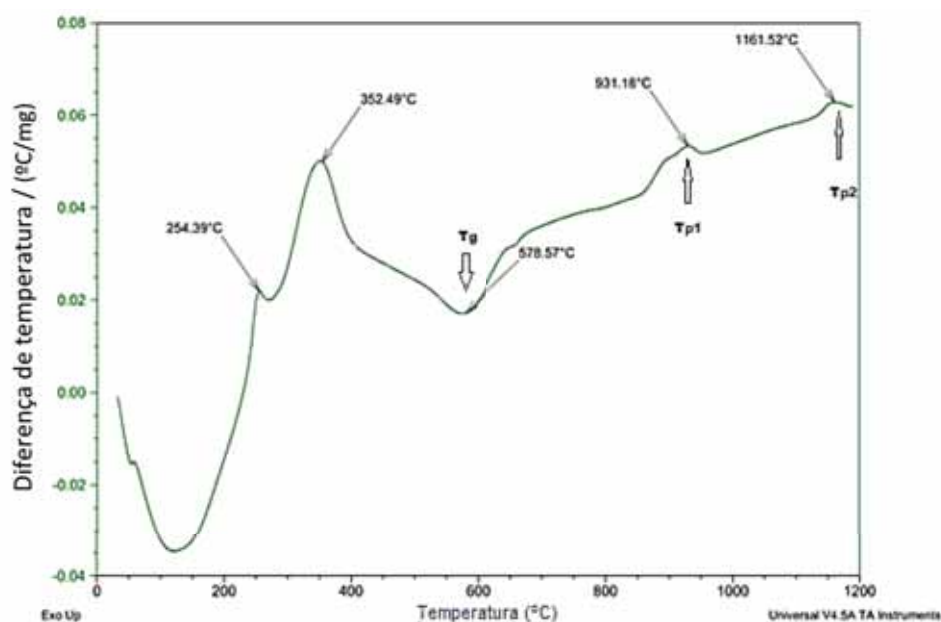


Figura 17 - Análise térmica diferencial do VBA.

A difração de raios-X foi realizada para identificar se foi formado um filme vítreo ou vitrocerâmico (Figura 18). O difratograma mostrou o padrão de DRX no substrato, com a formação de pequenos cristais de CaSiO_3 (referente aos picos $T_{p1} = 931,18^\circ\text{C}$; $T_{p2} = 1161,52^\circ\text{C}$ da DTA) formados através da estrutura amorfa do vidro. ZrYO apresentou maior pico de intensidade em $2\theta = 30^\circ$ indicativas de seu alto conteúdo nesta composição. A natureza vitrocerâmica do filme formado é explicada pela presença de mais de

dois picos formados na DRX e também pode ser explicada pela metodologia de seu processamento, no qual o material foi submetido a um lento resfriamento após a sua sinterização sobre a superfície da zircônia.

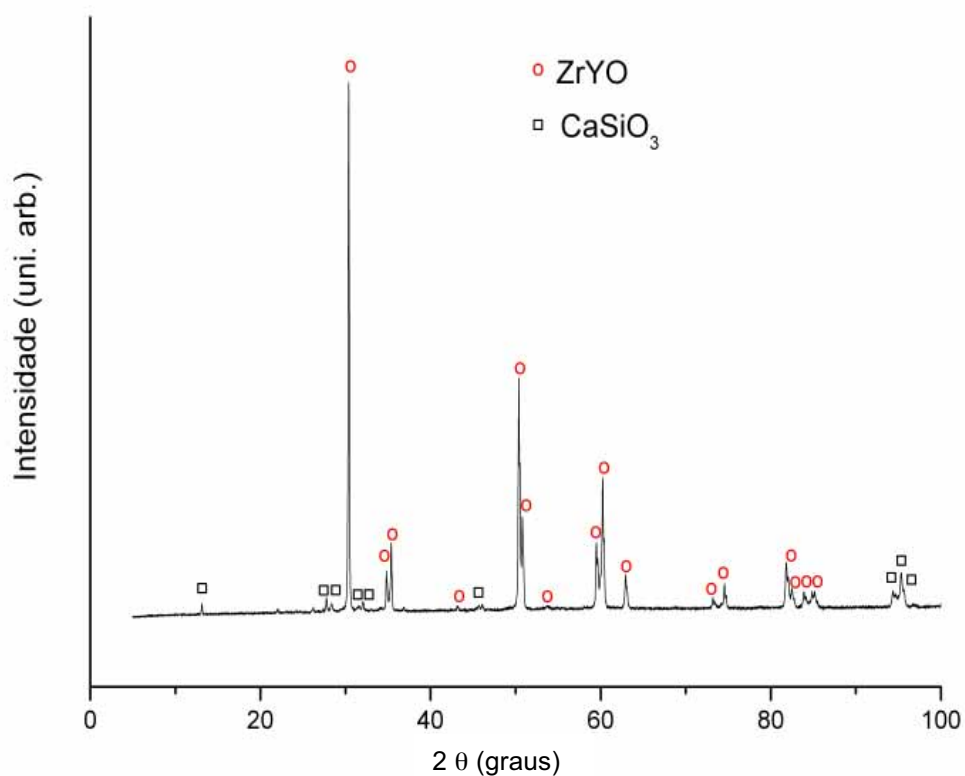


Figura 18 - Difração de raios-X no VBA.

Nas figuras 19, 20 e 21 observa-se a imagem em MEV (5000 x) da superfície tratada com os diferentes tratamentos de superfície. Observa-se aspecto irregular das superfícies, contribuindo para a penetração do cimento resinoso e aumentando a energia livre de superfície.

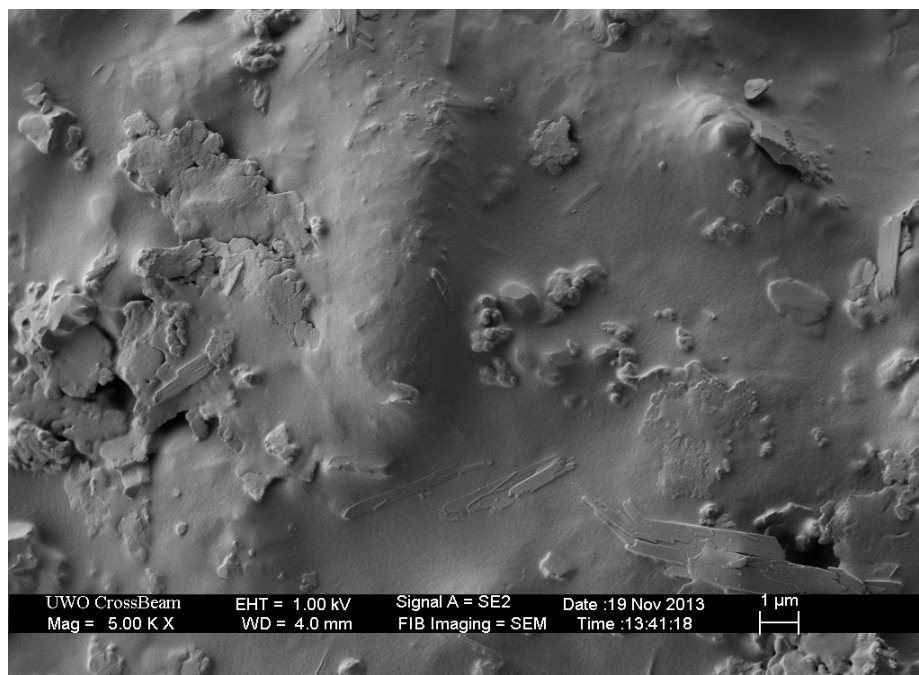


Figura 19 - Aspecto topográfico do substrato com Rocatec Soft.

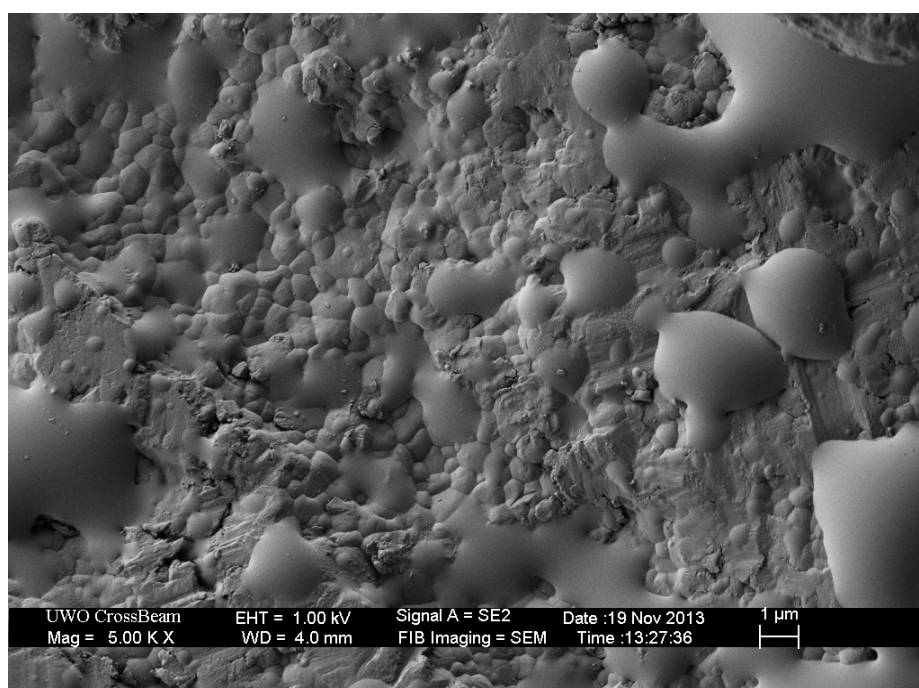


Figura 20 - Aspecto topográfico do substrato com Akyzent Glaze Spray.

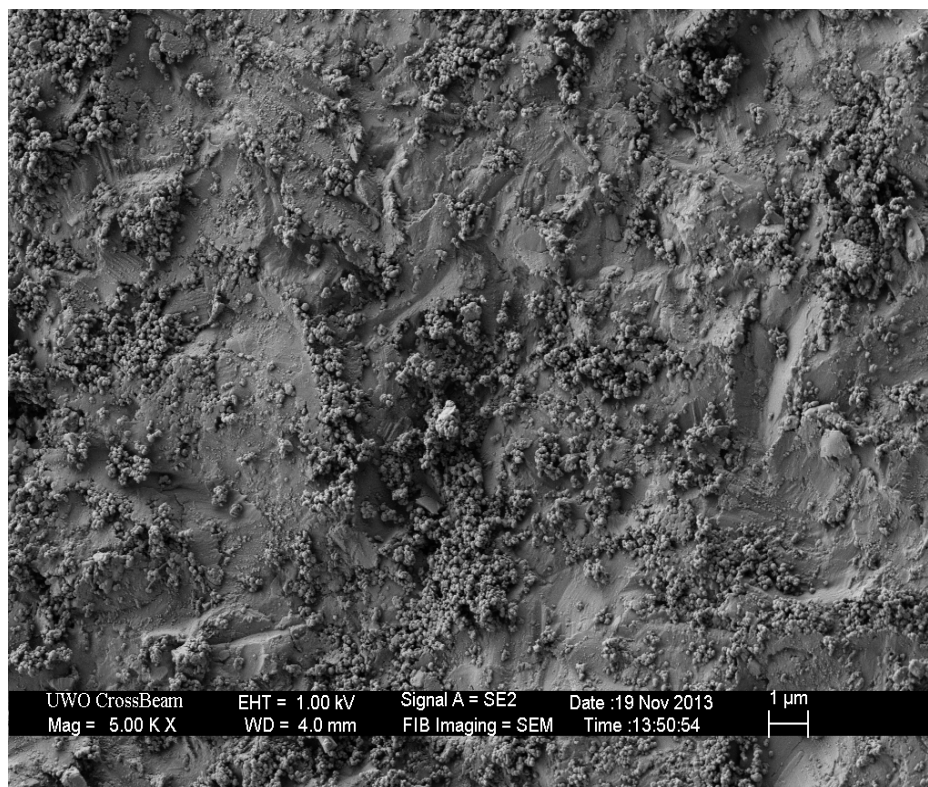


Figura 21 - Aspecto topográfico do substrato com VBA.

Através do MEV na figura 22 (20.000 x) visualiza-se a camada de cerâmica (C) e filme formado (VBA). Observa-se que o VBA é formado por nanoaglomerados com formato oval. A espessura do filme foi mensurada através dessa imagem no MEV e obteve-se valor de aproximadamente 445,3 nm (Figura 23). Estas camadas finas de filmes (em escala manométrica) são idealmente preferidas porque contribuem para uma melhor adaptação marginal das restaurações indiretas no dente. Através das setas na figura 8 é possível observar a fusão entre VBA e substrato, indicando que há união química entre zircônia e VBA. Esta característica é também encontrada na análise por EDS na região identificada pelas setas da figura 23, que mostrou a presença do elemento Zr e também de Ca, Si e O (Figura 24).

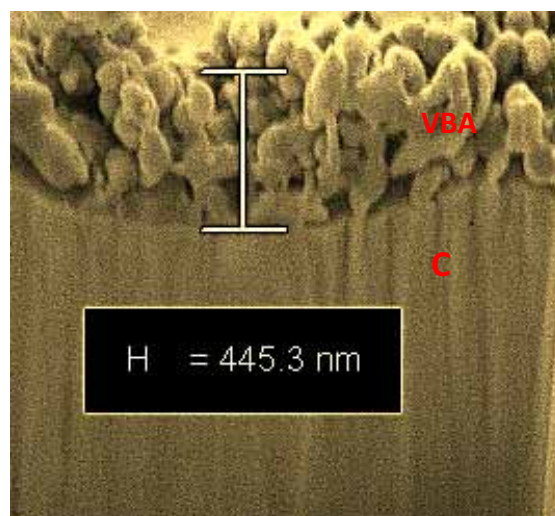


Figura 22 - Micrografia representativa (20.000 x) da espessura do filme formado sobre a superfície cerâmica.

Na figura 23 é possível observar a união química formada entre a cerâmica e o filme de VBA, indicado pelas setas.

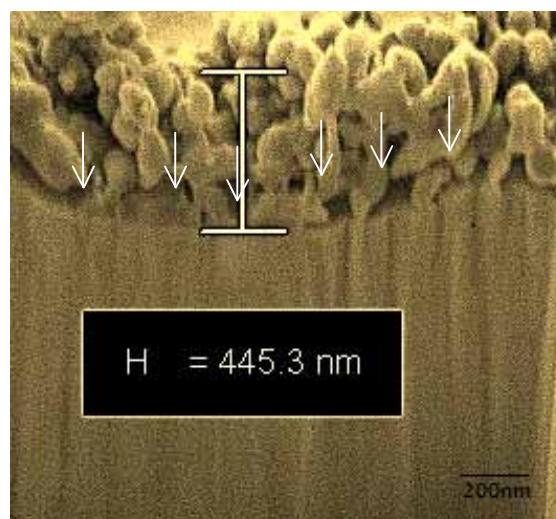


Figura 23 - Visualização da união química formada entre cerâmica e filme.

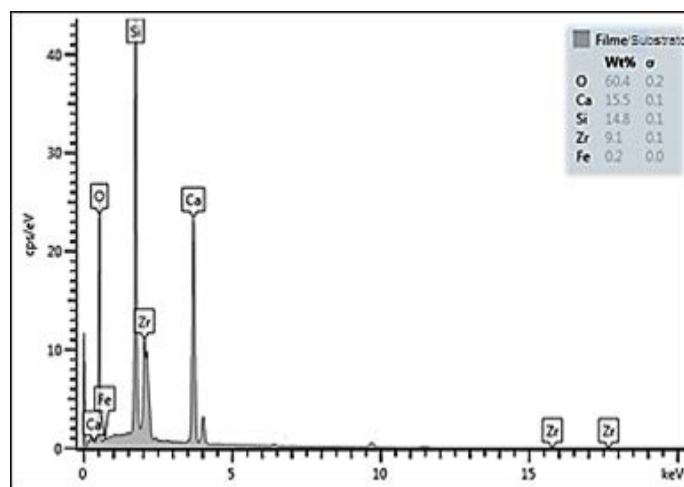


Figura 24- Análise em EDS na região filme/substrato.

Foi realizada a análise em EDS no grupo VBA, na superfície cerâmica (substrato sem o filme) (Figura 25) e no filme (Figura 26), no qual é possível observar os picos representativos dos elementos químicos presentes, a sua denominação e o seu peso. Na Figura 25 constata-se alta presença de zircônio, que é justificada pela sua composição: 95% ZrO_2 + 5% Y_2O_3 . Através da Figura 26 era esperado visualizar uma maior quantidade de sílica, mas a quantidade observada provavelmente é devido a sua difusão no interior da zircônia, reduzindo sua quantidade na região mais superficial.

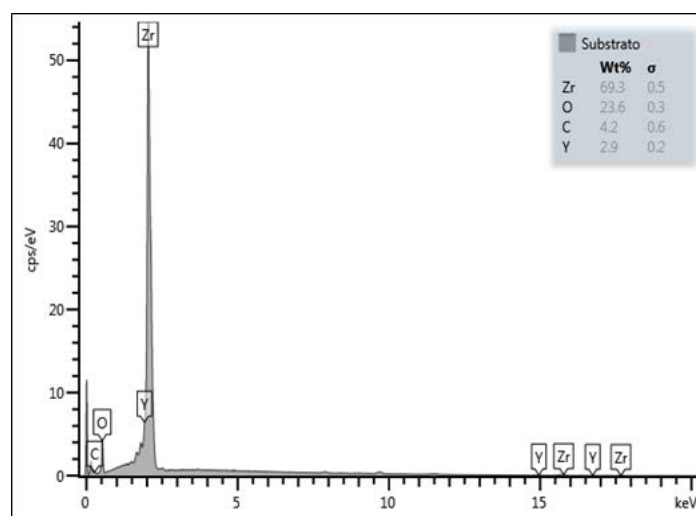


Figura 25 - Análise em EDS do substrato.

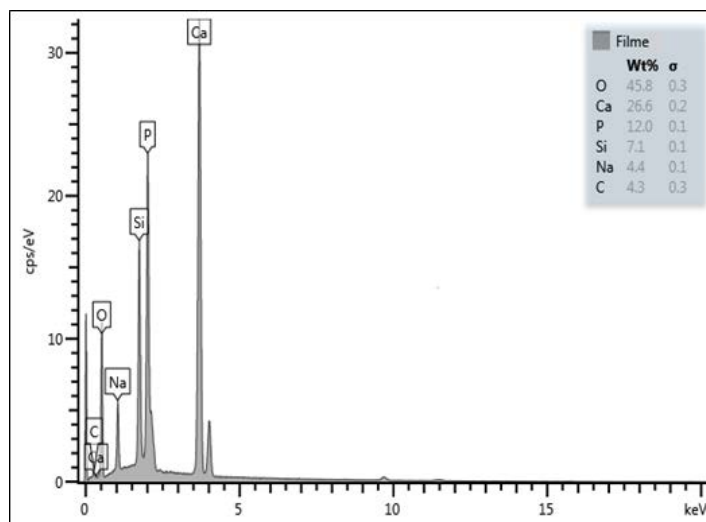


Figura 26 - Análise em EDS no filme.

As medições dos parâmetros de rugosidade (média aritmética de todos os picos e vales) encontrados durante a leitura da amostras estão descritos na Tabela 5.

Segundo a análise de dados da rugosidade em perfilômetro óptico, podemos observar que houve uma maior rugosidade nos grupos em que foi realizado o processo vitrificação, sendo que o uso do Glaze (1,73) apresentou valor ligeiramente maior que o vidro bioativo (1,61).

Tabela 5 - Dados da rugosidade para os tratamentos de superfície

Medida rugosidade	silicatização triboquímica	Glaze	vidro bioativo
Ra (μm)	0,40	1,73	1,61

As imagens da perfilometria óptica digital dos grupos ST, G e VBA estão apresentadas nas figuras 27, 28 e 29 respectivamente.

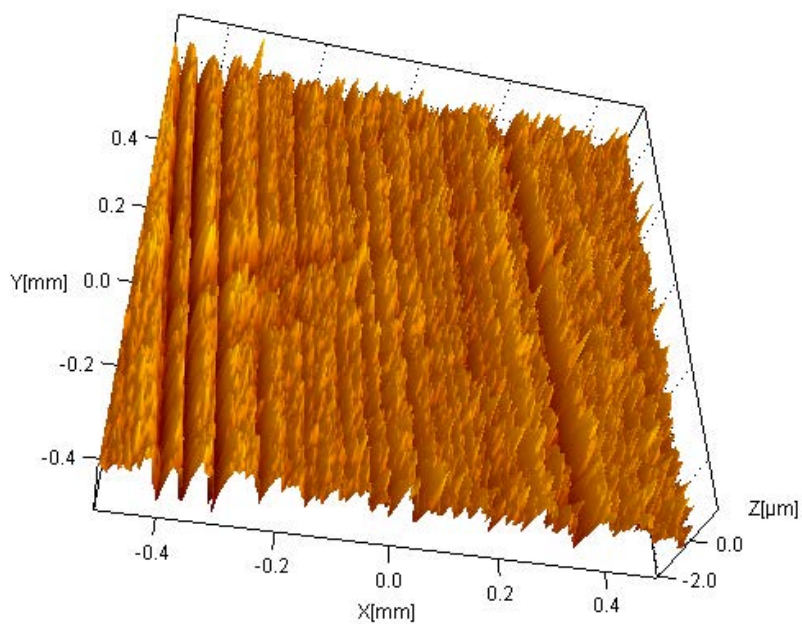


Figura 27 - Perfilometria ótica na cerâmica com Rocatec Soft.

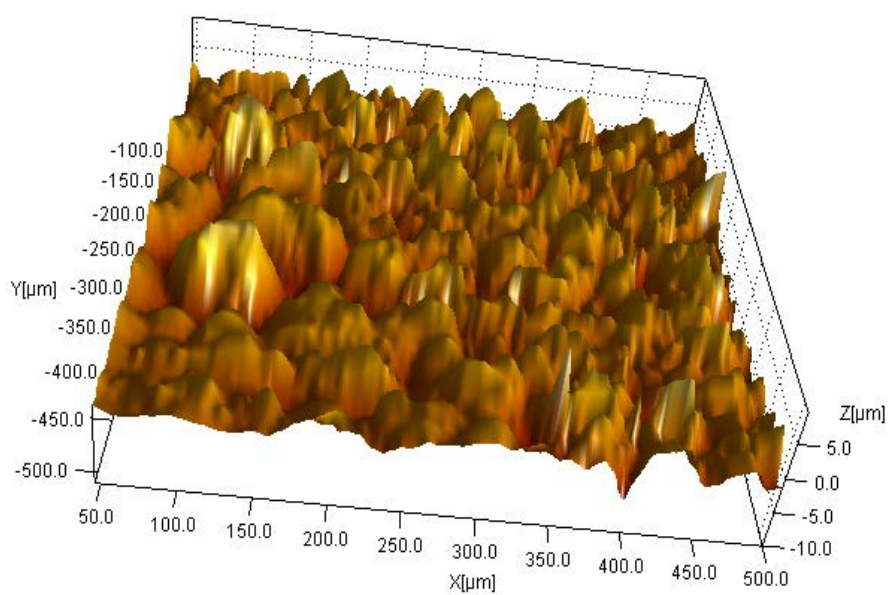


Figura 28 – Perfilometria ótica na cerâmica com Akyzent Glaze Spray.

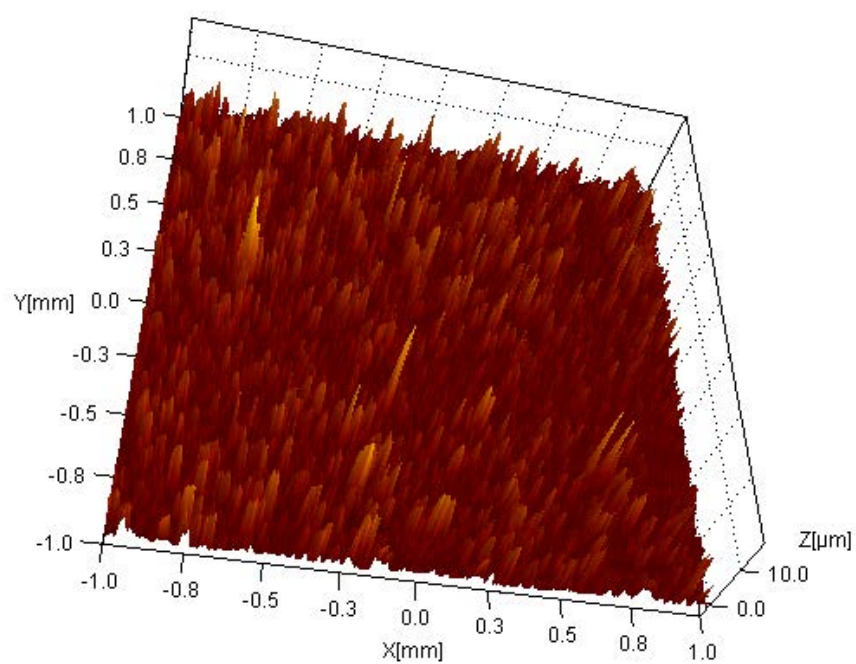


Figura 29 - Perfilometria ótica na cerâmica com vidro bioativo.

6 DISCUSSÃO

Significativos avanços na qualidade e estética dos materiais cerâmicos ao longo dos anos resultaram na introdução da zircônia como um material para uso em próteses odontológicas (Heikkinen et al., 2007; Smith et al., 2011). A Zircônia apresenta superior resistência à fratura quando comparada à porcelana e outros materiais à base de sílica e apresenta melhores propriedades estéticas comparada às próteses de cor metálica (Della Bona, 2005). No entanto, apresenta dificuldade na união à estrutura dental devido à sua composição (Smith et al., 2011). Os métodos tradicionais para tratamento da superfície das cerâmicas ácido sensíveis em superfície de Y-TZP tem sido verificados como ineficazes visto que sua ação ocorre sobre a matriz vítrea, praticamente inexistente nestas cerâmicas (Della Bona, 2005; Ozcan et al., 2008; Perdigão et al., 2013). O condicionamento da superfície dessas cerâmicas com o HF não promove alterações significantes, não promove retenção micromecânica, bem como não torna a superfície reativa quimicamente (Ozcan, Vallittu, 2003; Della Bona, 2005).

O estudo *in vivo* de Ohlmann et al. (2008) avaliou a performance clínica de próteses parciais fixas ancoradas por preparos parciais do tipo *inlay* durante 1 ano. Para isso, utilizou-se zircônia como infraestrutura e cerâmica prensada como cobertura. O valor de 6 em 30 reabilitações foram deslocadas antes do 1º ano de uso clínico, mesmo realizando o tratamento de superfície mais preconizado na literatura atualmente: silicatização triboquímica (Rocatec / 3M Espe) com posterior silanização com Monobond S (Ivoclar Vivadent) e cimentação com Panavia F (Kuraray). A perda de retenção neste primeiro ano (n = 6, 20%) ocorreu com maior frequência que o lascamento da cerâmica de cobertura (n = 1, 3%). Molin, 2008 acompanhou uma reabilitação de prótese parcial fixa de três elementos ancorada por coroas totais e observou que a mesma deslocou-se após 1 ano, mesmo utilizando o cimento Panavia F.

Estudos laboratoriais alertam o efeito do impacto das partículas jateadas na cerâmica Y-TZP, incorporando microtrincas e defeitos na superfície tratada (Lohbauer et al., 2011; Smith et al., 2011; Chintapalli et al., 2014), acompanhado de redução no módulo de elasticidade da zircônia (Zhang et al., 2004; Piascik et al., 2009). Devido a este motivo, técnicas que facilitem o processo adesivo dos materiais cerâmicos estão em constante desenvolvimento (Heikkinen et al., 2007).

Para superar este problema, diversas técnicas tem sido elaboradas, como a caneta com chama de fogo “Pyrosil Pen” (Janda et al., 2003), a técnica Chemical Vapor Deposition- CVD (Derand et al., 2005), o condicionamento por infiltração seletiva (Aboushelib et al., 2007), a técnica de revestimento interno (Kitayama et al., 2009), a deposição molecular de cloro-silano por CVD (Piascik et al., 2009), a deposição à plasma de camada de Si_xO_y (Queiroz et al., 2013), filme vitrocerâmico (Matielo, 2010), vitrificação com glaze (Ntala et al., 2010). Dentre esses métodos, alguns tem sido combinados com novos primers a fim de aumentar a força de união que foi reduzida após termociclagem (Kitayama et al., 2010; Magne et al., 2010). Os monômeros ácidos carboxílicos/ organofosfatos tem sido usados como primers (Magne et al., 2010; May et al., 2010).

O jateamento com partículas de Al_2O_3 comumente é realizado com partículas que variam em tamanho de 50 a 250 μm (Atsu et al., 2006; Aboushelib et al., 2007; Wolfart et al., 2007; Amaral et al., 2008; Pagani, 2001; Smith et al., 2011). De acordo com Papadopoulos et al. (1999), Chintapalli et al. (2013) e Chintapalli et al. (2014) o tamanho dessas partículas podem influenciar na caracterização química superficial do substrato jateado e partículas menores depositam-se em maior quantidade no substrato quando comparadas com partículas maiores. Acredita-se que esta observação também aconteça ao realizar a silicatização triboquímica. No presente trabalho utilizou-se o Rocatec Soft (3M ESPE), com partículas de Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica, pois como a zircônia é um substrato duro, partículas com tamanhos menores poderão penetrar mais eficazmente e além disso, poderão apresentar maior penetrabilidade entre as partículas do cimento resinoso. O ângulo de

incidência do jateamento de 90° foi aplicado com o objetivo de obter espalhamento homogêneo do material sobre a superfície. No entanto, para Chintanpalli et al. (2014) superfícies jateadas com ângulo de 30° apresentam melhores resultados de RU do que com 90°.

Com relação a espessura da camada dos filmes à base de sílica realizados sobre a superfície cerâmica, Piascik et al. (2009), relata que a deposição de camadas extremamente finas é mais vantajosa do que camadas mais grossas. Estes autores obtiveram filmes com espessura de 2,6 nm e filmes com espessura de 23 nm. Os resultados da RU à microtração revelaram que a espessura do filme de 2,6 nm apresentou $23,2 \pm 5,4$ MPa (resultado este estatisticamente semelhante ao grupo da porcelana feldspática, que constituiu o grupo controle, com condicionamento de 9,5% HF e silanização), enquanto que o filme com espessura de 23 nm apresentou $16,2 \pm 5,9$ MPa. Os autores explicam que camadas mais grossas de filmes à base de sílica apresentam uma quimoabsorção apenas nas camadas mais próximas à superfície cerâmica e que as camadas adicionais são parcialmente absorvidas, ficando “empilhadas” e com reduzida ligação ao silano.

A espessura da camada do VBA obtida na presente pesquisa foi de 445,3 nm e a média de RU ao cisalhamento foi de $26,94 \pm 3,50$ MPa para o cimento P e $28,36 \pm 3,32$ MPa para o cimento R. No trabalho de Vanderlei et al., 2013 a espessura do filme vítreo com Glaze Vita Akyzent foi de 10 µm e com Glaze Spray Vita Akyzent foi de 13 µm com RU ao cisalhamento de $12,54 \pm 4,20$ e $9,28 \pm 2,72$ respectivamente. Silva (2012), após JOA em superfície de zircônia avaliou a espessura da camada formada e obteve 3,20 µm e média de RU ao cisalhamento de $13,32 \pm 3,66$ MPa. Ao realizar ST obteve camada com espessura de 2,88 µm e média de RU ao cisalhamento $13,72 \pm 5,92$. Através da comparação com os trabalhos acima descritos, observou-se que o VBA apresentou camadas com finas espessuras (em escala nanométrica), o que seria mais viável, por gerar menor desadaptação marginal das restaurações indiretas e maior resistência de união.

De acordo com os parâmetros da norma ISO 10477: 2004, o valor de resistência ao cisalhamento da união material resinoso/substrato deveria ser no mínimo 5 MPa. Entretanto, Matsumura et al. (2001) sugerem que a resistência ao cisalhamento da união material resinoso/metal necessária para se alcançar resultados clínicos satisfatórios deveria ser superior a 10 MPa. No presente estudo, valores superiores a 10 MPa foram obtidos em todos os grupos testados.

O condicionamento com HF das cerâmicas ácidossensíveis aumenta a rugosidade da superfície, melhora a molhabilidade e energia livre da superfície, além de expor uma grande quantidade de óxidos de silício (Blatz et al., 2002; Debnath et al., 2003; Della Bona, 2009). Porém, não produzem o mesmo efeito na superfície de cerâmicas à base de zircônia, o que dificulta a criação de microrretenções em sua superfície para obter uma retenção mecânica. Ao cobrir a superfície da zircônia através da aplicação de um filme com características vítreas, transforma-se uma superfície ácidorresistente em ácidossensível, possibilitando realizar o tratamento de superfície de forma semelhante às cerâmicas feldspáticas. Esse processo foi realizado nos grupos glaze e VBA do presente estudo.

Os métodos de tratamento de superfície comumente utilizados para as cerâmicas feldspáticas são o condicionamento com HF de 2,5% a 10%, por 2 a 3 min e posterior aplicação de um agente de união do tipo silano (Amaral et al., 2008; Aboushelib et al., 2010; Smith et al., 2011). No presente estudo a escolha do uso de HF 5% por 2 min semelhantemente ao estudo de Ntala et al. (2010) foi por motivo de segurança ao pesquisador, visto que o HF é altamente corrosivo e pode danificar a pele e outras estruturas humanas. O tempo de 2min foi utilizado após realização de teste piloto com HF 5% a 30 s, 1min e 2 min e obtenção de melhor resultado para o referido tempo.

A aplicação do agente de união baseado em metacrilatopropiltrimetoxisilano aumenta a molhabilidade e forma ligações covalentes entre a sílica do material utilizado para tratamento de superfície (porção silicofuncional) e a matriz orgânica do cimento resinoso (porção

organofuncional) (Della Bona, 2005). O silano é responsável por aumentar a energia de superfície e molhabilidade da superfície cerâmica (Kitayama et al., 2010; Smith et al., 2011). Estudos indicam que as ligações químicas estabelecidas entre o silano e a sílica resultantes da silicatização triboquímica são mais fortes e hidroliticamente mais estáveis do que aquelas entre o silano e a alumina ocorridas quando do emprego do jateamento (Magne et al., 2010; Oyague et al., 2009). Sugere-se que a ligação entre o silano e a sílica presente na composição do VBA também seja forte e hidroliticamente estável, devido a grande quantidade de sílica no VBA.

Os materiais resinosos à base de monômeros adesivos fosfatados, particularmente o MDP, tem sido relatados como os melhores cimentos para cerâmicas de zircônia, pois possuem a capacidade de interação química com os óxidos de zircônio (Wolfart et al., 2007) mediada por um grupamento éster-fosfato, que é capaz de se ligar a íons metálicos (Kern, Wegner, 1998). O excelente desempenho do cimento Panavia F consagrou este material como o de escolha em cerâmicas à base de zircônia (Pagani, 2001; Valandro et al., 2008; Wolfart et al., 2007).

O cimento de dupla polimerização autoadesivo Rely X U200 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), recentemente lançado no mercado, possui tolerância à umidade, maior fluidez e maior resistência de união tanto em substratos dentais quanto em restaurações indiretas de zircônia quando comparado ao seu precursor Rely X U100 (3M ESPE, USA). Sua versão automix tem maior conveniência, pois apresenta melhor facilidade de manipulação pela similaridade da reologia das pastas. Tem como composição o Ácido 2-propenóico, monômeros fosfatados, 2-metil, ésteres de 1,1hidroximetil; 1,2 etanodil, metacrilatos, iniciadores, catalizadores e sílica tratada com silano (informações do fabricante em www.3mespe.com). Este tipo de cimento é misturado e aplicado ao substrato e à peça protética em uma única etapa (Radovic et al., 2008).

Dessa forma, simplifica os procedimentos de cimentação com cimentos autoadesivos, minimizam o tempo clínico e diminuem a “janela de contaminação” devido à redução do número de etapas. O risco de

contaminação é menor promovendo uma melhor adesão em relação aos procedimentos que foram contaminados durante a realização (Burguess et al., 2010). A adesão dos cimentos resinosos autoadesivos tem sido bastante investigada. Acredita-se que a mesma acontece de forma complexa e parece envolver uma série de mecanismos relacionados à composição, reação de presa, interação com o cálcio do substrato dentário (Rodrigues, 2013).

A escolha do uso cimento Rely X U200 (3M ESPE) neste trabalho foi devido ao seu recente lançamento no mercado odontológico e também pela observação da obtenção de bons resultados em alguns estudos com seu antecessor, o Rely X U100 (Kumbuloglu et al., 2006; Nothdurft et al., 2009; Phark, 2009) que apresentou melhores resultados de RU em comparação com o Panavia F mediante a aplicação prévia de um agente de união em cerâmicas à base de Y-TZP. Na presente pesquisa, ao fixar o fator ST, observou-se que sua associação com o cimento resinoso Panavia F apresentou melhores resultados do que quando associado ao cimento resinoso Rely X U200. No grupo cimentado com Panavia F, duas reações podem ter ocorrido: 1) entre o silano e a sílica; 2) entre o monômero adesivo MDP e a sílica (Amaral et al., 2008). Além disso, este melhor resultado é explicado provavelmente em virtude da alta viscosidade dos cimentos autoadesivos, impedindo uma alta penetração na superfície silicatizada (De Munck et al., 2004). De acordo com Attia et al. (2011), diferenças na composição química, capacidade de molhamento, viscosidade e propriedades mecânicas dos cimentos podem influenciar sua capacidade de união à zircônia.

Na presente pesquisa, a resistência de união ao cisalhamento foi significativamente afetada pelo fator tratamento de superfície ($p = 0,0001$) e não foi afetada pelo cimento ($p = 0,2052$). Porém, o efeito interação foi significativo ($p = 0,0003$). Acredita-se que os maiores valores em médias (MPa) da interação VBA e cimentos resinosos estudados é devido à composição química do VBA, proporcionando retenção micromecânica gerada pelo comportamento corrosivo do fósforo nesta reação (Siqueira et al., 2013), e também forte ligação química, beneficiada não apenas pela presença de grande quantidade de sílica no VBA, mas também pela presença do cálcio

(presente também na estrutura dental), elemento este ausente na composição do Rocatec Soft e do Akyzent Glaze Spray, no qual suas composições são Al_2O_3 revestido por sílica e SiO_x , respectivamente. Em contrapartida, as menores médias de RU obtidas na ST pode ser explicada através da imagem obtida no MEV neste estudo, no qual pode-se ver uma maior lisura e topografia mais homogênea do filme sobre o substrato. Além disso, observa-se menor rugosidade da ST, observada na perfilometria ótica.

Constantemente as restaurações diretas e indiretas são sujeitas a alterações térmicas em boca. A ciclagem térmica submete as amostras a temperaturas extremas, o que deve refletir o que acontece no ambiente intra-bucal. Vários autores têm tentado determinar os extremos de temperaturas experimentadas em boca, por meio da utilização de termopares em restaurações protéticas (Palmer et al., 1992; Mair, 1989). Assim Mair (1989), descobriu que a temperatura em boca varia entre 0 °C, ao ingerir sorvete e de 60 a 65 °C, ao comer um sanduíche de queijo quente, sendo difícil ultrapassar estas temperaturas. O intervalo de temperatura utilizado no presente estudo foi de 5 ± 55 °C, estando portanto de acordo com a literatura.

A ciclagem térmica envelhece o corpo de prova em função da alteração de temperatura, que acelera a hidrólise dos componentes e gera tensão de contração e expansão na interface (Mair, 1989). A realização do envelhecimento das amostras é essencial para observar o comportamento do material a longo prazo. Quando o envelhecimento artificial não é realizado nos testes laboratoriais pelo fabricante, a previsão do sucesso a longo prazo pode ser limitada ou enganosa (Heintze et al., 2011).

Através do MEV foi possível observar união química do filme vitrocerâmico proposto neste trabalho à cerâmica de Y-TZP. Essa união química ocorreu devido a composição química dos materiais envolvidos neste processo. O VBA confeccionado para este trabalho contém sílica (SiO_2), óxido de cálcio (CaO) e pentóxido de fósforo (P_2O_5). A sílica é importante para promover ligações covalentes, que são ligações fortes, entre o silano e a zircônia, aumentando consequentemente a resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. O óxido de cálcio reduz a temperatura de fusão

do VBA, melhorando a estabilidade do mesmo e o fósforo tem comportamento corrosivo ao ser aplicado na superfície cerâmica, contribuindo para a retenção micromecânica (Siqueira et al., 2013). Portanto, o uso do filme de VBA baseia-se na criação de uma superfície silicatizada que se mantém unida quimicamente, de maneira estável, à superfície da cerâmica reforçada por zircônia (Matiello, 2010).

Marshall et al., 2010, abordam a ciência adesiva e relatam que em geral, a união mecânica é o modo mais efetivo para criar fortes ligações. A união química é forte, no entanto, difícil de ser reproduzida ao longo de uma interface, pois apesar das ligações covalentes serem fortes, apresentam resultados muito inferiores de resistência quando utilizadas como única forma de união. Assim, quando estas formas de união são utilizadas em uma abordagem combinada obtém-se uma união mais efetiva ao longo da interface.

O glaze via spray (Glaze Spray Vita Akyzent) e o glaze via pó + líquido (Glaze Vita Akyzent) são métodos de vitrificação disponíveis comercialmente, de mesmo fabricante e mesma composição, no entanto diferenciados pela apresentação do produto. Vanderlei et al., 2013, ao comparar a RU entre ST e vitrificação após termociclagem obteve maiores valores de RU ao realizar vitrificação, tanto via pó + líquido ($12,54 \pm 4,20$), quanto em spray ($9,28 \pm 2,72$) em comparação com a ST ($2,20 \pm 1,81$). De forma semelhante, a presente pesquisa apresentou melhores resultados de RU ao realizar a vitrificação ao comparar com a silicatização triboquímica.

Diversos trabalhos mostram a eficácia e bioatividade do VBA, indicando-o como um biomaterial promissor (Froum et al., 2002; Kokubo, Takadama, 2006; Chevalier, Gremillard, 2009; Kaur et al., 2013). Existem diversos exemplos de biomateriais na Odontologia, como o Novabone® (NovaBone Products LCC) (lançado em 1999) que são partículas de vidro bioativo misturadas com o sangue da região alveolar defeituosa com finalidade de regeneração óssea (Jones, 2013). NovaMin® (GlaxoSmithKline, UK), (lançado em 2004) é um composto de vidro bioativo Bioglass 4S5S adicionado às pastas dentais para o tratamento da hipersensibilidade dentinária (Jones, 2013). Estudos clínicos mostraram que partículas do Bioglass 4S5S aderem à

dentina e formam uma camada de hidroxiapatita semelhante à composição do esmalte dental e veda os túbulos dentinários, aliviando a dor por longos períodos, mesmo apesar da escovação ser de apenas alguns minutos durante o dia (Gillam, 2002).

Gong et al., 2014 com o objetivo de investigar se o VBA pode estimular diferenciação odontogênica e mineralização de células pulpares humanas, desenvolveram um novo VBA, o nano-58S (com tamanho de partículas entre 10 e 100 nm e composto por 58% SiO₂, 33% CaO e 9% P₂O₅ [w/w]) e compararam com o VBA convencional, o 4S5S (com tamanho de partículas entre 1 e 10 µm e composto por 45% SiO₂, 24,5% CaO, 6% P₂O₅ e 24,5% Na₂O [w/w]) e encontraram melhores resultados com o VBA experimental, que induziu a diferenciação e mineralização mais eficientemente que o VBA convencional. Os autores sugeriram que o VBA nano-58S é um candidato em potencial para regeneração de células do complexo dentino-pulpar. O desenvolvimento de novos VBAs tem contribuído para o avanço da Ciência nas várias áreas do conhecimento. Sua bioatividade e biocompatibilidade (Schepers et al., 1991; Froum et al., 2002) o permitem ser utilizado no corpo humano com o objetivo de promover interações biológicas.

Diante dos bons resultados desta pesquisa considerados através do resultado do ensaio de cisalhamento, aliado à interpretação das caracterizações em PO, MEV, DRX e classificação de falhas) pode-se sugerir que este material tem a capacidade de apresentar os 2 princípios básicos para a adesão: 1) capacidade de união micromecânica ao cimento resinoso através das microrretenções proporcionadas pelo condicionamento ácido do filme formado; 2) união química entre a sílica do filme depositado com monômeros resinosos dos cimentos utilizados, através da natureza bifuncional do silano e união química entre a sílica do filme depositado e o zircônio (Burrow et al., 1999; Della Bona, 2005; Smith et al., 2011).

Com o objetivo de avaliar a RU de cerâmicas odontológicas, ensaios mecânicos são empregados logo após a cimentação, ou após período de armazenamento (Scherrer et al., 2010). Os ensaios mais comumente empregados para avaliar a RU são de tração, microtração, cisalhamento e

microcisalhamento em corpos de prova de bloco único que são submetidos a uma carga na interface adesiva (Pucci, 2002). Valandro et al. (2008); Ozcan et al. (2008); May et al. (2010); Kitayama et al. (2010), defendem o uso do ensaio de cisalhamento para cerâmicas de zircônia, pois devido à sua dureza, seriam geradas um maior número de falhas adesivas ao invés de coesivas e também seriam evitadas as tensões geradas pela máquina de corte para obtenção dos corpos de prova, como as que ocorrem para obter os palitos do ensaio de microtração, podendo comprometer a interface adesiva. O teste de microcisalhamento foi utilizado neste estudo porque utiliza uma área de adesão muito pequena e evita o problema da não-uniformidade do stress ao longo da interface adesiva (Shimada et al., 2002; Weerasinghe et al., 2005).

Há uma concordância entre os trabalhos de Armstrong et al. (2010), Braga et al. (2010); Marshall et al. (2010) de que a técnica para realização dos “macro e micro testes” de RU não foram validados de forma sistemática e, portanto, apresentam diferentes resultados entre os institutos de pesquisa. Apesar dos testes de RU serem comumente utilizados para testar cerâmicas odontológicas, ainda não existe um protocolo reconhecido internacionalmente para ensaios de RU. Portanto, variabilidades nos resultados entre os diferentes ensaios e também entre um mesmo tipo de ensaio são encontradas (Scherrer et al., 2010; Heintze, 2013).

O uso do dispositivo de carga faca com entalhe na presente pesquisa foi atribuído ao objetivo de obtenção de distribuição uniforme de tensões e diminuição da chance de fraturas coesivas (que como resultado desta pesquisa realmente foram menores). Quanto mais distante o ponto de aplicação da tensão em relação à região de união, maior o momento de flexão, resultando não somente em tensões de cisalhamento, mas também de tração e compressão (Rodrigues, 2013). A maior quantidade de falhas adesivas obtidas neste trabalho também é justificada pelo tipo de dispositivo de carga utilizado, pois a faca com entalhe envolve o corpo de prova em aproximadamente 180°, gerando menor tensão de flexão e distribuindo uniformemente a força aplicada.

A probabilidade de falha de um material está estatisticamente distribuída em função do tamanho e distribuição espacial dos defeitos no material (Della Bona, 2009). Isso justifica a necessidade de um enfoque estatístico para análise de fraturas. Assim, a confiabilidade das cerâmicas sob tensão pode se basear na análise de Weibull, na qual os maiores valores do módulo Weibull (m) correspondem a um maior nível de integridade do material. (Burrow et al., 2004). Essa análise usa grandezas que não seguem a distribuição normal.

De acordo com a Teoria de Griffith, o material cerâmico rompe por acúmulo de tensões em defeitos na região mais fraca. Não há como medir as propriedades dos materiais dessa forma e por isso a análise de Weibull não fornece tensão de ruptura, mas sim a probabilidade de falha. Para complementar a análise estatística de materiais cerâmicos, a norma ISO/TS 11405:2003 recomenda a realização da análise de Weibull. Essa norma descreve que o valor que confere maior integridade do material são os próximos de 10 para materiais cerâmicos.

Armstrong et al. (2010); Braga et al., (2010); Marshall et al. (2010), ainda sugerem que para análise da RU os pesquisadores deveriam realizar além dos testes de RU, fazer análise complementar em MEV, estereomicroscópio e microscopia de força atômica ou perfilometria ótica para avaliar a textura da superfície para a partir de então interagir os resultados e obter conclusão mais fidedigna.

Por meio deste estudo propõe-se que a utilização do VBA como tratamento de superfície de cerâmicas à base de zircônia é uma técnica promotora de retenção e adesão. De acordo com a metodologia utilizada e as limitações deste trabalho, sugere-se que mais pesquisas sejam realizadas utilizando o VBA, a fim de predizer sua performance clínica, para comprovar sua eficácia em aumentar a resistência de união e durabilidade no meio bucal.

Novos estudos inovando o método de aplicação, composição do VBA, espessura de filme depositada e relação com os cimentos resinosos na cavidade bucal são sugeridos. Porém, por meio desta pesquisa pode-se

constatar que o VBA é um método simples, de baixo custo e que pode gerar um produto comercial para que os protéticos possam aplicar na zircônia.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados deste trabalho, é possível responder as hipóteses que foram levantadas: a resistência de união é diferente para Rocatec, Akyzent e VBA, e é igual para Rely X U200 e Panavia F, existindo interação dos efeitos.

A caracterização por DTA mostrou que a temperatura de 1200 °C é a mais adequada para a sinterização do VBA.

A DRX revelou a formação de um filme vitrocerâmico.

No MEV observou-se que a estrutura do VBA constitui-se de nanoaglomerados de formato oval, produzindo superfície heterogênea sobre a cerâmica.

Houve predominância de falhas adesivas em todos os grupos, validando o ensaio de RU utilizado.

Acredita-se que o VBA pode ser utilizado como tratamento de superfície de cerâmicas ácidorresistentes devido a sua composição química e por ser passível de condicionamento, sendo capaz de produzir superfície microrretentiva e reativa quimicamente.

8 REFERÊNCIAS*

Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bonding to zirconia using a new surface treatment. J Prosthodont. 2010;19(5):340-6.

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. J Prosthet Dent. 2007;98(5):379-88.

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

Attia A, Lehmann F, Kern N. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. Dent Mater. 2011;27(3):207-13.

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

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa. J Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. Dent Mater. 2010 Feb;26(2):e50-62.

Baldea B. Push-out bond strength and SEM analysis of two self-adhesive resin cements: An in vitro study. J Dent Sci. 2013;8(3):296-305.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. bonding to silica-based ceramics: clinical and laboratory guidelines. Quintessence Dent Technol. 2002;25:54-62.

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

*Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

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

Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e38-49.

Burguess JO, Ghuman T, Cakir D. Self- adhesive resin cements. *J Esthet Restor Dent.* 2010 Dec;22(6):412-9.

Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent.* 1999;12(6):295-8.

Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials.* 2004 Sep;25(20):5031-5.

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

Chevalier J, Gremillard L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. *J Eur Ceram Soc.* 2009;29:1245-55.

Chintapalli RK, Marro FG, Jimenez-Pique E, Anglada M. Phase transformation and subsurface damage in 3 Y-TZP. *Dent Mater.* 2013;29(5):566–72.

Chintapalli RK, Mestra Rodriguez A, Garcia Marro F, Anglada M. Effect of sandblasting and residual stress on strength of zirconia for restorative dentistry applications. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014 Jan;29:126-37.

Debnath S, Wunder SL, McCool JI, Baran GR. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dent Mater.* 2003;19(5):441-8.

Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci.* 2005 Jun;13(2):101-9

De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):963-71.

Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces *Dent Mater.* 2005;21(12):1158–62.

Froum S, Cho SC, Rosenberg E, Rohrer M, Tarnow D. Histological comparison of healing extraction sockets implanted with bioactive glass or demineralized freeze-dried bone allograft: a pilot study. *J Periodontol*. 2002; Jan;73(1):94-102.

Gillam DG, Tang JY, Mordan NJ, Newman HN. The effects of a novel Bioglass_® dentifrice on dentine sensitivity: a scanning electron microscopy investigation. *J Oral Rehabil* 2002;29(4):305–13.

Gong W, Huang Z, Dong Y, Gan Y, Li S, Gao X, et al. Ionic extraction of a novel nano-sized bioactive glass enhances differentiation and mineralization of human dental pulp cells. *J Endod*. 2014 Jan;40(1):83-8.

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

Hench LL, Paschall HA. Histochemical responses at a biomaterial's interface. *J Biomed Mater Res*. 1974;8(3):49-64.

Hench LL, Splinter RJ, Allen WC, Greenlee TK. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. *J Biomed Mater Res*. 1971;5:117-41.

Heintze SD, Albrecht T, Cavalleri A, Steiner M. A new method to test the fracture probability of all-ceramic crowns with a dual-axis chewing simulator. *Dent Mater*. 2011 Feb;27(2):e10-9.

Heintze SD. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. *Dent Mater*. 2013 Jan;29(1):59-84.

Hjerppe J, Vallittu PK, Froberg K, Lassila LVJ. Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide. *Dent Mater*. 2009; 25(2):166-71.

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

International Standardization Organization. ISO 10477: Dentistry Polymer-based crown and bridge materials. Switzerland: ISO; 2004.

International Standardization Organization. ISO/TS 11405: Dentistry–Dental Materials- Testing of adhesion to tooth structure. Switzerland: ISO; 2003.

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

Jones JR. Review of bioactive glass: from Hench to hybrids. *Acta Biomater*. 2013 Jan;9(1):4457-86.

Kaur G, Pandey OP, Singh K, Homa D, Scott B, Pickrell G. A review of bioactive glasses: Their structure, properties, fabrication, and apatite formation. *J Biomed Mater Res*. 2013 Mar 6. doi 10.1002/jbma34690 [Epub ahead of print].

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

Kitayama S, Nikaido T, Maruoka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, et al. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics. *Dent Mater J*. 2009;28(4):446-53.

Kitayama S, Nikaido T, takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010;26(5):426-32.

Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF is predicting in vivo bone activity?. *Biomaterials*. 2006;27(15):2907-15.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallitu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent*. 2006;31(2):248-55.

Lohbauer U, Krämer N, Siedschlag G, Schubert EW, Lauerer B, Müller FA. Strength and wear resistance of a dental glass ionomer cement with a novel nanofilled resin coating. *Am J Dent*. 2011;24(2):124-8.

Magne P, Paranhos MPG, Burnett Junior LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010;26(4):345–52.

McLaren EA, Giordano RA. Zirconia based-ceramics: material properties, esthetics and layering techniques of a new veneering porcelain, VM9. *Quintessence of Dental Technology* 2005;28:99-112.

Mair LH. Surface permeability and degradation of dental composites resulting from oral temperature changes. *Dent Mater*. 1989; 5(4):247-55.

Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli I. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007;35(11):819-26.

Marinho CC. Influência do tratamento de superfície pós condicionamento e da ciclagem mecânica na resistência à fratura de coroas cerâmicas [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.

Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e11-6.

Matiello RDL. Avaliação da resistência de união de um cimento resinoso a um filme vitrocerâmico depositado em superfície de Y-TZP [tese]. Campo Grande (MS): Universidade Federal do Mato Grosso do Sul; 2010.

Matsumura H, Yanagida H, Tanoue N, Atsuta M, Shimoe S. Shear bond strength of resin composite material to gold alloy with varying metal surface preparations. *J Prosthet Dent*. 2001;86(3): 315-9.

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

Molin MK, Karlsson SL. Five-year clinical prospective evaluation of zirconia – based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont*. 2008;21(3):223-7.

Ntala P, Chen X, Niggli J, Cattell M. Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates. *J Dent*. 2010;38(10):773-81.

Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Invest*. 2009;13(2):229-35.

Ohlmann B, Rammelsberg P, Schmitter M, Schwarz S, Gabbert O. All-ceramic inlay-retained fixed partial dentures: preliminary results from a clinical study. *J Dent*. 2008 Sep;36(9):692-6.

Oréfice RL, Pereira MM, Mansur HS. Biomateriais: fundamentos e aplicações. Rio de Janeiro: Cultura Médica; 2006.

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

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

Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*. 2003;19(8):725-31.

Pagani C. Avaliação in vitro da resistência adesiva ao cisalhamento entre a dentina bovina, cimentos resinosos e materiais restauradores indiretos, tratados ou não com jato de óxido de alumínio, ácido fluorídrico e silano [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2001.

Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *J Prosthet Dent*. 2006 Aug;96(2):104-14.

Palmer DS, Barco MT, Billy EJ. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent*. 1992;67(3):325-7.

Phark JH, Duarte S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconiumoxide ceramic surface. *J Prosthet Dent*. 2009;101(1):29-38.

Papadopoulos T, Tsetsekou A, Eliades G. Effect of aluminium oxide sandblasting on cast commercially used pure titanium surfaces. *Eur J Prosthodont Rest Dent*. 1999;7(1):15-21.

Perdigão J, Fernandes SD, Pinto AM, Oliveira FA. Effect of artificial aging and surface treatment on bond strengths to dental zirconia. *Oper Dent*. 2013 Mar-Apr;38(2):168-76.

Pereira GVC, Apolinário TO, Filho HRS, Gouvea CVD, Vanzillotta OS. Efeito do modo de ativação de um cimento resinoso autoadesivo na espessura da linha de cimento de copings metálicos cimentados sobre pilares protéticos. *Rev Bras Odontol*. 2012; Jul/Dez.69(2):242-5.

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

Pucci, CR. Estudo comparativo in vitro da resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos em dentina humana: uso de hipoclorito de sódio em sistemas convencionais ou primers acidificados [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2002.

Queiroz JR, Massi M, Nogueira L Jr, Sobrinho AS, Bottino MA, Ozcan M. Silica-based nano-coating on zirconia surfaces using reactive magnetron sputtering: effect on chemical adhesion of resin cements. *J Adhes Dent*. 2013 Apr;15(2):151-9.

Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*. 2008;10(4):251-8.

Rodrigues RF. Resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte e dentina [tese]. Bauru (SP): Faculdade de Odontologia, USP – Universidade de São Paulo; 2013.

Román-Rodríguez JL, Fons-Font A, Amigó-Borrás V, Granell-Ruiz M, Busquets-Mataix D, Panadero RA, et al. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2013 Jan;18(1):e115-23.

Schepers E, De Clercq M, Ducheyne P, Kempeneers R. Bioactive glass particulate material as filler for bone lesions. *J Oral Rehab*. 1991;18(5):439-52.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e78-93.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*. 2002 July/Aug;27(4):403-9.

Silva AM. Influência de diferentes tratamentos de superfície em uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal (ytzp), na resistência de união com cimento resinoso [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.

Siqueira RL, Zanotto ED. The influence of phosphorus precursors on the synthesis and bioactivity of SiO₂-CaO-P 20 5 sol-gel glasses and glass-ceramics. *J Mater Sci Mater Med*. 2013 Feb;24(2):365-79.

Smith RL, Villanuevab C, Rothrock JK, Garcia-Godoya CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater*. 2011 Mar;27(8):779-85.

Subaşı MG, Inan O. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci*. 2014;29(1):19-27.

Temenoff JS, Mikos AG. Biomaterials: the intersection of biology and materials science. New Jersey: Pearson Education; 2008.

Valandro LF, Oscan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA. Effect of testing methods on the Bond strenght of resin to zircônia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. *Dent Mater J*. 2008;27(6):849-55.

Vanderlei AD, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*. 2014;39(1):50-63.

Weerasinghe DS, Nikaido T, Wettasinghe KA, Abayakoon JB, Tagami J. Micro-shear bond strength and morphological analysis of a self-etching primer adhesive system to fluorosed enamel. *J Dent*. 2005 May;33(5):419-26.

Wilson J, Clark AE, Hall M, Hench LL. Tissue response to Bioglass endosseous ridge maintenance implants. *J Oral Implantol*. 1993;19(4):295-302.

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

Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004;71(2):381-6.

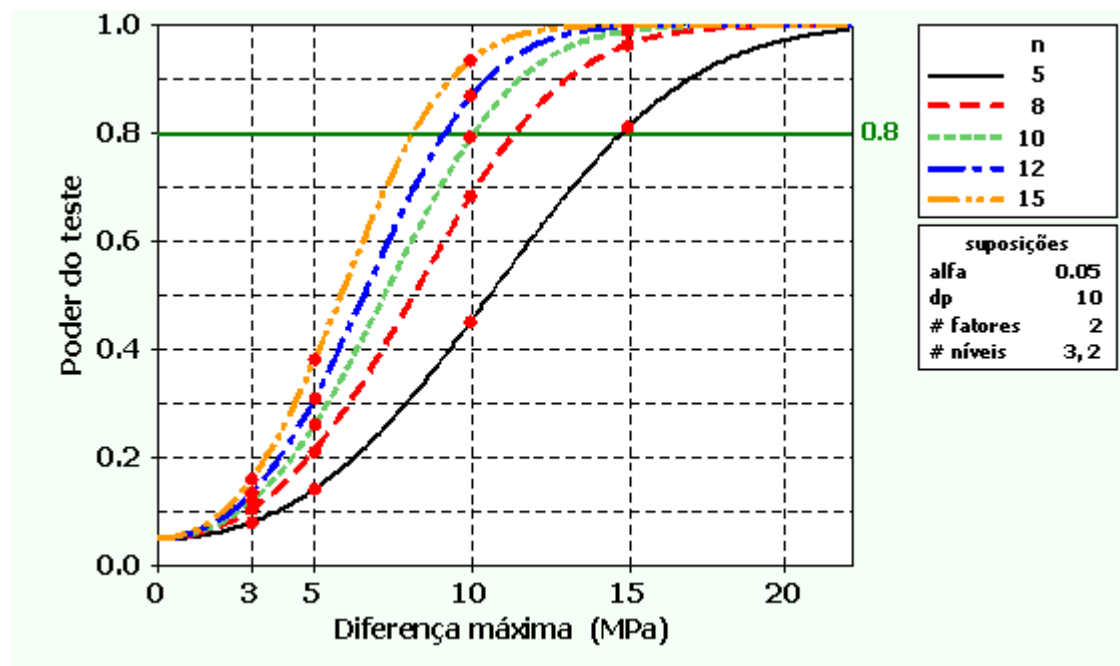


Figura 31 - Curva de poder do teste. Efeito principal (DP=10 MPa).