

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro

*Efeito de tratamentos de
superfície sobre a adesão de reparo
com resina composta em
restaurações cerâmicas à base de
zircônia Y-TZP envelhecida
hidrotermicamente*

Araraquara/SP

2013

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro

**EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE SOBRE A
ADESÃO DE REPARO COM RESINA COMPOSTA EM
RESTAURAÇÕES CERÂMICAS À BASE DE ZIRCÔNIA Y-TPZ
ENVELHECIDA HIDROTERMICAMENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral – Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para obtenção do título de Mestre em Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Coorientadora: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

Araraquara/SP

2013

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro

**EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE SOBRE A
ADESÃO DE REPARO COM RESINA COMPOSTA EM
RESTAURAÇÕES CERÂMICAS À BASE DE ZIRCÔNIA Y-TPZ
ENVELHECIDA HIDROTERMICAMENTE**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

Araraquara/SP, 14 de março de 2013.

DADOS CURRICULARES

Beatriz Regalado Galvão Ribeiro

NASCIMENTO	11.07.1984 Natal/RN
FILIAÇÃO	João Carlos Fagundes Galvão Lenira Regalado Galvão
2003 – 2007	Curso de Graduação em Odontologia Universidade Federal do Rio Grande do Norte
2007 – 2009	Curso de Especialização em Prótese Dentária Academia Norte-Rio-Grandense de Odontologia Universidade Federal do Rio Grande do Norte
2011 – 2013	Curso de Mestrado – Área de Prótese Programa de Pós-Graduação Reabilitação Oral Faculdade de Odontologia de Araraquara Universidade Estadual Paulista – UNESP

Dedicatória

Dedico aos meus pais, **João Carlos Fagundes Galvão** e **Lenira Regalado Galvão**, que sempre estiveram ao meu lado, apoiando minhas decisões mais importantes, sem medir esforços para que eu chegasse até esta etapa de minha vida. Sempre orgulhosos com todas as minhas conquistas e me ajudando nos momentos difíceis, agradeço imensamente o carinho e amor incondicional!

Ao **Alexandre Antonio Ribeiro**, meu esposo, amigo e confidente, pela fé e confiança depositada em mim, sempre acreditando e me dando forças nos meus sonhos e objetivos. Acompanhando meu crescimento tanto profissional, quanto pessoal, agradeço por todo o amor, otimismo e companheirismo. Agradeço também à sua família, pelo apoio, incentivo e generosidade!

Às minhas irmãs **Camila Regalado Galvão** e **Marília Regalado Galvão Rabelo Caldas**, pela ajuda, torcida e confiança, sempre acreditando em mim e incentivando em todas as decisões, ao lado dos meus cunhados **Ruthnaldo Lima** e **Sergei Rabelo**. À minha tia avó **Juju**, por todo carinho e cuidado desde a infância.

Enfim, à minha família, que poderei contar para sempre. Amo vocês eternamente!

Agradecimentos

A **Deus**, pelo incrível dom da vida e pela oportunidade de crescimento e aprendizado constante.

Ao meu Orientador e Professor **Gelson Luis Adabo**, pelos constantes ensinamentos, incentivos e confiança. Admiro o seu caráter, seriedade com os seus compromissos, honestidade e a devida importância à família. Com certeza, aprendi muito mais do que odontologia, mas também ensinamentos sobre a vida! Agradeço imensamente por tudo que me ensinou durante esses anos de convívio no estágio e mestrado!

À minha Coorientadora e Professora **Renata Garcia Fonseca**, por toda ajuda no desenvolvimento desse trabalho, pela total disponibilidade e generosidade.

A todos os professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Universidade Estadual Paulista. Especialmente, aos professores da clínica do estágio supervisionado, **José Maurício dos Santos Nunes Reis, Lígia Antunes Pereira Pinelli e José Cláudio Martins Segalla**.

Aos colegas da turma do Mestrado, **Andressa Perin, Beatriz Panariello, Bruna Alfenas, Carolina Brito, Chaiene Zago, Danny Omar, Eduardo Mariscal, Érica Dorigatti, Fernanda Alves, Fernanda**

Vargas, Camilo de Souza Pinto e Plinio Sciasci, pela troca de experiências e ensinamentos, além do agradável convívio.

À turma de Capacitação de Prótese sobre Implante da APCD, além dos professores **Rogério Margonar, Luiz Antonio Borelli Barros e Francisco de Assis Mollo Jr.**

À todos os **funcionários e professores** da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Universidade Estadual Paulista, especialmente aos funcionários da Biblioteca, da Central de Esterilização, das Clínicas de Prótese e do setor de Pós-Graduação, sempre prestativos.

Aos professores **Marcelo Ferrarezi de Andrade e Edson Alves de Campos** e à representante da 3M ESPE, **Mara**, pela concessão de materiais e equipamentos para o desenvolvimento da parte experimental desta pesquisa.

Aos laboratórios **Innovare e LaMaV** (Laboratório de Materiais Vítreos) do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos pela colaboração no desenvolvimento experimental deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (**CAPES**) pelo auxílio financeiro concedido durante todo o curso.

Ao amigo **Antônio Alves de Almeida Júnior**, pela ajuda e colaboração em todas as etapas desse estudo, com total disponibilidade, paciência e otimismo.

A todas as amizades conquistadas em Araraquara, em sua maioria, nordestinos, que ficarão registrados em minha memória para sempre, como **Norberto, Bruno Xavier/Ana Luíza, Andres/Denise, Raphael/Carolina, Antônio/Fabiana, Gabriel/Amanda, Roberto/Mariana, Marcell/Giovana, Aloízio/Camilla, Renato/Débora, Dra. Lídia/Isabella, José Maurício/Érica, Ruy, Sérgio/Renata, Filipe, Leila, Mariana, Ana Patrícia, Cibele, Raphael, Rafael, Daniele, Cibele, Luciana, Sílvia, Elaine e Fernanda.**

À Universidade Federal do Rio Grande de Norte, **turma de Odontologia 2007.1**, em especial à professora **Maria Ângela Fernandes Ferreira**, orientadora da iniciação científica, pelo despertar do interesse científico.

A turma de especialização em Prótese Dentária, especialmente aos professores **Clesito Cezar Fechine** vasta experiência e disponibilidade e **Gustavo Augusto Seabra Barbosa**, orientador da monografia.

Enfim, a todos aqueles que contribuíram diretamente para a realização dessa conquista, contribuindo para o meu crescimento profissional e pessoal. Agradeço imensamente!!!!

“Ama-se mais o que se conquista com esforço.”

Benjamin Disraeli

Resumo

Ribeiro BRG. Efeito de tratamentos de superfície sobre a adesão de reparo com resina composta em restaurações cerâmicas à base de zircônia Y-TZP envelhecida hidrotêrmicamente [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

RESUMO

O lascamento e a delaminação da porcelana de cobertura são considerados problemas técnicos frequentes em restaurações cerâmicas com infraestrutura em zircônia Y-TZP. O reparo intraoral com resina composta pode ser uma alternativa de tratamento para solucionar esse problema. Esse estudo avaliou o efeito de diferentes tratamentos de superfície e agentes de união sobre a união entre resina composta e zircônia Y-TZP envelhecida. Corpos-de-prova de zircônia Lava (n=14) foram confeccionados em forma de blocos (7,0 x 7,0 x 1,7 mm). Metade dos espécimes foi submetida ao envelhecimento hidrotérmico em autoclave a 134°C, 3 bar e 8 horas, enquanto a outra metade não sofreu envelhecimento (grupo controle). Difração de raios-X mostrou picos característicos das fases tetragonal e monoclinica, após a zircônia ser submetida ao tratamento em autoclave. As amostras foram subdivididas, de acordo com o tratamento de superfície: jateamento com partículas de alumina 50 µm, deposição triboquímica de sílica 30 µm (Rocatec Soft) ou sem tratamento abrasivo. Microscopia eletrônica de varredura, Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) e Difração de raios-X foram utilizados para caracterização das amostras após os tratamentos. Clearfil Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond; fina camada dos cimentos resinosos Panavia F ou RelyX U100 foram utilizados como agentes de união, antes da aplicação da resina composta Filtek Z350 XT, na forma de um cilindro (4,0 x 2,0 mm). Os nove subgrupos experimentais foram submetidos à ciclagem térmica (6.000 ciclos, 5 e 55°C, 30 segundos de imersão) antes do ensaio de resistência de união ao

cisalhamento, em máquina de ensaios mecânicos EMIC DL2000 a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência de união foram avaliados por meio da Análise de Variância a três fatores e teste de Tukey ($\alpha= 5\%$). O modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista. Em todos os corpos-de-prova sem tratamento de superfície abrasivo, ocorreu o deslocamento da resina composta da zircônia durante a ciclagem térmica e exclusão da análise estatística. Os resultados indicaram diferença estatisticamente significativa para tratamento de superfície ($p<0,001$), para agente de união ($p<0,001$) e interações ($p<0,001$). O envelhecimento influenciou apenas o grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (50 μm) + Panavia F como agente de união, promovendo aumento significativo da sua resistência de união ao cisalhamento ($p<0,001$). Os menores valores de resistência de união, nos grupos com envelhecimento, foi a combinação Jateamento com Al_2O_3 + RelyX U100 ($4,55 \pm 1,24$ MPa) e também o grupo Rocatec + Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator ($4,99 \pm 1,11$ MPa). Na condição com envelhecimento, os grupos Rocatec Soft + RelyX U100 e Jateamento com Al_2O_3 + Panavia F foram as melhores combinações. O cimento resinoso RelyX U100 antecedido por Rocatec promoveu os melhores resultados de resistência de união, na condição sem envelhecimento ($10,19 \pm 2,00$ MPa). Resistência de união de reparo em resina composta pode ser mais efetiva se a área de zircônia exposta, envelhecida ou não, for tratada pela combinação adequada de método de jateamento e agente de união.

Palavras-chave: Resistência ao cisalhamento, cimentos dentários, zircônia.

Abstract

Ribeiro BRG. Effect of surface treatments on the adhesion of repair with composite resin on zirconia YTZP-based ceramics restorations aged hydrothermally. [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

ABSTRACT

Chipping and adhesive failure of the veneer porcelain are considered frequent technical problems in zirconia YTZP-based ceramics restorations. The intraoral repair with composite resin become as an alternative treatment to solve this problem. This study evaluated the effect of different surface treatments, hydrothermal aging and bonding agent about the union Y-TZP zirconia/composite resin. 360 Lava zirconia specimens were made in the form of blocks (7.0 x 7.0 x 1.7 mm). Half of the specimens were subjected to hydrothermal aging by autoclaving at 134°C, 3 bar and 8 hs, while the other half were not subjected to aging (control group). X-ray diffraction analysis showed characteristic peaks of tetragonal and monoclinic phase, after the zirconia be subjected to autoclave treatment. The samples were subdivided according to the surface treatment: Sandblasting with 50 µm alumina particles, tribochemical silica coating 30 µm (Rocatec Soft) or without abrasive treatment. Scanning electron microscopy, Energy-dispersive spectroscopy (EDS) and x-ray diffraction were used for surface characterization. After the surface treatment 3 different bonding agents were applied: Clearfil Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond; thin layer of luting cements Panavia F or RelyX U100. A cylinder (2.0 x 4.0 mm) of composite Filtek Z350 XT was built on the prepared zirconia to simulate the repairing. The nine experimental subgroups (n = 14) were thermal cycled (6,000 cycles, 5 and 55°C, 30-second dwell time) before the test of shear bond strength in mechanical testing machine EMIC DL2000 (0.5 mm/min). Bond strength values were evaluated using 2-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 5\%$). The fracture

analyzed as adhesive failure, cohesive or mixed. All specimens without abrasive surface treatment debonded during thermal cycling. The results indicated statistically significant difference for surface treatment ($p < 0.001$), bonding agent ($p < 0.001$) and interaction ($p < 0.001$). The aging influence only the group sandblasted with particles of Al_2O_3 (50 μm) and Panavia F as bonding agent increasing significantly bond strength ($p < 0.001$). The lowest bond strength values, in groups with aging, was the combination Sandblasting with particles of Al_2O_3 + RelyX U100 (4.55 ± 1.24 MPa) and Rocatec + Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator (4.99 ± 1.11 MPa). In the condition with aging, Rocatec Soft and RelyX U100/Sandblasting with particles of Al_2O_3 and Panavia F were the best combinations. The resin cement RelyX U100 preceded by Rocatec promoted the best results of bond strength, without aging (10.19 ± 2.00 MPa). Bond strength of repair with composite resin may be improved according to the pre-treatment on the zirconia surface either aged or not.

Keywords: Shear strength, dental cements, zirconia.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	22
3 PROPOSIÇÃO.....	57
4 MATERIAL E MÉTODO.....	59
5 RESULTADO.....	68
6 DISCUSSÃO.....	88
7 CONCLUSÃO.....	96
8 REFERÊNCIAS.....	98
APÊNDICE.....	107

Introdução

1 INTRODUÇÃO

O dióxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um óxido metálico polimórfico na natureza e exibe estruturas cristalinas estáveis em diferentes temperaturas: monoclinica (baixas temperaturas), tetragonal (acima de $1170^\circ C$) e cúbica (acima de $2370^\circ C$)²⁷. Uma característica desse material é que ele passa por uma mudança da estrutura cristalina tetragonal para monoclinica durante o resfriamento, resultando em aumento no volume do cristal de 3 a 4%⁶⁵.

A transformação de tetragonal para monoclinica é desejável na presença de trinca, pois o aumento de volume da estrutura cristalina reduz a propagação da trinca. Entretanto, essa transformação, se excessiva, é considerada desfavorável, pois pode afetar as propriedades mecânicas do material⁵.

Por esse motivo, óxidos metálicos como os óxidos de cério (CeO_2), magnésio (MgO) e de ítrio (Y_2O_3) têm sido utilizados para a estabilização parcial da estrutura tetragonal da zircônia. A adição de 2-3 mol% de Y_2O_3 para ZrO_2 produz uma matriz cristalina tetragonal metaestável, mesmo em temperatura ambiente⁶⁵. Inúmeros sistemas cerâmicos à base de dióxido de zircônio estabilizado com ítria (Y-TZP), incluindo Cercon (DeguDent, Alemanha), Lava (3M ESPE, Alemanha) e Procera AllZircon (Nobel Biocare, Suécia)⁵⁰, vêm sendo utilizados na odontologia devido às suas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estética. A adição do óxido de ítrio pode evitar a transformação espontânea, na temperatura ambiente, da fase tetragonal para a fase monoclinica, termodinamicamente estável. No entanto, os cristais na fase tetragonal ainda podem sofrer uma transformação quando submetidos a uma aplicação de carga externa⁴³.

Comparada a outros materiais cerâmicos, a zircônia apresenta elevados valores de resistência à flexão (800 a 1000 MPa), tenacidade à fratura (6 a 8 MPa/m^{1/2}) e dureza (12 a 13 GPa)^{29,67-68}. Dessa forma, a

zircônia tem sido indicada em diferentes aplicações clínicas, tais como infraestruturas de coroas e próteses parciais fixas totalmente cerâmicas, *abutments* de implantes dentários, bráquetes estéticos para tratamento ortodôntico e núcleos ou pinos intra-radiculares⁴⁴.

A zircônia utilizada como infraestrutura de coroas e próteses parciais fixas, devido à sua baixa translucidez, necessita ser recoberta por uma porcelana feldspática para mimetizar as características dentárias⁴. Entretanto, estudos clínicos avaliando restaurações totalmente cerâmicas encontraram pequenos lascamentos e fratura da porcelana de cobertura em uma taxa de até 15,2%, em cinco anos^{15,55-56}, enquanto as do tipo metalocerâmico apresentam índices clínicos de lascamento ao redor de apenas 2%⁵⁶.

O lascamento da porcelana de cobertura ou *chipping* pode ser considerado o problema técnico mais frequente nas restaurações cerâmicas⁵⁶. Essas falhas podem ser causadas devido a diversos fatores como insuficiente resistência de união entre a porcelana de cobertura e a zircônia²⁴, contatos oclusais prematuros²⁴, baixa condutibilidade térmica da zircônia⁶¹ ou excessiva tensão residual devido à incompatibilidade térmica entre o material da infraestrutura e a porcelana de cobertura^{23-24,62}. Entretanto, alguns desses fatores ainda não estão totalmente elucidados na literatura.

Confecção de preparos dentários inapropriados, com redução axial insuficiente, profundidade do chanfro inadequada ou ângulos internos e externos pontiagudos também são problemáticos. Além desses fatores, a espessura dos *copings* fresados de zircônia, entre 0,4 a 0,7 mm, mais baseada em orientações empíricas do que investigações clínicas, pode influenciar o desempenho da porcelana de cobertura³⁹.

Outra falha que pode ocorrer nas restaurações cerâmicas com infraestrutura em zircônia é a fratura adesiva entre a zircônia e a porcelana, denominada delaminação, com exposição do material do

coping. Por outro lado, a falha catastrófica de infraestruturas de zircônia é uma complicação que ocorre em menor frequência²¹.

O lascamento e a delaminação da porcelana de cobertura de restaurações cerâmicas geram aumento de custos, desconforto para o paciente e aumento no tempo de trabalho quando é necessária a substituição. Além disso, a remoção dessas restaurações é um trabalho difícil e, por isso, pode-se fazer a opção por reparo intraoral com resina composta⁹.

A porcelana feldspática de cobertura tem o predomínio de fase vítrea que pode ser removida seletivamente, expondo a fase cristalina pelo condicionamento com ácido fluorídrico anidrido (HF), resultando em textura e rugosidade adequadas para a retenção do material de reparo. Soluções de ácido fluorídrico em concentrações entre 2,5% e 10% aplicadas por 2 ou 3 minutos apresentam sucesso comprovado para tratamento dessas superfícies¹². No entanto, o uso intraoral desse ácido é considerado perigoso aos tecidos moles, uma vez que, se acidentalmente o ácido fluorídrico entrar em contato com a gengiva, poderá causar necrose⁴⁶.

Por outro lado, a cerâmica à base de dióxido de zircônio é um substrato relativamente inerte, com baixa energia de superfície e molhamento³⁶. Essas cerâmicas são altamente cristalinas e tendem a resistir a métodos convencionais de condicionamento ácido, devido à ausência de uma fase vítrea⁴⁷. A aplicação de silanos convencionais sobre superfície cerâmica promove ligações covalentes e pontes de hidrogênio e é fator primordial para união eficiente entre resina e cerâmicas à base de sílica, o que não é o caso da zircônia¹². Por esses obstáculos, inúmeros tratamentos de superfície que promovam união mecânica e química têm sido propostos para melhorar a resistência da interface resina e zircônia⁹.

Uma união mais eficiente pode favorecer a cimentação adesiva em restaurações com infraestrutura em zircônia, bem como aumentar a

longevidade de reparos intraorais com resina composta, em restaurações com fraturas do tipo lascamento ou delaminação. Diversas opções de tratamentos alternativos ao HF e ao silano, tais como desgaste com pontas diamantadas, jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3), irradiação a laser, deposição triboquímica de sílica (CoJet, Rocatec), entre outras são descritas na literatura^{3,8-9,12,17,36,47,66,71}. Porém, ainda não existe um protocolo específico para o tratamento de superfície da zircônia para maior união com o reparo em resina composta.

As restaurações dentárias com zircônia estão expostas na cavidade oral a diversos fatores que promovem sua degradação. A exposição ao meio aquoso (saliva), mudanças de temperatura, acidificação durante a ingestão de alimentos e carga cíclica da mastigação tendem a conduzir uma diminuição da estabilidade mecânica da zircônia, pela transformação da fase tetragonal para monoclinica³⁴. Esta transformação de fase pode ser induzida simplesmente por envelhecimento hidrotérmico no ambiente úmido da cavidade oral³⁴, também denominado degradação à baixa temperatura, onde essa transformação de tetragonal para monoclinica inicia na superfície dos grãos e avança para o interior do material⁴.

Tem sido demonstrado em estudos em que se fizeram simulações de envelhecimento hidrotérmico da zircônia em autoclave, diminuição da resistência mecânica, assim como aumento da fase monoclinica^{16,32,34}.

Dentre os tratamentos de superfície sugeridos tanto para cimentação quanto para reparos, na grande maioria dos estudos, estes dois procedimentos são realizados em amostras de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada que não simulam o possível processo de envelhecimento de uma estrutura de zircônia em função na cavidade bucal. Este fato poderia implicar em vieses nos estudos sobre reparos^{9,20}.

Em vista do exposto, julgou-se oportuno estudar o efeito de tratamentos de superfície, materiais e a possível influência do

envelhecimento da zircônia sobre a adesão de materiais à base de resina composta ao substrato de zircônia.

Revisão da Literatura

2 REVISÃO DA LITERATURA

No intuito de colher informações sobre os fatores relacionados ao reparo com resina composta em restaurações cerâmicas com infraestrutura em zircônia, esta revisão da literatura foi dividida em três seções. A primeira foca em estudos relacionados ao desempenho da zircônia na odontologia, englobando as taxas de sucesso encontradas e os maiores problemas relacionados, como os lascamentos, fraturas e delaminações. A segunda seção está relacionada à degradação à baixa temperatura e suas consequências. E, finalmente, a terceira parte foca na união adesiva entre zircônia/resina ou cimento resinoso, e os inúmeros métodos de aperfeiçoamento, por meio de tratamentos de superfície.

- Desempenho da zircônia na odontologia

2001-2012

Raigrodski, Chiche⁵² (2001) realizaram uma revisão de literatura com dados publicados em próteses parciais fixas (PPFs) totalmente cerâmicas entre 1966 e 2001, na língua inglesa. Os autores sugeriram mais estudos clínicos (preferencialmente clínicos controlados) para avaliar o desempenho de PPFs cerâmicas anteriores a longo prazo. Esses estudos seriam necessários para determinar se as PPFs cerâmicas são adequadas para substituir dentes perdidos na região anterior da maxila e, ao mesmo tempo, oferecer ao paciente segurança, efetividade, saúde oral e conforto social.

Em outra revisão de literatura, Raigrodski⁵¹ (2004) avaliou a evolução e o desenvolvimento de materiais e tecnologias para PPFs totalmente cerâmicas. Artigos revisados foram identificados através de uma pesquisa na base de dados MEDLINE, bem como pesquisa em livros relevantes. Foi observado que os sistemas mais contemporâneos utilizavam a zircônia Y-TZP como material de infraestrutura, podendo ser

considerada uma modalidade de tratamento alternativo para substituição de dente ausente em ambos os segmentos (anterior e posterior).

A taxa de sobrevida até cinco anos e a incidência de complicações de próteses fixas totalmente cerâmicas comparadas com as próteses metalocerâmicas foi o objetivo principal da revisão sistemática conduzida por Sailer et al.⁵⁶ (2007). Uma busca eletrônica pela base de dados MEDLINE complementada por busca manual foi realizada para identificar estudos longitudinais prospectivos e retrospectivos em reconstruções totalmente cerâmicas e metalocerâmicas, com um tempo médio de acompanhamento de pelo menos três anos. Análises completas foram obtidas por 39 artigos, resultando em nove estudos com PPFs cerâmicas que satisfizeram os critérios de inclusão. A sobrevida em cinco anos de PPFs metalocerâmicas foi significativamente maior do que a taxa de sobrevida de PPFs totalmente cerâmicas. Comparada com as PPFs metalocerâmicas, a taxa de falha anual das PPFs cerâmicas foi 2,11 vezes maior.

DellaBona, Kelly²¹ (2008) buscaram restaurações totalmente cerâmicas na literatura (ensaios clínicos randomizados, estudos controlados não randomizados, estudos longitudinais prospectivos e estudos retrospectivos) utilizando as bases de dados MEDLINE e PUBMED com foco nas publicações entre 1993 e 2008, além de busca manual em jornais e revistas relevantes. Foi observado um consenso entre os especialistas, que recomendaram apenas sistemas à base de zircônia como indicação para restaurações de três elementos, envolvendo um molar. Entretanto, lascamentos da porcelana de cobertura nas restaurações de zircônia apresentaram-se como um problema.

Aboushelib et al.¹ (2009) compararam o tipo de falha clínica e a tensão de fratura de restaurações cerâmicas à base de zircônia fraturadas clinicamente com réplicas morfológicamente semelhantes, utilizando uma abordagem fractográfica. As restaurações fraturadas foram coletadas de quatro clínicas odontológicas e preparadas para análise fractográfica. As

réplicas foram submetidas ao carregamento estático com aplicação de uma carga axial, em máquina de ensaio universal. Os princípios da fractografia foram utilizados para identificar a localização e as dimensões da trinca crítica e estimar a tensão de ruptura. A falha foi classificada de acordo com a origem e tipo ($p < 0,05$ foi considerado significativo). Os autores observaram que as restaurações fraturadas clinicamente falharam devido à delaminação da porcelana de cobertura, defeitos na interface infraestrutura/cobertura, fratura do conector, dentre outros. Enquanto que as réplicas falharam principalmente por fratura da porcelana de cobertura ou por fratura do conector. Além disso, a tensão de ruptura estimada foi significativamente maior para as réplicas em comparação com as restaurações clinicamente fraturadas.

Estudo clínico prospectivo de Schmitt et al.⁵⁹ (2009) avaliou a confiança de PPFs posteriores de 3 a 4 elementos, com infraestrutura em zircônia após 3 anos de função clínica. Trinta pacientes, necessitando de PPF posterior para substituir um ou dois dentes perdidos, foram incluídos no estudo. O preparo dos dentes pilares foi feito com redução oclusal de 1,5 a 2 mm, redução axial de 1,5 mm e chanfrado circunferencial com término 0,5 mm subgingival. As infraestruturas foram confeccionadas com a técnica CAD/CAM (computer-aided design/computer-aided manufacturing), utilizando Lava (3M ESPE). Todas as PPFs foram cimentadas com cimentos de ionômero de vidro. Exames iniciais e após 12, 24 e 36 meses da cimentação da prótese, foram realizados para avaliar a taxa de sobrevida e o sucesso da infraestrutura em zircônia e a cobertura de porcelana. Para analisar o efeito de uma restauração totalmente cerâmica no tecido gengival, índice de placa, Índice de sangramento e profundidade de sondagem do pilar (teste) e dente análogo contralateral (controle) foram verificados. Os dados foram analisados por estatística descritiva, teste Wilcoxon e Teste McNemar. Dos 30 sujeitos iniciais, 27 pacientes com 27 PPFs foram examinados após período médio de 34,2 meses. Todas as PPFs ainda estavam em

uso e não fraturadas, resultando em uma taxa de sobrevivência de 100% para as infraestruturas. Uma PPF exibiu maior lascamento após 36 meses. Com o consentimento do paciente, a área fraturada foi polida e permaneceu *in situ* para observação futura. Fraturas coesivas menores ocorreram em duas restaurações. A delaminação da porcelana de cobertura com exposição da infraestrutura em zircônia não foi detectada. Uma taxa de sucesso cumulativo foi 96,3%. Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi observada entre os parâmetros periodontais dos dentes teste e controle.

Para investigar a área problemática da interface revestimento de porcelana/infraestrutura de Y-TZP e os processos de confecção e as reações associadas resultando em redução da estabilidade da zircônia, observações de alta resolução em MEV foram feitas por Tholey et al.⁶⁴ (2009). Seções transversais da área da interface (VITA In-Ceram Y-TZP/Porcelana de cobertura VITA VM9) foram polidas e condicionadas com gel contendo ácido fluorídrico, utilizando pós de porcelana de cobertura secos e úmidos sobre a base de zircônia. O ácido fluorídrico a 5% (VITA ETCH Gel) foi aplicado por 20 segundos para revelar os detalhes na região da interface. A hipótese levantada foi que as alterações microestruturais dos grãos de Y-TZP observadas na interface estão associadas com a umidade, induzindo a transformação de tetragonal para monoclinica da zircônia. Observou-se, em alguns casos, que os grãos de zircônia na interface mostraram alterações superficiais que indicam uma possível desestabilização da fase tetragonal e, além disso, que o material da porcelana de cobertura molha e ocorre alguma dissolução do Y-TZP. A água destilada, álcool e o líquido de modelagem com o pó de porcelana apresentaram efeito semelhante sobre os grãos de zircônia, embora a intensidade pareceu aumentar com soluções à base de água. A extensão dessa alteração superficial parece ser dependente do teor de umidade da porcelana e da temperatura de queima.

Da mesma maneira, Tholey et al.⁶³ (2010) também avaliaram a interface porcelana de cobertura/zircônia Y-TZP por meio de micro-difração de raios-X em duas dimensões, realizadas em seções de VITA In-Ceram Y-TZP/VITA VM9 para gerar informações sobre teor de fase tetragonal/monoclínica dessa região. Para obter uma elevada intensidade de feixe de raios-X, tempos de medição curtos centrados em uma área com diâmetro de aproximadamente 50 µm foram utilizados. Para observar apenas a reação de união inicial entre os dois materiais diferentes, nenhum processo de queima posterior foi realizado e apenas uma camada de porcelana foi aplicada. O método de adição de líquido à porcelana foi sistematicamente variado até a ausência completa do líquido de modelar do sistema (VITA VM Modelling Liquid). Em quase todas as condições, a composição da fase dos grãos de zircônia na interface revelou tanto estrutura monoclínica como tetragonal. Estas observações indicam que a desestabilização da fase tetragonal de zircônia ocorre na interface durante o recobrimento com porcelana. As observações utilizando difração de raios-X indicaram uma transformação estrutural localizada de tetragonal para monoclínica na superfície do material da infraestrutura Y-TZP, especialmente quando havia umidade durante a queima. Na ausência de umidade no interior do revestimento de porcelana feldspática, nenhuma transformação da fase tetragonal foi identificada. Como consequência dos resultados deste estudo, os autores recomendaram o uso de uma técnica de aplicação de camada de porcelana, tão fina e seca quanto possível para as camadas iniciais, evitando assim, a desestabilização dos cristais tetragonais da infraestrutura Y-TZP na interface.

Outra revisão sistemática, de Al-Amleh et al.⁴ (2010) registrou o sucesso clínico de restaurações com zircônia fabricadas por ambos os processos de fresagem (antes ou após sinterização), no que diz respeito a fraturas da infraestrutura e lascamento da porcelana de cobertura. Revisão abrangente da literatura foi feita com ensaios *in vivo* de

restaurações com zircônia nas bases de dados MEDLINE e PUBMED entre 1950 e 2009. Busca manual de importantes revistas odontológicas também foi realizada. Dezesete ensaios clínicos envolvendo restaurações com zircônia foram encontrados, nos quais 13 foram conduzidos em PPFs, 2 em coroas simples e 2 em pilares de zircônia para implantes. Onze foram à base de zircônia com fresagem antes da sinterização e 6 com fresagem pós sinterização. Além disso, é interessante observar que todos os 17 estudos incluíram o bruxismo como um critério de exclusão e, portanto, alertou uma limitação potencial desses sistemas totalmente cerâmicos que não está sendo investigado clinicamente. Lascamento da porcelana de cobertura foi uma ocorrência comum e a maior incidência foi localizada na região de segundo molar, por causa de maiores forças encontradas na região posterior da boca. Baseado no número limitado de estudos *in vivo* em curto prazo, a zircônia parece ser adequada para a fabricação de coroas unitárias, PPFs e pilares de implante.

O artigo de revisão conduzido por Komine et al.³⁵ (2010) descreve o estado atual das restaurações fixas à base de zircônia, incluindo resultados de estudos *in vitro* e o desempenho clínico dessas restaurações. Os autores observaram que, em termos de resistência à fratura, as próteses parciais fixas de zircônia têm potencial para resistir às forças oclusais fisiológicas aplicadas na região posterior e, portanto, promover alternativas interessantes às restaurações metalocerâmicas. Avaliações clínicas têm indicado uma excelente sobrevida clínica de coroas e próteses parciais fixas à base de zircônia. Entretanto, alguns estudos clínicos revelaram uma elevada incidência de lascamentos da porcelana de cobertura. Restaurações com cobertura total à base de zircônia com retenção adequada não requerem união adesiva para a cimentação definitiva, entretanto, a união à resina pode ser vantajosa em algumas situações clínicas. Tratamentos de superfície combinando jateamento e *primers* específicos com um monômero fosfatado hidrófobo

são atualmente confiáveis para união às cerâmicas à base de zircônia. Porém, estudos clínicos e *in vitro* futuros ainda são necessários para obter mais informações clínicas sobre restaurações à base de zircônia a longo prazo.

A proposta da revisão de literatura de Schley et al.⁵⁸ (2010) foi calcular as taxas de sobrevida até 5 anos de PPFs totalmente cerâmicas à base de zircônia e analisar as complicações técnicas e biológicas. Pesquisa eletrônica da literatura nas bases de dados MEDLINE e PUBMED foi conduzida independentemente por três revisores para identificar estudos clínicos entre 1999 e 2009, complementada por uma pesquisa manual. Nove estudos preenchem os critérios de inclusão. No total, 310 PPFs de 3 a 4 elementos e 20 PPFs com mais de 4 elementos foram incluídas. A taxa de sobrevida estimada em 5 anos para todas as PPFs foi 94,29% (IC 95% 58,98 – 99,32); 19 PPFs foram perdidas como resultado de falhas catastróficas. Com relação às complicações técnicas, o lascamento foi a complicação mais frequente. A maioria dos lascamentos ocorreu na região posterior, na superfície oclusal dos dentes pilares. De acordo com os critérios de avaliação, uma renovação dos maiores lascamentos das PPFs teria sido necessária. No entanto, uma das PPFs foi deixada *in situ* para observação posterior. Nos outros casos, as PPFs permaneceram *in situ* e foram polidas ou reparadas com uma restauração de resina composta.

Em outro estudo experimental, a influência da taxa de resfriamento na resistência de união entre a infraestrutura de zircônia e a porcelana de cobertura foi avaliada por Gostemeyer et al.²⁸ (2010). Quatro porcelanas feldspáticas de cobertura diferentes recomendadas para zircônia (Lava Ceram, Triceram, VM9 e Zirox) foram sinterizadas sobre os espécimes Y-TZP (Lava Frame) de formato retangular e resfriados utilizando uma taxa rápida ou lenta. Os espécimes bicamadas resultantes foram carregados em teste de flexão a quatro pontos. A carga crítica para induzir extensão da trinca na interface zircônia/cobertura foi determinada. Adicionalmente,

medidas de dilatométrica das porcelanas de cobertura foram realizadas para determinar o coeficiente de expansão térmica. A resistência de união entre a infraestrutura de zircônia e a porcelana de cobertura diminuiu com a taxa de resfriamento mais lenta. Os resultados indicaram que o resfriamento lento das restaurações com zircônia pode aumentar o risco de falhas adesivas de delaminação entre a infraestrutura de zircônia e a porcelana de cobertura.

O objetivo do estudo de Guazzato et al.³⁰ (2010) foi investigar o desenvolvimento de trincas espontâneas (lascamento, ruptura) em uma variedade de porcelanas de cobertura para infraestrutura em zircônia como resultado de um estresse térmico induzido por mudanças na espessura e taxa de resfriamento. A incidência de trincas e ruptura da porcelana de cobertura aumentou com a taxa de resfriamento mais rápida e com o aumento da espessura dos espécimes em três combinações porcelana-zircônia.

No estudo de Nothdurft, Pospiech⁴⁵ (2010), 40 pilares pré-fabricados feitos de dióxido de zircônio Y-TZP (Cercon) foram inseridos na região posterior sob condições clínicas controladas. O objetivo foi testar se pilares feitos de zircônia eram adequados para esta indicação. Parâmetros de investigação incluíram reações do tecido peri-implantar e da integridade estrutural da porcelana de cobertura sobre implantes. Resultados após 12 meses em função foram relatados. Na investigação clínica, a maioria dos tecidos da região peri-implante estavam saudáveis. Nenhuma falha mecânica foi registrada nos pilares de zircônia. Não houve perda do implante, nem fratura de coroas. No estante, lascamentos da porcelana de cobertura foram registrados em quatro casos (10%).

O objetivo do estudo *in vitro* de Rosentritt et al.⁵⁴ (2011) foi investigar se os diferentes desenhos da infraestrutura em zircônia e processos de recobrimento com a porcelana feitos por diferentes técnicos de prótese dentária influenciariam significativamente o lascamento em próteses fixas dentárias à base de zircônia durante uma simulação de uso

na cavidade oral. Cinco grupos (n = 8) de infraestruturas de zircônia (Zirkonzahn) com três unidades foram fabricados em três laboratórios diferentes. Três foram recobertos com porcelana idênticas (grupos 1-3) e um com uma porcelana diferente (grupo 4). O quinto grupo foi fresado para um contorno final sem revestimento. Todas as próteses parciais fixas foram cimentadas adesivamente (Variolink 2) a dentes humanos, termocicladas e carregadas mecanicamente utilizando dentes antagonistas ($1,2 \times 10^6 \times 50\text{N}$; $6.000 \times 5^\circ\text{C}/55^\circ\text{C}$). As próteses que resistiram aos ciclos térmicos e mecânicos foram carregadas até fraturar. As áreas do *chipping* variaram entre $2,3 \text{ mm}^2$ (grupo 3) e $58,7 \text{ mm}^2$ (grupo 2). Em todos os casos, as falhas começaram a partir de pontos de contato. Nenhuma correlação significativa foi determinada entre espessura do conector e número de falhas. A média da resistência à fratura variou entre 1,01 N (grupo 3) e 2,12 N (grupo 2). Os resultados mostram a necessidade de observar o desenho oclusal das restaurações e a situação de contato com o dente antagonista: afiação das cúspides, aumento da força mastigatória, forçando o desgaste e destruição dos pontos de carga, promovendo falhas, trincas e a chance de lascamento.

Desde a introdução dos copings fresados de zircônia para coroas cerâmicas, uma variedade de técnicas têm sido introduzidas para reduzir a incidência de lascamento ou fratura da porcelana de cobertura. Um método de redução do lascamento seria limitar ou eliminar a cobertura de porcelana sobre infraestruturas de zircônia. O estudo conduzido por Marchack et al.³⁹ (2011) descreveu quatro situações clínicas representativas onde esforços foram feitos para minimizar ou eliminar a cobertura de porcelana sobre a zircônia em coroas/próteses fixas posteriores. Coroa completa de zircônia polida, coroa completa de zircônia caracterizada e glazeada, coroa de zircônia com porcelana aplicada apenas na face vestibular e prótese parcial fixa de zircônia com porcelana aplicada apenas na face vestibular foram realizadas. As técnicas de fabricação descritas para atingir a espessura mínima e

uniforme da porcelana de cobertura utilizaram cera para contorno anatômico e técnicas de duplo escaneamento, ambas etapas laboratoriais. Os casos apresentados conseguiram alcançar estética aceitável, mas não ideal.

O objetivo da revisão sistemática realizada por Raigrodski et al.⁵³ (2012) foi avaliar taxas de sobrevida e complicações de próteses parciais fixas à base de zircônia. Pesquisas realizadas no PubMed além de busca manual foram conduzidas para identificar as publicações adequadas. Os estudos clínicos publicados no idioma Inglês de janeiro de 1999 a junho de 2011 foram incluídos. Doze estudos clínicos baseados em zircônia, desenho da infraestrutura e técnica de revestimento com porcelana feldspática preencheram os critérios de inclusão. Dos estudos identificados, apenas um foi estudo clínico randomizado, com três anos de acompanhamento de resultados; os outros eram estudos prospectivos. As complicações clínicas encontradas incluíam lascamento de porcelana de cobertura, falha no *abutment* e fratura da infraestrutura. Um estudo investigou cerâmicas prensadas como material de revestimento e não encontrou lascamento de porcelana de cobertura após 3 anos. Os dados clínicos em curto prazo sugerem que as próteses fixas dentárias à base de zircônia podem ser consideradas restaurações aceitáveis, em ambos os segmentos anterior e posterior. Os dados limitados sugerem que a técnica de cobertura com cerâmicas prensadas para zircônia resultou em melhores resultados clínicos do que a técnica de estratificação convencional.

Outro estudo longitudinal prospectivo de Peláez et al.⁴⁸ (2012) avaliou o desempenho de PPFs posteriores de três elementos, com infraestrutura em zircônia. Vinte próteses foram selecionadas de 17 participantes para substituição de um segundo pré-molar ou um primeiro molar (11 na maxila e 9 na mandíbula). Todos os dentes pilares foram preparados com redução axial de 1,5 mm e redução oclusal de 1,5 a 2 mm, e as infraestruturas foram confeccionadas com o sistema Lava. As

restaurações foram cimentadas com cimento resinoso. Dois examinadores independentes, devidamente calibrados avaliaram as próteses em uma semana, 1, 2 e 3 anos com o sistema de avaliação de qualidade (*Association Dental California*), que avalia superfície, cor, forma anatômica e integridade marginal. Parâmetros periodontais como índice gengival, índice de placa, índice de margem, e as profundidades de sondagem dos dentes pilares e dos dentes contralaterais também foram avaliados. Os dados foram analisados usando estatística descritiva e teste Wilcoxon ($\alpha= 0,05$). Todas as próteses fixas foram classificadas como satisfatórias após 3 anos e nenhuma fratura na infraestrutura de zircônia foi observada. Uma prótese fixa foi perdida por causa de uma complicação biológica no exame de 3 anos. Pequeno lascamento da porcelana de cobertura foi observado em 2 participantes (10%). Entretanto, substituições das restaurações não foram necessárias, pois as áreas de fratura foram polidas, sem comprometimento estético da PPF. Nenhuma diferença estatisticamente significativa entre os parâmetros periodontais de teste e controle foi observada, exceto para o índice de margem. Após 36 meses, 10% das restaurações estavam subgengivais, 60% estavam no mesmo nível da gengiva e 30% estavam supragengivais. A taxa de sobrevida em 3 anos foi 95%.

Anusavice⁷ (2012), por meio de uma revisão das publicações relevantes de ensaios clínicos identificou a variabilidade na notificação dos eventos de fratura. O foco principal desta revisão foi a suscetibilidade à fratura do tipo lascamento ou fratura de corpo em próteses parciais fixas metalocerâmicas e à base de zircônia, monitoradas através de exames por três anos ou mais. Esses relatórios e avaliações sistemáticas foram publicados em periódicos odontológicos, no idioma inglês entre 2004 e 2010. De acordo com o autor, a etiologia específica das fraturas de lascamento ainda é desconhecida, porque os detalhes destas fraturas são limitadas a descrições superficiais e análises fractográficas sistemáticas não foram realizadas para determinar o local da origem da trinca e as

tensões que causaram a fratura. Por isso, a adoção de relatórios de fratura padronizados também poderia melhorar a capacidade de determinar as causas das fraturas e identificar as ações corretivas que poderiam ser tomadas no futuro para prevenir ou reduzir significativamente a frequência dos lascamentos. Essas medidas auxiliariam dentistas e cientistas em suas análises de comportamento dos lascamentos e fraturas de próteses, permitindo ao clínico determinar a necessidade ou não de substituição da prótese.

- Degradação à baixa temperatura

2009-2012

Apesar da zircônia apresentar excelentes propriedades mecânicas, os fenômenos da diminuição do tempo de vida da zircônia resultado da degradação após envelhecimento à baixa temperatura têm sido relatados. O objetivo do estudo de Kim et al.³² (2009) foi investigar a resistência à flexão de espécimes de Vita InCeram YZ (Vita Zahnfabrik, Alemanha) após vários tratamentos de envelhecimento à baixa temperatura (75, 100, 125, 150, 175, 200 e 225°C durante 10 horas) e avaliar, por meio de análise de difração de raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), transformações das fases e mudanças estruturais após o envelhecimento. A fase monoclinica começou a aparecer após o tratamento do envelhecimento acima de 100°C. A fração de fase monoclinica aumentou à medida que a temperatura de envelhecimento tornou-se mais elevada. A proporção de fase monoclinica/tetragonal mais monoclinica chegou a um valor constante, cerca de 75% acima de 175°C.

O estudo de Kim et al.³³ (2010) abordou a degradação hidrotérmica na zircônia submetida ao processamento CAD/CAM. A hipótese nula era que tanto a usinagem CAD/CAM como também tratamentos de superfície subsequentes (acabamento/polimento e jateamento), não apresentariam efeito sobre o comportamento de degradação hidrotérmica na cerâmica Y-

TZP. Para isso, blocos de Y-TZP foram usinados por CAD/CAM (0,5 mm de espessura), com ou sem subsequente acabamento por meio de partículas de granulometrias diferentes, ou jateamento com partículas de alumina e foram submetidos ao envelhecimento acelerado em autoclave. Os resultados mostraram que os tratamentos de superfície, ou seja, a usinagem CAD/CAM, com ou sem jateamento ou acabamento posterior, tem efeitos pronunciados sobre o comportamento de degradação hidrotérmica da cerâmica Y-TZP. A análise de difração de Raios-X revelou nenhuma fase monoclinica detectável em espécimes de zircônia apenas usinadas por CAD/CAM e em amostras submetidas ao envelhecimento em curto prazo (até 2 horas a 122°C, 2 bar). No entanto, as superfícies rugosas, sem a presença de quaisquer tensões de compressão, eventualmente, levaram a um aumento da degradação à baixa temperatura das superfícies de zircônia.

Devido ao fato da degradação à baixa temperatura e ciclagem térmica e mecânica poder diminuir a resistência da zircônia e comprometer o sucesso em longo prazo das restaurações dentárias, Borchers et al.¹⁴ (2010) avaliaram a influência das condições hidrotérmicas e mecânicas na resistência à flexão biaxial da zircônia 3Y-TZP. Cento e quarenta e quatro espécimes em forma de disco (1,3 mm x 14,0 mm) foram produzidos a partir dos materiais Lava (3M ESPE) e VITA In-Ceram YZ (VitaZahnfabrik) e submetidos a uma das seguintes condições: sem tratamento (controle); 10^6 e 5×10^6 ciclos mecânicos, com um limite de carga superior a 100 N; 10^4 ciclos térmicos entre 5 e 55°C; armazenamento de 200 dias em água a 36°C; uma combinação das condições anteriores; armazenamento em água a 80°C durante 64 dias e armazenamento em autoclave a 134°C durante 8 horas. O conteúdo da fase monoclinica foi avaliado por análise de difração de raios-X que revelou um aumento substancial do conteúdo de fase monoclinica, a partir de 2% inicial (controle) a um máximo de 10%, de acordo com as condições de armazenamento. Apesar das cerâmicas Y-TZP utilizadas

mostrarem claramente uma transformação superficial da fase tetragonal para monoclinica detectável após diferentes tratamentos hidrotérmicos, sua elevada resistência à flexão aparentemente não foi afetada significativamente.

Cattani-Lorente et al.¹⁶ (2011) submeteram barras de cerâmica à base de zircônia Y-TZP Lava (3M-ESPE) à degradação hidrotérmica *in vitro* através de exposição ao vapor de água a 140°C durante sete dias. Técnicas de difração de raios-X, microscopia de força atômica e MEV foram aplicadas para observar e quantificar a transformação de fase tetragonal para monoclinica associada com o processo. Nanoindentação foi utilizada para avaliar as propriedades mecânicas da zircônia antes e após a degradação hidrotérmica. E a textura associada com a transformação martensítica de tetragonal para monoclinica foi observada na superfície dos grãos. As propriedades mecânicas se deterioraram com a degradação hidrotérmica, resultando numa redução de 30% do módulo de Young e dureza. Uma forte correlação foi encontrada entre a fração monoclinica crescente e o declínio da resposta mecânica. Foi concluído que o aparecimento da fase monoclinica e a microfissuramento associado foram as causas mais prováveis para a degradação das propriedades mecânicas.

O objetivo do estudo de Hallmann et al.³¹ (2011) foi avaliar a influência do tamanho do grão e do jateamento na degradação à baixa temperatura da zircônia Y-TZP. Espécimes da cerâmica Y-TZP (Cercon, DeguDent) em forma de disco (3,0 x 25,0 mm) foram sinterizados a 1350, 1450, e 1600°C e o jateamento foi realizado com diferentes partículas abrasivas. As amostras foram armazenadas durante 2 horas a 134°C sob pressão de 2,3 bar de vapor de água. Todas as amostras foram caracterizadas por análise de difração raios-X, espectroscopia Raman, microscopia de força atômica, microscopia eletrônica de varredura, dentre outras. A degradação da cerâmica Y-TZP na condição de envelhecimento acelerado dependeu do tamanho de grão, ou melhor, quando o tamanho

do grão foi alcançado no valor crítico, cerca de 0,3 μm , a transformação de fase tetragonal para monoclinica ocorreu. Espécimes Y-TZP sinterizados a 1600°C resultou em uma maior taxa de degradação (tamanho médio de grãos cerca de 0,72 μm). A formação de ligações Y-OH e Zr-OH não foi observada e o gradiente de concentração de íons de ítrio na superfície dos grãos também não ocorreu.

Allahkarami, Hanan⁶ (2011) mapearam a transformação de fase de tetragonal para monoclinica em coroas dentárias com infraestrutura de zircônia. Este estudo utilizou um método experimental para mapear a transformação de fase, após a aplicação de carga compressiva até fratura. Tais fraturas se assemelharam clinicamente às falhas observadas como lascamento. O mapeamento utilizou microdifração de raios-X 2D automaticamente posicionado na camada da infraestrutura de zircônia de uma coroa fraturada. Transformações da fase tetragonal para monoclinica foram observadas, principalmente na área de impacto.

O objetivo da investigação de Kohorst et al.³⁴ (2012) foi determinar a influência do envelhecimento simulado na transformação de fase tetragonal para monoclinica e resistência flexural de uma zircônia Y-TZP, comparada a zircônia com alumina (ATZ) e zircônia estabilizada por cério (12Ce-TZP). Espécimes em forma de disco foram hidrotermicamente tratados em vapor durante 0, 16, 32, 64 ou 128 horas, a uma temperatura de 134°C e 3 bar, numa autoclave de esterilização (STM-MCS-J, SANOclav, Alemanha) para simular degradação à baixa temperatura. Após a conclusão do envelhecimento, o conteúdo das fases de zircônia monoclinica e tetragonal foi medido por meio de difração de raios-X. Microscopia eletrônica de varredura foi feita para estimar a profundidade da zona de transformação. A resistência flexural foi investigada por um teste de resistência à flexão biaxial. A difração revelou um significativo aumento na fase monoclinica para Y-TZP e ATZ devido ao envelhecimento, embora esse aumento tenha sido menos pronunciado para ATZ. O Y-TZP demonstrou uma diminuição significativa na

resistência flexural. Os resultados indicaram que tanto a alumina e o cério, como óxidos estabilizadores, reduzem a susceptibilidade da degradação hidrotérmica da zircônia e o uso alternativo desses óxidos pode aumentar a estabilidade clínica a longo prazo de restaurações dentárias com zircônia.

Flinn et al.²⁶ (2012) avaliaram as características do envelhecimento acelerado em 3 materiais disponíveis comercialmente de zircônia Y-TZP (Lava, Zirkozahn e Zirprime). As amostras foram submetidas a tratamentos hidrotérmicos em 134°C a pressão de 0,2 MPa (n = 5 por grupo, por 50, 100, 150 e 200 horas) e 180°C a 1,0 MPa de pressão (n = 5 por grupo por 8, 16, 24, 28, e 48 horas) em autoclave. Trinta barras (22,0 × 3,0 × 0,2 mm), para cada marca, foram cortadas e sinterizadas de acordo com as especificações do fabricante. Amostras de controle (n = 10) para cada marca foram avaliadas sem tratamento. A transformação de tetragonal para monoclinica foi medida por meio de difração de raios-X e a resistência à flexão em quatro pontos (ASTM1161-B) foi verificada para todos os grupos. Após 200 horas a 134°C e 0,2 MPa, a resistência à flexão diminuiu significativamente e alguns cristais tetragonais foram transformados para a fase monoclinica. Após 28 horas a 180°C e 1,0 MPa, todas as amostras Lava e Zirkozahn fraturaram espontaneamente durante o envelhecimento. A resistência à flexão foi reduzida com o aumento da fase monoclinica e, de acordo com os autores, o envelhecimento hidrotérmico da cerâmica Y-TZP pode causar significativa transformação da estrutura cristalina de tetragonal para monoclinica, o que resultou em uma diminuição estatisticamente significativa na resistência à flexão das barras finas.

A proposta do estudo de Alghazzawi et al.⁵ (2012) foi investigar o efeito da simulação de degradação à baixa temperatura e relativa alteração na resistência flexural, dureza, módulo de Young, rugosidade de superfície e estabilidade estrutural da zircônia estabilizada por ítria. Sessenta e quatro espécimes de zircônia foram preparados e divididos

dentro do grupo controle e grupo de envelhecimento acelerado. O grupo simulado acompanhou os mesmos procedimentos que o grupo controle, exceto pelo tratamento de envelhecimento. O grupo de envelhecimento acelerado foi aquecido (100°C, a 7 dias na saliva artificial) para simular o envelhecimento da zircônia no ambiente oral em longo prazo. Microscopia de força atômica foi utilizada para mensurar a rugosidade da superfície. O grau de transformação de tetragonal para monoclinica foi determinada usando difração de raios-X. O tratamento resultou em aumento da rugosidade da superfície e frações da fase monoclinica. Por outro lado, ocorreu diminuição na dureza e módulo de Young. Já o conteúdo de ítria e a resistência à flexão biaxial não foram significativamente alterados, suportando a função sem fratura biomecânica em longo prazo.

- Tratamentos de superfície

1992-2012

Para simular um reparo da porcelana feldspática, convencional à base de sílica, Wolf et al.⁶⁹ (1992) realizaram um estudo experimental. Os autores avaliaram a resistência de união à tração *in vitro* entre compósito e porcelana (Ceramco II) utilizando três pré-tratamentos de superfície (ataque com ácido fluorídrico a 9,5%, jateamento com óxido de alumínio 50 µm e abrasão com ponta diamantada da superfície da porcelana), quatro agentes de união (Clearfil Porcelain Bond, Porcelain Liner M, Porcelain Liner M com Super Bond C&B e Scotchprime) e duas condições de armazenamento (24 horas e termociclagem com 1.000 ciclos). Diferenças significativas foram observadas entre as resistências de união, com a condição de armazenamento sendo o fator mais importante, seguida pelo agente de união e pré-tratamento. A termociclagem diminuiu a resistência de união de todas as amostras, mas os espécimes tratados com Scotchprime foram os menos afetados.

O estudo de Suliman et al.⁶⁰ (1993) também avaliou o reparo da porcelana feldspática convencional Vita VMK pelo uso de vários tratamentos de superfície. Jateamento com óxido de alumínio 50 µm, abrasão com ponta diamantada, ataque com ácido fluorídrico a 9,6% e uma combinação dos dois últimos métodos foram realizados. Silano foi aplicado em todas as superfícies da porcelana e a resina composta foi unida à porcelana com All-Bond 2, Amalgambond ou Clearfil Porcelain Bond. As resistências de união ao cisalhamento foram determinadas após termociclagem (5.000 ciclos), entre as temperaturas 5 e 55°C (30 segundos de imersão). O tratamento de superfície mais eficaz foi a combinação da abrasão com ponta diamantada e ataque com ácido fluorídrico, mas não foi significativamente melhor do que os outros métodos. O sistema Clearfil Porcelain Bond mostrou maior resistência do reparo do que os outros materiais. As fraturas foram predominantemente coesivas em porcelana ou resina composta.

Com relação à zircônia, diferentes tratamentos de superfície também foram testados para avaliar o efeito na resistência de união entre a zircônia e cimento resinoso. Blatz et al.¹³ (2004) avaliaram e compararam a resistência de união em diferentes associações entre silanos e cimentos resinosos para cerâmica à base de zircônia, antes e após envelhecimento artificial. Cilindros de resina composta (2,9 x 33,0 mm) foram unidos às superfícies da zircônia Procera AllZirkon (n = 80). Os espécimes de zircônia foram jateados com óxido de alumínio 50 µm (2,8 bar, 13 segundos e distância de 10 mm) e divididos em quatro grupos. Foram utilizados os cimentos resinosos Panavia F ou RelyX ARC após pré-tratamento com Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activator. Em outro grupo, o RelyX ARC foi utilizado com o silano (Single Bond/Ceramic Primer) e o cimento Panavia sem qualquer silano foi considerado o grupo controle. Subgrupos de 10 espécimes foram armazenados em água destilada por 3 ou 180 dias antes do teste de cisalhamento. Cento e oitenta dias de armazenamento, os espécimes foram submetidos a

12.000 ciclos térmicos, entre 5°C e 60°C (15 segundos). Os modos de fratura foram examinados em ampliação de 25x. Os dados foram analisados por meio de Análise de Variância a um ou dois fatores e teste de Tukey. Após 3 dias, os grupos com Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activator + RelyX ARC e Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activator + Panavia F apresentaram médias significativamente superiores de resistência ao cisalhamento em comparação ao controle ou Single Bond/Ceramic Primer + RelyX ARC. O envelhecimento artificial reduziu significativamente a resistência de união. Uma união com silano contendo monômero adesivo fosfatado pode atingir resistência de união ao cisalhamento superior em longo prazo, a restaurações de Procera AllZirkon jateadas e com qualquer um dos dois agentes cimentantes testados. Os modos de fratura variaram entre os grupos de 3 dias, mas foram 100% adesivas, após o envelhecimento artificial.

Atsu et al.⁸ (2006) compararam os efeitos do jateamento, silanização, deposição triboquímica de sílica e uma combinação de adesivo/silano na resistência de união entre a zircônia e cimento resinoso contendo monômero fosfatado (Panavia F). Seis grupos de zircônia (Cercon) foram jateados com óxido de alumínio 125 µm e divididos em: grupo sem tratamento (controle); grupo com silanização (Clearfil Porcelain Bond Activator); aplicação de adesivo com MDP/silano (Clearfil Liner Bond 2V/Porcelain Bond Activator), deposição triboquímica de sílica utilizando partículas de óxido de alumínio 30 µm modificadas por sílica (Sistema CoJet); deposição triboquímica de sílica e silanização; e deposição triboquímica de sílica seguida da aplicação de adesivo com MDP/silano. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e suas resistências de união ao cisalhamento foram mensuradas por meio de máquina de ensaio universal com velocidade 0,5 mm/min. Os resultados confirmaram que a deposição triboquímica de sílica (Sistema CoJet) e aplicação de MDP aumentou a resistência de

união entre a cerâmica à base de óxido de zircônio e o cimento resinoso contendo monômero fosfatado (Panavia F).

A resistência de união ao cisalhamento entre zircônia densamente sinterizada e diferentes cimentos resinosos foi avaliada por Luthy et al.³⁸ (2006). Os cimentos Ketac-Cem, Nexus, RelyX Unicem, Superbond C&B, Panavia F e Panavia 21 foram utilizados no estudo. Grupos de 30 espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) por 48 horas e metade deles (n=15) foram submetidos à termociclagem (10.000 ciclos). Os conjuntos falharam ou na interface entre a zircônia e o cimento ou dentro dos cimentos. A termociclagem afetou a resistência de união de todos os cimentos resinosos, exceto Panavia e RelyX Unicem. Após termociclagem, resistências de união para Ketac-Cem e Nexus foram muito baixas. Os quatro cimentos (RelyX Unicem, Superbond C&B, Panavia F e Panavia 21) tiveram os resultados superiores. A maior união foi obtida com Panavia 21.

Devido ao fato da resistência de união entre resina composta e a superfície lisa de pinos cerâmicos de zircônia pré-fabricados também ser uma questão problemática, o estudo de Xible et al.⁷⁰ (2006) testou o efeito do tratamento de superfície na resistência de união entre pinos de zircônia e resina composta e na resistência flexural dos pinos. Para o teste de resistência de união, dois grupos (n=10) foram preparados: grupo experimental, onde os pinos de zircônia (Cosmopost) foram tratados com sistema de deposição triboquímica de sílica (Rocatec) e silanização; e no grupo controle, os pinos foram usados como fornecidos pelo fabricante. Os espécimes (pinos de zircônia e resina composta) foram posicionados em máquina de teste universal e uma carga foi aplicada no teste de cisalhamento push-out até a fratura. O modo de fratura foi avaliado como coesiva, mista ou adesiva. A resistência à flexão foi mensurada usando um teste de três pontos. Os pinos tratados com deposição triboquímica de sílica e silanização exibiram valores significativamente maiores tanto para resistência de união à resina composta e resistência à flexão, quando

comparado ao grupo controle. Análises das fraturas mostraram fraturas 100% adesivas para o grupo controle.

A proposta do estudo laboratorial de Quaas et al.⁵⁰ (2007) foi avaliar a influência de diferentes métodos de tratamento, após contaminação com saliva, na resistência de união entre resina e cerâmica à base de zircônia. Tubos de resina composta foram unidos a discos de zircônia (Cercon) usando um cimento resinoso contendo monômero fosfatado (Panavia F2.0, Kuraray). Quatro métodos de limpeza foram usados depois da contaminação da superfície cerâmica: jateamento com óxido de alumínio 50 µm (pressão de 2,5 bar por 15 segundos); limpeza com ácido fosfórico 37% por 60 segundos uma vez e 30 segundos duas vezes; limpeza com isopropanol 96% por 15 segundos. Os espécimes do grupo controle não foram limpos. Para cada combinação, dezesseis espécimes foram unidos. Subgrupos de oito espécimes unidos foram testados para verificar a resistência de união à tração, depois de armazenados por 3 ou 150 dias combinado com 37.500 ciclos térmicos. As superfícies cerâmicas jateadas promoveram resistências de união estatisticamente maior do que os outros métodos de limpeza após 3 e 150 dias. Limpeza com álcool da superfície cerâmica não promoveu resistência de união duradoura ao longo do tempo.

O estudo de Akgungor et al.² (2008) avaliou o efeito de diferentes tratamentos de superfície como o jateamento; deposição triboquímica de sílica (CoJet) e silanização (ESPE Sil); jateamento e aplicação da mistura adesivo contendo MDP (Clearfil SE Bond)/silano (Clearfil Porcelain Bond Activator); deposição triboquímica de sílica (CoJet) e aplicação da mistura adesivo contendo MDP/silano, na resistência de união em curto prazo e durabilidade entre pinos de zircônia e resina composta. Oitenta pinos de zircônia foram divididos em quatro grupos (n=20) e cada grupo foi dividido em dois subgrupos. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C, por 24 horas ou por 150 dias com 37.500 ciclos térmicos (5 e 55°C). Testes push-out foram feitos em máquina de ensaio universal a

velocidade de 0,5mm/min. Superfícies descoladas do pino foram examinadas em MEV. A resistência de união em curto prazo obtida com silano ou mistura adesivo contendo MDP/silano para pinos de zircônia com deposição triboquímica de sílica diminuiu com armazenamento em água e termociclagem. Por outro lado, uma união estável foi obtida quando uma mistura de adesivo contendo MDP e silano foi aplicada à superfície do pino jateado com óxido de alumínio.

O objetivo do estudo de Phark et al.⁴⁹ (2009) foi avaliar a resistência de união ao cisalhamento de cilindros de resina composta a uma superfície de zircônia modificada usando diferentes técnicas de cimentação após termociclagem. Cento e quarenta espécimes tiveram a superfície modificada (provisoriamente denominado NobelBond; Nobel Biocare AB) e 60 espécimes tiveram a superfície usinada (Procera Zircônia). Cilindros de resina composta (TPH3) com diâmetro de 3,0 mm foram unidos à zircônia com superfície modificada ou superfície usinada. Três diferentes cimentos adesivos (Panavia F2.0, RelyX ARC e RelyX Unicem), com ou sem jateamento de Al_2O_3 (50 μm e 110 μm) foram utilizados. A zircônia com superfície modificada foi unida usando todos os 3 cimentos com jateamento (50 μm) e sem jateamento; com jateamento (110 μm) e cimento Panavia F2.0. A superfície de zircônia usinada foi unida usando apenas Panavia F2.0 com jateamento (50 μm e 110 μm) e sem jateamento. O teste de cisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Instron), antes e após 90 dias de armazenamento em água e 20.000 ciclos térmicos (15 segundos cada ciclo). A resistência de união ao cisalhamento variou entre 10,1-20,0 MPa ao fim de 3 dias e 0,16-14,8 MPa após o ciclo térmico. A ciclagem térmica diminuiu significativamente a resistência de união e o jateamento diminuiu significativamente a resistência de união da superfície modificada, independentemente dos cimentos utilizados. A resistência de união em longo prazo da superfície de zircônia modificada (Nobel-Bond) sem jateamento foi significativamente mais elevada do que a da superfície de

zircônia usinada (Procera Zirconia) jateada ou não. O jateamento da superfície modificada teve um efeito prejudicial na resistência ao cisalhamento.

A influência de tratamentos de superfície e primers para metal na resistência de união entre cimentos resinosos e zircônia tetragonal estabilizada por ítrio (Y-TZP) foi avaliada por Cavalcanti et al.¹⁷ (2009). Duzentos e quarenta espécimes da cerâmica Y-TZP foram aleatoriamente distribuídos em vinte e quatro grupos (n=10), de acordo com a combinação do tratamento de superfície (nenhum, jateamento com partículas de óxido de alumínio 53 µm e 2,5 bar de pressão e irradiação a laser Er: YAG), primer para metal (nenhum, Alloy Primer, Metal Primer II ou Metaltite) e cimento resinoso Calibra (Bis-GMA) ou Panavia F 2.0 (MDP). Fragmentos de dentina (0,8 mm) foram fixados às superfícies cerâmicas com os cimentos resinosos. O teste de resistência de união ao microcisalhamento foi feito até a fratura e as superfícies cerâmicas foram examinadas em MEV. Os valores foram analisados por meio de Teste ANOVA a três fatores/Tukey com 5% de nível de significância. O jateamento resultou em aumento na resistência de união para ambos os cimentos resinosos. Entretanto, o jateamento e irradiação a laser apresentaram maior resistência de união com cimento resinoso à base de Bis-GMA do que com o cimento à base de MDP. Os três primers renderam um aumento significativo na resistência de união, independentemente do tratamento de superfície e cimento resinoso. As fraturas adesivas foram as mais prevalentes.

Em outro estudo, Akyil et al.³ (2010) avaliaram a resistência de união entre um cimento resinoso e superfícies de zircônia tetragonal estabilizada por ítria tratadas com jateamento, deposição triboquímica de sílica ou irradiação com laser CO₂, Er:YAG ou Nd:YAG. Doze espécimes foram irradiados com cada laser com diferentes parâmetros e examinados em MEV, para determinar quais parâmetros a serem utilizados no estudo. Cento e quarenta e um discos de Y-TZP foram divididos em nove grupos:

controle, jateamento com óxido de alumínio 110 µm, deposição triboquímica de sílica, laser Er:YAG, laser Nd:YAG, laser CO₂, jateamento + laser Er:YAG, jateamento + laser Nd:YAG e jateamento + laser CO₂. Após o tratamento de superfície, os espécimes foram silanizados (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray) e cilindros de resina foram cimentados com cimento resinoso (Clearfil Esthetic Cement, Kuraray). O teste de resistência de união ao cisalhamento foi realizado após armazenamento em água por 24 horas e termociclagem (5.000 ciclos). A maior resistência de união foi obtida no grupo do jateamento e foi similar para aqueles do grupo da deposição triboquímica de sílica. Embora o jateamento e a deposição triboquímica de sílica tenham sido os tratamentos de superfície mais eficazes, laser CO₂ e Er:YAG sozinhos ou Nd:YAG depois do jateamento podem melhorar a resistência de união entre o cimento resinoso e o material Y-TZP.

O estudo *in vitro* conduzido por Ural et al.⁶⁶ (2010) avaliou e comparou os efeitos dos diferentes tratamentos de superfície e irradiação com laser na resistência de união ao cisalhamento entre o cimento resinoso e cerâmica à base de zircônia. Quarenta espécimes de zircônia foram produzidos e incluídos no centro de blocos de resina acrílica autopolimerizável. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n= 10), de acordo com os diferentes métodos de tratamento de superfície: sem tratamento (controle), jateamento com partículas de óxido de alumínio 110 µm, ataque com ácido fluorídrico 9,6% e irradiação com laser de CO₂. Quarenta discos de resina foram confeccionados e cimentados com cimento resinoso às superfícies de zircônia. Os maiores valores de resistência de união ao cisalhamento foram obtidos com o grupo laser e os menores valores com o grupo controle. Apesar de não ter ocorrido diferença significativa entre os grupos controle, ácido fluorídrico e jateamento, o grupo laser mostrou diferença estatisticamente significativa dos outros grupos.

Yun et al.⁷² (2010) desenvolveram uma estudo para avaliar o efeito do jateamento e primers de metal sobre a resistência de união ao cisalhamento de três cimentos comerciais para zircônia Y-TZP. Os espécimes de zircônia (3,0 x 3,0 mm) foram divididos aleatoriamente em 12 grupos (n = 10), de acordo com o tratamento de superfície, sendo grupo controle; jateamento; primers para metal; jateamento e primers para metal; primer para metal e cimento resinoso (Alloy Primer - Panavia F2.0, V-primer - Superbond C & B, Metaltite - M bond). Todos os espécimes foram termociclados (5 e 55°C, 5.000 ciclos) e submetidos a teste de resistência de união ao cisalhamento por uma máquina de ensaios universal com uma velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os dados foram estatisticamente analisados usando ANOVA dois fatores e teste múltiplo de comparação de Scheffé e o MEV foi utilizado para avaliar o modo de fratura. No Panavia F 2.0, a resistência de união entre as amostras tratadas com jateamento e primer para metal (Alloy Primer) foi significativamente mais elevada do que as dos outros subgrupos. O primer para metal sozinho parece não ser suficiente para união adequada, porém, a aplicação combinada com jateamento parece ser um pré-tratamento apropriado para melhorar a resistência da união do cimento resinoso à cerâmica Y-TZP, em especial o Panavia F 2.0.

A proposta do estudo de Yang et al.⁷¹ (2010) foi avaliar a influência dos parâmetros de condicionamento de superfície (jateamento com óxido de alumínio com pressão reduzida ou sem jateamento e primers adesivos) na resistência de união em longo prazo da zircônia. Discos de zircônia (Cercon, Alemanha) com as seguintes condições: superfície (sem condicionamento, jateamento com 0,05 ou 0,25 MPa), sem primer, com primer Metal/Zircônia (Ivoclar, Vivadent), Alloy Primer (Kuraray) e Clearfil Ceramic Primer (Kuraray) foram testados. Resina composta foi unida aos discos de zircônia condicionados por meio de cimento resinoso (RelyX Unicem). Subgrupos com oito amostras foram armazenados em água por 3 dias ou 150 dias com 37.500 ciclos térmicos. A resistência de união à

tração foi determinada com uma máquina de ensaio universal a velocidade 2 mm/min. Sem primer, o RelyX Unicem mostrou resistência de união duradoura à cerâmica jateada a 0,25 MPa. Quando combinado com primers contendo MDP, o jateamento resultou em uma resistência duradoura à zircônia, ainda que com uma pressão reduzida. Entretanto, jateamento combinado com primer Metal/Zircônia não promoveu união duradoura à zircônia. Após 150 dias de armazenamento, nos grupos sem jateamento, todos os espécimes descolaram espontaneamente e apresentaram modos de fratura adesiva, independentemente do uso de primer.

Mirmohammadi et al.⁴² (2010) compararam os valores de resistência de união à microtração e ao microcisalhamento entre três cimentos resinosos contendo monômero fosfatado e zircônia Y-TZP. Discos de zircônia (Procera) foram unidos a discos de resina composta (Z250) usando os cimentos Panavia F 2.0, RelyX Unicem e Multilink. Dez amostras foram testadas para cada grupo (n = 10) e Análise de Variância a dois fatores foi utilizada para analisar os dados. Houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união obtidos através dos dois métodos de ensaio. Tanto o cimento Multilink quanto o Panavia demonstrou falha basicamente coesiva no cimento resinoso enquanto que o RelyX Unicem demonstrou falha na interface. Dentro das limitações do estudo, o teste de resistência de união à microtração foi capaz de detectar diferenças entre os três cimentos resinosos, enquanto que o teste de microcisalhamento não conseguiu detectar tais diferenças.

Attia⁹ (2010) investigou a influência do tratamento de superfície e carregamento cíclico na durabilidade de coroas totalmente cerâmicas reparadas *in vitro*. Oitenta coroas de InCeram Zircônia foram fabricadas para restaurar pré-molares maxilares e cimentadas com cimento resinoso. Uma hora depois da cimentação, cúspides palatinas da porcelana de cobertura de sessenta coroas foram completamente removidas usando pedra de acabamento de porcelana (#6844374-016, Komet Medical,

Alemanha) para expor a infraestrutura de zircônia simulando a delaminação. Foram divididas dentro de quatro grupos. O local da fratura foi tratado antes do reparo da seguinte maneira: abrasão com ponta diamantada, jateamento com óxido de alumínio 50 µm (pressão de 2,8 bar por 5 segundos e distância de 10 mm), deposição triboquímica de sílica utilizando CoJet seguido por silanização (ESPE SIL, 3M ESPE). O agente de união (Visio Bond, 3M ESPE) foi aplicado no local da fratura para todos os grupos experimentais e fotopolimerizado por 20 segundos a 5 mm de distância. As cúspides palatinas foram reparadas usando resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE). O grupo controle com 20 espécimes foram levados sem fratura. Os espécimes foram armazenados em água a 37°C por sete dias. Para simular as condições orais, metade dos espécimes de cada grupo (n= 10) foi submetida ao carregamento cíclico por meio de um simulador mastigatório computadorizado (Willitec, Alemanha), sob condições de 250.000 ciclos mastigatórios. A carga de fratura foi registrada para cada espécime usando uma máquina de ensaio universal. A ANOVA a dois fatores e pós-teste de Tukey foram usados para análise estatística ($\alpha= 0,05$). Existiram diferenças estatisticamente significativas entre o grupo controle e os grupos testados. A fadiga com carregamento cíclico diminuiu significativamente as médias da carga de fratura dos grupos controle e teste, enquanto que a deposição triboquímica de sílica utilizando CoJet seguido por silanização aumentou significativamente a carga de fratura de coroas reparadas.

Liu et al.³⁷ (2011) avaliaram o comportamento da degradação da união entre cimento (G-CEM) e cerâmica silanizada (Procad) sob condições simuladas da cavidade oral, por meio da comparação com três cimentos convencionais (Linkamx HV, Clearfil Esthetic Cement e SuperBond). Os silanos utilizados foram os recomendados pelos fabricantes (GC Ceramic Primer, Clearfil Ceramic Primer e Porcelain Liner M). Sorção máxima de água e solubilidade dos cimentos resinosos foram medidas de acordo com a norma ISO 4049, durante 6 semanas de

armazenamento de água. A resistência de união ao microcisalhamento foi testada depois de 0, 10.000, e 30.000 ciclos térmicos. Análise de Variância a dois fatores e Teste de Tukey foram utilizados para avaliar os dados de resistência de união. O cimento G-CEM teve sorção de água e solubilidade significativamente maior do que os cimentos convencionais. A análise estatística mostrou que a resistência de união de todos os grupos cimento/silano foi reduzida significativamente após ciclo térmico. A força adesiva do cimento G-CEM com os 3 silanos foi significativamente degradada do ciclo térmico 0 a 10.000, no entanto, a resistência de união parece estabilizar, sem degradação adicional significativa nos ciclos térmicos de 10.000 a 30.000.

Paranhos et al.⁴⁷ (2011) avaliaram o efeito do tratamento de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre zircônia e resina. Oitenta e um blocos de zircônia Lava (3M ESPE) foram incluídos em resina acrílica, polidos e divididos aleatoriamente em três grupos, que receberam os seguintes tratamentos de superfície: sem abrasão, jateamento com óxido de alumínio (50 μm) e deposição triboquímica de sílica (CoJet, 3M ESPE). Cada grupo foi dividido em três subgrupos (n= 18): laser Nd:YAG, laser CO₂ ou sem irradiação laser. Seguida a aplicação de primer contendo monômero fosfatado (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray), cilindros de cimento resinoso (Panavia F, Kuraray) foram construídos na superfície. O teste de resistência de união ao cisalhamento foi realizado após 24 horas de armazenamento em água. A rugosidade da superfície e topografia (MEV) foi avaliada depois do tratamento. De acordo com ANOVA e teste de Tukey ($\alpha= 0,05$), a resistência de união depois do tratamento com laser Nd:YAG foi estatisticamente superior ao laser CO₂ e sem irradiação laser. O laser Nd:YAG criou mais rugosidades na zircônia quando comparado ao laser CO₂ ou tratamentos abrasivos. A deposição triboquímica de sílica aumentou a resistência de união da zircônia com ou sem laser.

O estudo de Scherrer et al.⁵⁷ (2011) avaliou o comportamento da fadiga em água na cerâmica à base de zircônia Y-TZP após jateamento com partículas de alumina 30 µm revestidas por sílica (CoJet™, 3M ESPE), objetivando verificar se o jateamento afetaria negativamente ou não o limite de fadiga e a sobrevida acumulada da cerâmica Y-TZP. Os quatro materiais testados foram Zeno (Wieland), Everest ZS (KaVo), Lava branco e Lava colorido (3M ESPE). Sessenta e seis barras (3,0 × 5,0 × 40,0 mm) foram submetidas ao teste de fadiga, as quais metade foram jateadas com CoJet no centro do lado de tração. Fadiga cíclica foi realizada em três pontos de flexão, em um tanque de água. Os resultados demonstram que os "procedimentos de jateamento suave" (30 µm a 2,5 bar) aumentou o limite de fadiga de 15-31%. Além disso, para todos os materiais avaliados, a tensão de ruptura na probabilidade de sobrevida média também foi aumentada. Jateamento com partículas de 30 µm fez melhorar significativamente o comportamento à fadiga de três dos quatro materiais cerâmicos Y-TZP.

Miragaya et al.⁴¹ (2011) avaliaram a influência de quatro tratamentos de superfície na resistência de união de um cimento resinoso auto-adesivo à zircônia estabilizada com ítria (Lava, 3M ESPE). Quarenta placas (8,0 x 6,0 x 1,0 mm) de zircônia foram divididas aleatoriamente em quatro grupos (n = 10) de acordo com os tratamentos de superfície: controle, sem tratamento; jateamento com partículas de Al₂O₃ 50 µm; primer à base de MDP e jateamento com sistema Rocatec. Em seguida, foram divididas em dois subgrupos de acordo com o cimento resinoso testado: RelyX ARC (convencional) e RelyX Unicem (auto-adesivo). Após armazenamento em água a 37°C durante 24 horas, as amostras foram submetidas ao teste de resistência de união ao microcisalhamento. Os tratamentos de superfície influenciaram significativamente a resistência de união. Independentemente do tratamento de superfície, o cimento resinoso auto-adesivo apresentou melhor desempenho em termos de resistência de união à zircônia do que o cimento resinoso convencional.

Para ambos os cimentos resinosos, o melhor resultado foi produzido pelo primer à base de MDP.

O estudo *in vitro* de Attia, Kern¹⁰ (2011) investigou a durabilidade da resistência de união do cimento resinoso (Multilink Automix) à zircônia depois da aplicação de um primer universal. Noventa e seis discos fabricados em zircônia (e.max ZirCAD) foram condicionados com jateamento (óxido de alumínio 110 µm) ou deposição de sílica. Então, os discos foram limpos com jatos de ar livre de óleo ou com limpeza em ultrassom com álcool. Um silano convencional (Espe Sil) ou um primer universal (Monobond Plus) foi aplicado na superfície condicionada. Cada grupo foi dividido em dois subgrupos, em que oito espécimes de cada foram armazenados em água a 37°C por três dias sem termociclagem ou em água por 150 dias e expostos a 37.500 ciclos térmicos. O primer universal promoveu união entre zircônia e resina significativamente melhor do que o silano convencional. Os métodos de limpeza tiveram pouco efeito na união entre zircônia e resina. E a deposição de sílica ou jateamento e aplicação de um primer universal melhorou a união entre resina e zircônia a longo prazo.

O objetivo do estudo de Matinlinna, Lassila⁴⁰ (2011) foi avaliar o efeito de cinco primers experimentais *in vitro* sobre a resistência de união ao cisalhamento de um cimento resinoso ligado à zircônia. Cento e quarenta e quatro amostras de zircônia (Procera AllZircon) foram submetidas a um tratamento de deposição triboquímica de sílica, divididas aleatoriamente em 12 subgrupos (n = 12), e silanizadas com soluções de 1% de 3-acryloxypropyltrimethoxysilane, 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane, 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, styrylethyltrimethoxysilane e 3-isocyanatopropyltriethoxysilane, que foram preparados em etanol a 95% (pH 4,5). O silano pré-fabricado 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (RelyX Ceramic Primer) foi utilizado como controle. O cimento resinoso RelyX Unicem foi unido a cada amostra de zircônia. Metade foi testada a seco e metade foi termociclada

com 6.000 ciclos, entre 5 e 55°C (30 segundos). A resistência ao cisalhamento foi medida por meio de uma máquina de ensaios universal a uma velocidade de 1,0 mm/min. A maior resistência ao cisalhamento foi obtida para o 3-acryloxypropyltrimethoxysilane em armazenagem a seco ($11,7 \pm 2,3$ MPa) e glycidoxypropyltrimethoxysilane termociclado ($17,6 \pm 4,1$ MPa). Os menores valores de resistência ao cisalhamento foram obtidos com o silano do grupo controle com armazenagem a seco ($4,5 \pm 1,3$ MPa) e após termociclagem ($6,5 \pm 2,6$ MPa). Ou seja, a silanização com cinco primers experimentais produzidos *in vitro* apresentou resistência de união ao cisalhamento significativamente maior do que a união com o silano pré-fabricado do grupo controle.

O estudo de Dias de Souza et al.²² (2011) apresentou como objetivo avaliar a influência de primers de metal, cimentos resinosos, e envelhecimento sobre a resistência de união à microtração à zircônia. A zircônia (Lava, 3M ESPE) foi tratada com primers comerciais desenvolvidos para união a ligas metálicas (Metaltite, Metal Primer II, Alloy Primer ou Totalbond). Os espécimes que não foram condicionados eram considerados controle. Cem amostras em forma de disco (19,0 x 4,0 mm) foram cimentadas a substratos de resina composta utilizando cimento resinoso Panavia ou RelyX Unicem (n = 5). O ensaio de resistência de união à microtração foi realizado após 48 horas e 5 meses, e modos de fratura foram classificados como tipo 1 (entre cerâmica / cimento), 2 (entre resina composta / cimento) ou 3 (mista). Os dados foram analisados por ANOVA três fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). A utilização de primers para metal melhorou significativamente a resistência de união do RelyX Unicem ($p < 0,001$), enquanto que para Panavia, nenhum dos primers aumentou a resistência de união em comparação com o grupo controle. Após o envelhecimento, todos os grupos mostraram uma predominância de falhas do tipo 1. Embora os valores iniciais obtidos com Panavia fossem significativamente mais elevados do

que RelyX Unicem, após envelhecimento, ambos os agentes de cimentação, apresentaram desempenho estatisticamente semelhantes.

Kulunk et al.³⁶ (2011) avaliaram o efeito do jateamento com partículas de formas e tamanhos diferentes na resistência de união ao cisalhamento entre cimento resinoso e a infraestrutura de zircônia. Sessenta discos de zircônia foram produzidos e sinterizados. Os espécimes foram divididos em seis grupos para os procedimentos de jateamento. As superfícies dos espécimes foram tratadas com partículas de óxido de alumínio 30 μm silicatizadas, partículas sintéticas de diamante 1-3 μm , partículas com óxido de alumínio 110 μm , partículas sintéticas de diamante 30-50 μm e partículas de nitreto de boro cúbico 60-80 μm . Os dez espécimes remanescentes não foram tratados e foram considerados grupo controle. Discos de resina composta foram cimentados aos espécimes de zircônia. Todos os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e termociclados com 6.000 ciclos. O jateamento com diferentes materiais afetou a resistência de união. O jateamento com partículas sintéticas de diamante 30-50 μm , partículas de nitreto de boro cúbico 60-80 μm e partículas com óxido de alumínio 110 μm mostraram valores mais elevados na resistência de união do que os outros métodos.

Mochales et al.⁴³ (2011) estudaram as transformações da fase tetragonal para monoclinica em amostras de zircônia Y-TZP (DC-Shrink, Suíça), manipuladas por meio de polimento, desgaste e fratura como pode ser encontrada na prática clínica. As transformações foram estudadas em três dimensões, a fim de compreender melhor a organização e extensão da fase monoclinica transformada. Por meio de análises de difração de raios-X, em conjunto com microscopia eletrônica e tomografia multimodal, foi possível visualizar e quantificar a distribuição das fases e em três dimensões. O procedimento simulando corte suave com ponta diamantada resultou em relações de transformação de menos de 0,1%. Enquanto que fraturas e rachaduras resultaram em zonas de

transformação muito mais espessa e homogêneas. Devido ao fato de que as zonas transformadas de tetragonal para monoclinica perderem a sua capacidade de tenacificação, técnicos dentários e dentistas deveriam tomar mais cuidado ao manipular mecanicamente a prótese dentária à base de cerâmica Y-TZP, após sua sinterização.

O estudo de Chen et al.¹⁸ (2012) objetivou avaliar as propriedades adesivas de um cimento resinoso contendo MDP à zircônia, utilizando uma técnica experimental de revestimento da zircônia com diferentes condições de primer. Dezoito discos de zircônia foram cortados (Cercon base colorida) e divididos em dois grupos: o grupo controle e o grupo experimental com o recobrimento. A técnica de revestimento experimental foi baseada na sinterização das partículas de carga (a 1200°C durante 10 minutos) de uma resina flow sobre a superfície da zircônia (Filtek supreme XT flow) não polimerizada. Durante o ciclo, a resina é queimada deixando as partículas de carga sobre a zircônia. Os espécimes de cada grupo foram divididos em três subgrupos (n=3) de acordo com as condições de primer: sem primer, primer contendo MDP (ED Primer II) e primer com agente de acoplamento silano (RelyX Ceramic Primer). Os discos de resina composta (Filtek™ Z250) foram unidos à superfície tratada usando um cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2.0). Os espécimes bicamada foram cortados em microbarras (1 x 1 mm). Total de vinte microbarras foi confeccionado, as quais metade foi armazenada em água a 37°C por 24 horas e metade foi armazenada por 30 dias. Depois do armazenamento, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência de união à microtração. Os grupos foram analisados por meio da Análise de Variância (ANOVA) três fatores. O pré-tratamento de recobrimento, primer e períodos de armazenamento em água afetaram significativamente a resistência de união. Depois de 24 horas de armazenamento, a zircônia com recobrimento seguida de silanização mostrou um valor significativamente maior. A aplicação de uma camada de revestimento à base de nanopartículas sobre a zircônia pode melhorar

a resistência de união e mantê-la por pelo menos 30 dias em água a 37°C. Em contraste, os espécimes sem tratamento, dificilmente, mostravam alguma ligação após 30 dias.

O lascamento da porcelana de cobertura de *copings* de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) tornou-se uma preocupação clínica comum. O estudo de Cristoforides et al.²⁰ (2012) avaliou o efeito das diferentes abordagens de reparo sobre a resistência de união entre Y-TZP e resina composta, após o envelhecimento. Cem blocos Y-TZP (InCeram YZ) foram incluídos em resina acrílica, polidos e divididos aleatoriamente em 10 grupos (n= 10). As abordagens de reparo testadas incluíram quatro tratamentos de superfície: deposição triboquímica de sílica (Sistema CoJet), primer contendo MDP/silano (Clearfil SE Primer/Porcelain Bond Activator, Kuraray), jateamento (óxido de alumínio 50 µm, pressão de 2,8 bar, distância de 10 mm, por 15 segundos) e primer Metal/Zircônia (Ivoclar). A limpeza com álcool foi utilizada como controle. O tratamento de superfície foi seguido pela aplicação de uma fina camada de cimento resinoso contendo MDP (Panavia F, Kuraray) ou não. Em seguida, a resina composta foi aplicada à superfície da cerâmica à base de zircônia, por meio de um molde cilíndrico (4 mm de diâmetro). Após o envelhecimento durante 60 dias de armazenamento em água, incluindo 6.000 ciclos térmicos, as amostras foram submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento. A Análise de Variância e pós-teste de Tukey foram usados para a análise estatística inferencial ($\alpha= 0,05$). O tratamento de superfície foi um fator estatisticamente significativo. A deposição triboquímica de sílica foi o único tratamento que teve um efeito significativamente positivo sobre a resistência de união após o envelhecimento. Considerando as abordagens avaliadas, a deposição triboquímica de sílica parece ser o melhor tratamento de superfície para reparos com resina composta das superfícies Y-TZP.

Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Tendo em vista as considerações anteriores, este estudo se propôs a avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície, agentes de união e envelhecimento hidrotérmico sobre a resistência de união ao cisalhamento entre infraestrutura de zircônia Y-TZP e resina composta empregada como reparo.

A hipótese nula (H_0) considerada foi que as diferentes técnicas de reparo e envelhecimento da zircônia resultam em resistências de união ao cisalhamento na interface resina composta/cerâmica à base de zircônia Y-TZP estatisticamente semelhantes. Adicionalmente, o estudo também se propôs a caracterizar por meio de microscopia eletrônica de varredura, microanálise e difratometria por raios-X a superfície tratada e analisar o modo de falha.

Material e Método

4 MATERIAL E MÉTODO

- Materiais utilizados no estudo

Os materiais que foram utilizados no estudo estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 - Materiais utilizados no estudo

	Material	Fabricante
Zircônia Lava™	Dióxido de zircônio estabilizado por ítria	3M ESPE, Seefeld, Alemanha
Filtek Z350 XT	Resina composta bis-GMA, UDMA, TEGDMA, e bis-EMA	3M ESPE, St. Paul, EUA
Jateamento Óxido de Alumínio	Partículas de Al ₂ O ₃ de 50 µm	Bio-Art Equip. Odontol. Ltda., São Carlos, Brasil
Rocatec Soft	Partículas de Al ₂ O ₃ modificadas por sílica 30 µm	3M ESPE, Seefeld, Alemanha
Clearfil SE Bond	Bisphenol A diglycidylmethacrylate/ 2-hydroxyethyl methacrylate/ 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate	Kuraray, Okayama, Japão
Clearfil Porcelain Bond Activator	3-trimethoxysilylpropyl methacrylate Hydrophobic aromatic dimethacrylate	Kuraray, Okayama, Japão
Cimento resinoso Panavia F	BPEDMA/MDP/DMA/ Ba-B-Si/Sílica/Químico e fotoiniciadores	Kuraray, Okayama, Japão
Cimento resinoso RelyX U100	TEGDMA/Sílica tratada com silano/Persulfato de sódio	3M ESPE, Seefeld, Alemanha
RelyX Ceramic Primer	Etanol Metacriloxipropiltrimetoxil silano	3M ESPE, Seefeld, Alemanha

As propriedades do dióxido de zircônio estabilizado por ítria Lava™ (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) estão descritas no Quadro 2.

Quadro 2 - Descrição das propriedades da zircônia estabilizada por ítria utilizada no estudo, de acordo com as informações do fabricante

Zircônia para infraestrutura Lava™	
Composição	ZrO ₂ (94%), Y ₂ O ₃ (3%), HF (3%) Zircônia policristalina tetragonal parcialmente estabilizada por ítria (3 mol -%)
Resistência à flexão (#121473)	> 1100 MPa
Tenacidade à fratura (K _{IC})	5-10 MPa m ^{1/2}
Módulo de Elasticidade (E)	> 205 GPa
Coefficiente de Expansão Térmico	10 ppm
Ponto de fusão	2700°C
Tamanho do grão	0,5 µm
Dureza Vickers (HV 10)	1250

- Ensaio de resistência de união ao cisalhamento

. Confeção dos corpos-de-prova

Corpos-de-prova de cerâmica à base de dióxido de zircônio (Lava™, 3M ESPE) em forma de blocos (7,0 x 7,0 x 1,7 mm) foram confeccionados para o ensaio de resistência de união ao cisalhamento (n=14).

A zircônia pré-sinterizada foi cortada aproximadamente 20% maior que o tamanho final adequado, para compensar a contração de sinterização empregando-se uma cortadora de precisão Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA).

Os espécimes pré-sinterizados foram regularizados e polidos em polidora mecânica Metaserv (Buehler, Londres, Inglaterra) com lixas

sequenciais de carbeto de silício de granulação 600 e 1200, por cerca de 3 minutos cada, a uma velocidade de 400 RPM. Todos os corpos-de-prova foram limpos em ultrassom (Thornton; Inpec Eletrônica Ltda., Vinhedo, Brasil) com água destilada por 30 segundos e secos com jatos de ar livre de óleo.

A sinterização foi realizada em forno do sistema Lava (Lava™ Therm Sintering furnace, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), de acordo com as instruções do fabricante.

Foram confeccionados 360 espécimes, dos quais, aleatoriamente, metade foi submetida ao envelhecimento hidrotérmico em vapor a 134°C, 3 bar e 8 horas³⁴, em autoclave de esterilização (Modelo M9 UltraClave, Midmark Corporation, Ohio, EUA)^{14,26,33}, sendo considerado o Grupo II. Por outro lado, a outra metade não sofreu envelhecimento hidrotérmico, compondo o grupo controle (Grupo I).

. Caracterização da Amostra

Três corpos-de-prova, representativos de cada grupo, foram aleatoriamente selecionados e preparados para análise de suas superfícies por meio de Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol JSM-7500F-SII, Sony, Japão). Para a leitura no microscópio, os espécimes foram recobertos com uma fina camada de carbono para melhor visualização da superfície. As imagens de cada superfície foram registradas em ampliações de 300x, 500x, 1.000x ou 30.000x, dependendo do grupo selecionado. O microscópio foi utilizado com uma tensão de aceleração de 2,0 kV a 7,0 kV e distância de trabalho entre 8,0 e 10,0 mm.

A análise dos elementos químicos presentes nas amostras foi realizada por meio da técnica do EDS (Espectroscopia por Dispersão de Energia ou *Energy Dispersive Spectroscopy*), no espectrômetro NORAN SYSTEM 7, Thermo Scientific.

Além disso, as fases monoclinica e tetragonal de três espécimes de cada grupo foram identificadas por meio de difração de raios-X, utilizando Difrátômetro Ultima IV Rigaku (Rigaku Corporation, Tóquio, Japão) com radiação “Cu-K α ” e varredura entre 27° e 65°, aplicando-se passo angular de 0,02° e 0,5 segundos de varredura por ponto de contagem. Os picos foram identificados, através de comparação com microfichas padrão dos arquivos do programa Search Match.

. Tratamento de superfície

Aleatoriamente, os corpos-de-prova de cada grupo foram divididos em nove subgrupos de acordo com o tratamento de superfície e agente de união empregados (Quadro 3).

Quadro 3 - Descrição dos subgrupos experimentais

Subgrupo	Tratamento de superfície	Agente de união
1	Jateamento	Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator
2	Al ₂ O ₃ (50 μ m)	Panavia F
3		RelyX U100
4	Rocatec Soft (30 μ m)	Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator
5		Panavia F
6		RelyX U100
7	Sem tratamento	Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator
8		Panavia F
9		RelyX U100

Para os subgrupos 1, 2 e 3 foi realizado tratamento de superfície por meio de jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al₂O₃) com 50 μ m (Bio-Art Equip. Odontol. Ltda., São Carlos, Brasil). O jateamento foi realizado por meio de jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) de forma perpendicular sobre a superfície da zircônia, com

pressão de 2,5 bar, por 15 segundos, a uma distância de 10 mm, por meio de dispositivo padronizador.

Após essa etapa, os corpos-de-prova foram limpos com jatos de água da seringa tríplice por 30 segundos e, posteriormente, secos.

Os subgrupos 4, 5 e 6 foram submetidos à deposição triboquímica de sílica, por meio do sistema Rocatec (Rocatec Soft, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), composto de partículas de óxido de alumínio de 30 µm revestidas com sílica. Foram utilizados os mesmos parâmetros de pressão, tempo e distância adotados no jateamento com partículas de óxido de alumínio.

Entretanto, os corpos-de-prova desses subgrupos (4, 5 e 6) não foram submetidos ao procedimento de limpeza com jato de água após a deposição triboquímica de sílica, pois esse procedimento diminui a eficácia da adesão ao material de cimentos resinosos na superfície da zircônia Y-TZP³.

Os subgrupos 7, 8 e 9 não foram submetidos a nenhum tipo de tratamento de superfície abrasivo.

Para a caracterização da amostra, três espécimes de cada grupo foram selecionados aleatoriamente para realização da Microscopia Eletrônica de Varredura, Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) e difração de raios-X, utilizando os mesmos parâmetros já comentados anteriormente.

. Procedimento de união

Um terço dos corpos-de-prova de cada tratamento de superfície foi aleatoriamente selecionado para aplicação de silano contendo o monômero adesivo MDP (Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator, Kuraray, Okayama, Japão) sobre a superfície tratada (subgrupos 1, 4 e 7).

Primeiramente, a limpeza da superfície foi feita com ácido fosfórico por 5 segundos, seguida por lavagem e secagem, com exceção do grupo Rocatec. Para o preparo, uma gota do primer do Clearfil SE Bond e uma gota do Clearfil Porcelain Bond Activator foi dispensada em um frasco *dappen*. A mistura foi aplicada sobre a superfície da zircônia com o auxílio de um pincel, seca com jatos de ar por 2-3 segundos a fim de evaporar o solvente e permaneceu por pelo menos 60 segundos antes do procedimento restaurador.

Outro terço dos corpos-de-prova de cada subgrupo (2, 5 e 8) também foi aleatoriamente selecionado para aplicação de cimento resinoso contendo monômero MDP (Panavia F, Kuraray, Japão). As pastas A e B foram misturadas por 20 segundos e uma fina camada do cimento resinoso aplicado. Em seguida, a fotopolimerização foi realizada por 20 segundos.

Os demais corpos-de-prova (subgrupos 3, 6 e 9) foram submetidos à aplicação do cimento resinoso de dupla polimerização que contém (meta)acrilatos bifuncionais (RelyX U100, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha).

No caso dos subgrupos 3 e 9, as superfícies foram submetidas à limpeza com álcool, e secagem com ar isento de umidade antes da aplicação do cimento resinoso, seguindo as instruções do fabricante. Enquanto que apenas para o subgrupo 6, foi aplicado um silano próprio do sistema (RelyX Ceramic Primer, Seefeld, Alemanha) sobre a superfície tratada (Rocatec Soft), antes da fina camada do cimento resinoso.

Todos os agentes de união foram aplicados sobre a superfície da zircônia, com o auxílio de uma matriz metálica com dimensões de 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura.

. Procedimento restaurador

Sobre a superfície da zircônia, foi construído um cilindro de resina composta (Filtek Z350 XT A2B, 3M, ESPE), também utilizando a matriz

metálica (4 mm de diâmetro x 2 mm de espessura). Incrementos de 1 mm de resina composta foram inseridos na matriz e cada porção fotopolimerizada por 20 segundos por meio de fotopolimerizador Bluephase (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) com intensidade de 1200mW/cm².

Todos os corpos-de-prova foram submetidos à termociclagem em máquina de simulação de ciclos térmicos (modelo MSCT-3, Elquip, São Carlos, Brasil) empregando-se um total de 6.000 ciclos térmicos, com temperatura variando entre 5°C e 55°C e tempo de imersão de 30 segundos em cada banho²⁵.

Após a termociclagem, os corpos-de-prova foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada incolor Jet (Artigos Odontológicos Clássico Ltda., São Paulo, Brasil).

Em seguida, o ensaio de resistência de união ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL2000; EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, Brasil), com célula de carga 1kN e velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer a ruptura. Finalmente, o valor de tensão de ruptura (MPa) foi obtido por meio da divisão entre a carga de fratura em Newtons (N) pela área de união (mm²).

. Microscopia para análise da fratura

Após o término do ensaio de resistência ao cisalhamento, todos os corpos-de-prova foram analisados. A superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada de forma qualitativa, com o auxílio de um estereomicroscópio M80 (Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça) e o modo de fratura foi determinado para cada grupo, como falha adesiva, coesiva ou mista.

. Planejamento experimental

Para cada grupo experimental, 20 espécimes foram confeccionados, sendo 6 selecionados aleatoriamente para a caracterização da amostra, enquanto que 14 foram utilizados no ensaio de resistência de união ao cisalhamento.

Uma vez que os valores originais da resistência ao cisalhamento (Tabelas 1A e 1B do Apêndice) não preencheram os requisitos para realização de testes paramétricos (distribuição normal e homocedasticidade), a transformação dos dados foi realizada empregando-se \log_{10} (Tabelas 2A e 2B do Apêndice). Este artifício tornou possível a realização dos testes paramétricos.

Os dados transformados foram analisados por meio de Análise de Variância (ANOVA) a três fatores (1. tratamento de superfície; 2. agente de união e 3. envelhecimento) e teste de Tukey, empregando-se o programa estatístico SPSS 11.0 e adotando nível de significância de 5%.

Resultado

5 RESULTADO

Para caracterização da amostra, Microscopia Eletrônica de Varredura com uma ampliação de 500x, 1.000x e 30.000x foi realizada no GRUPO I sem envelhecimento hidrotérmico, compondo o controle (Figuras 1, 2 e 3), e também no GRUPO II, aquele em que o envelhecimento hidrotérmico da zircônia foi obtido (Figura 4, 5 e 6). Principalmente na ampliação de 30.000x, pode-se observar uma aparente rugosidade nas superfícies dos grãos de zircônia Y-TZP envelhecida hidrotermicamente.

Figura 1 - MEV do grupo controle, magnificação de 500x.

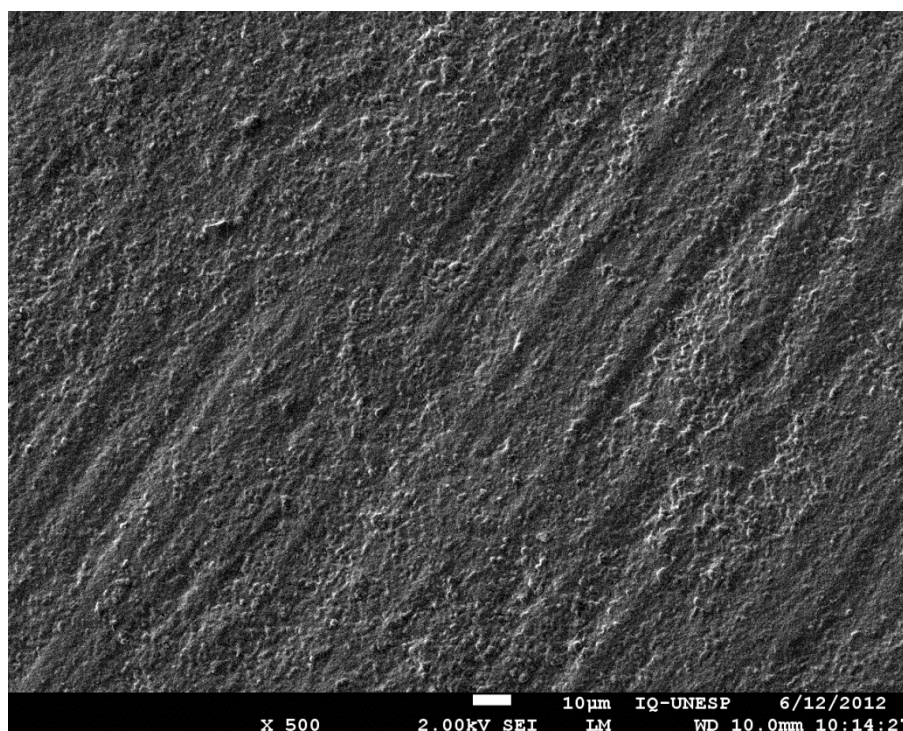


Figura 2 - MEV do grupo controle, magnificação de 1.000x.

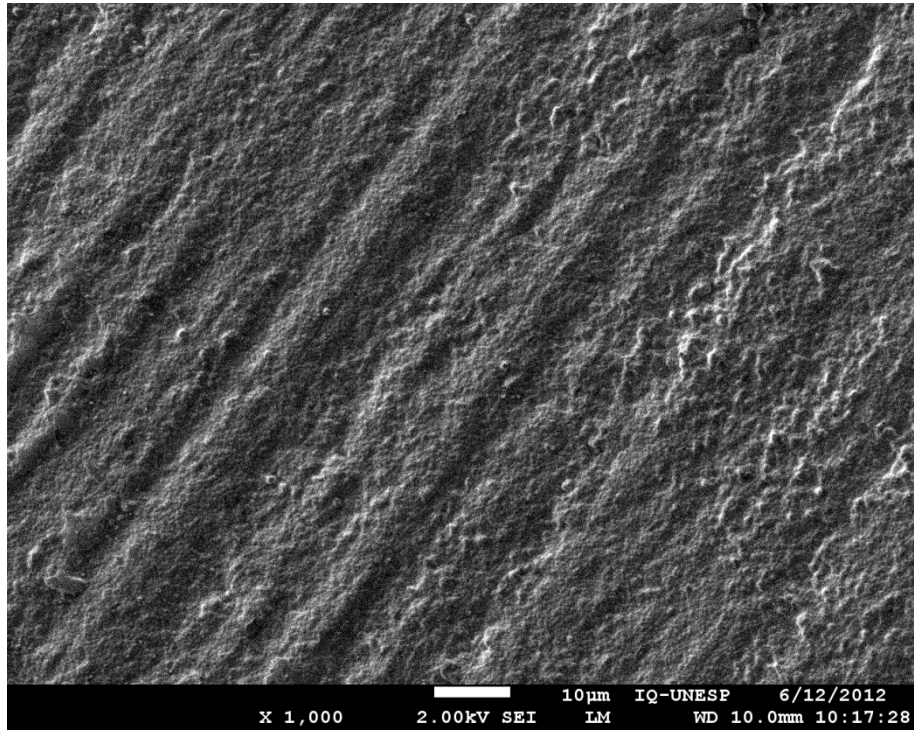


Figura 3 - MEV do grupo controle, magnificação de 30.000X.

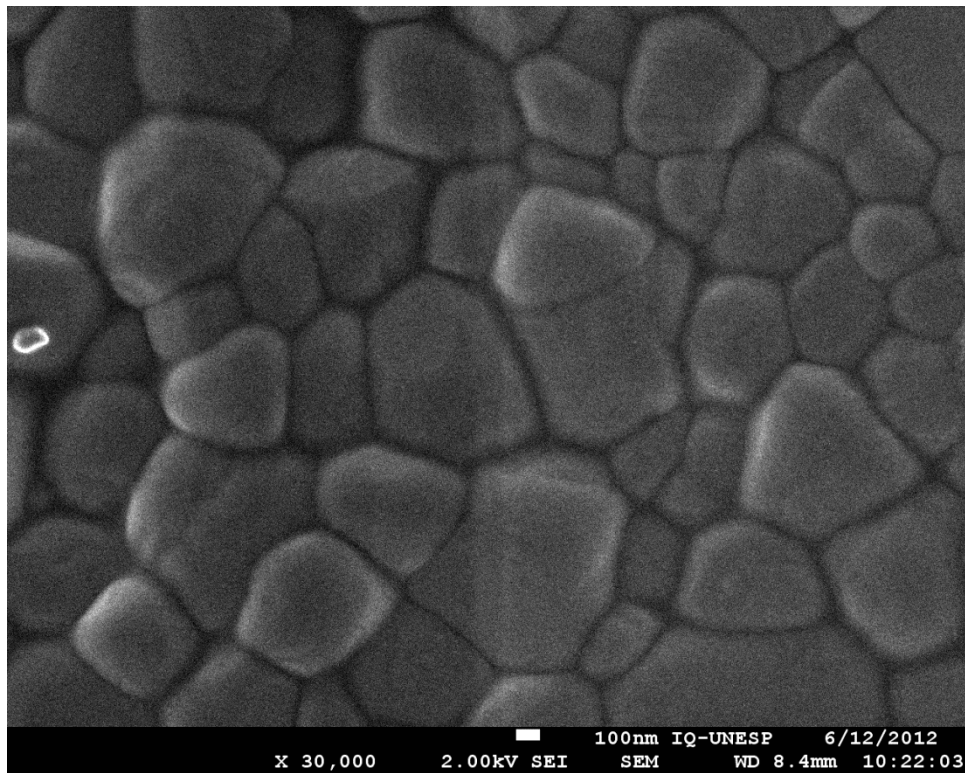


Figura 4 - MEV do grupo envelhecido hidrotérmicamente, magnificação de 500x.

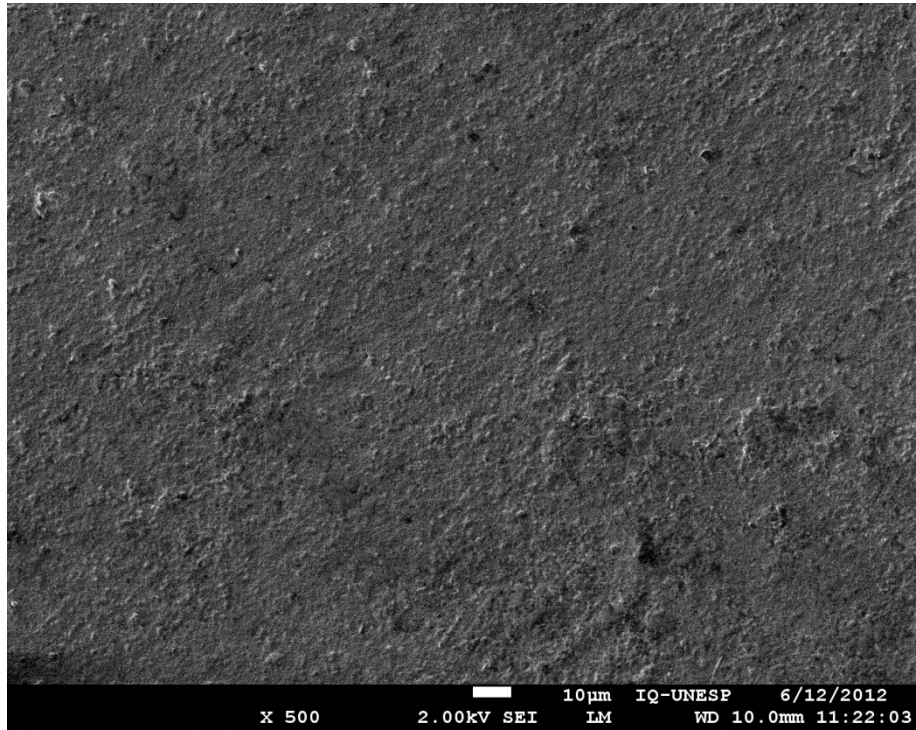


Figura 5 - MEV do grupo envelhecido hidrotérmicamente, magnificação de 1.000x.

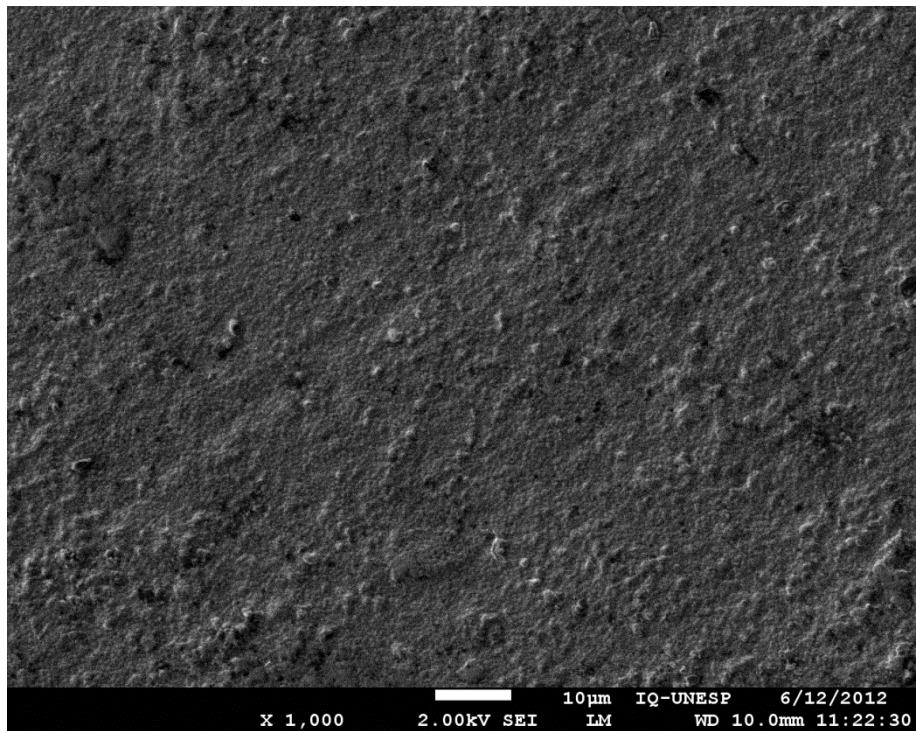
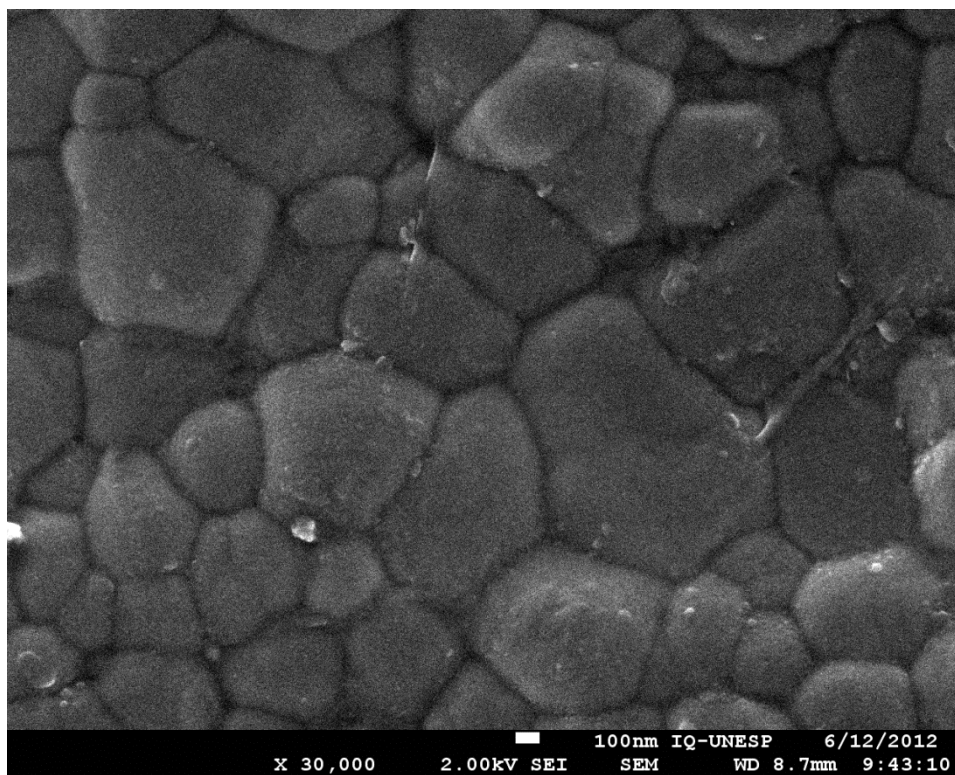
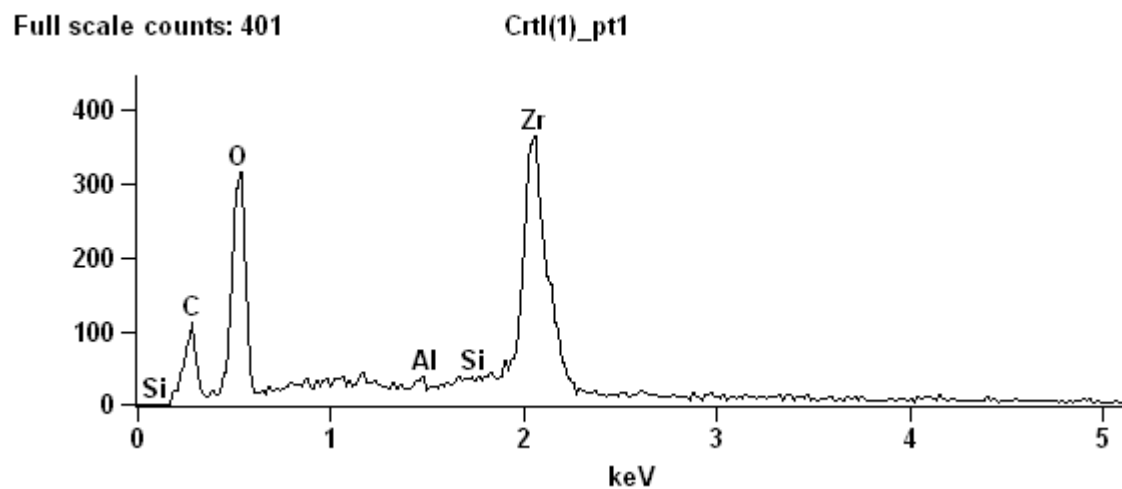


Figura 6 - MEV do grupo envelhecido hidrotêrmicamente, magnificação de 30.000x.



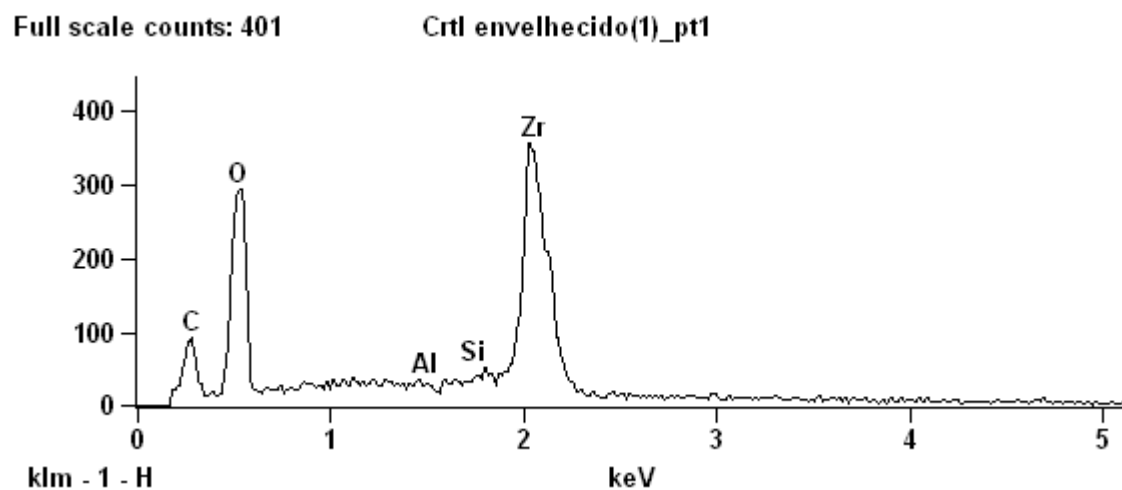
Os resultados do EDS para o grupo controle (GRUPO I) estão apresentados no Gráfico 1, com a presença dos elementos químicos Zr, O e C. O elemento Carbono está presente, devido ao fato da necessidade de aplicação de uma fina camada para melhor visualização da imagem no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Gráfico 1 - EDS do grupo controle.



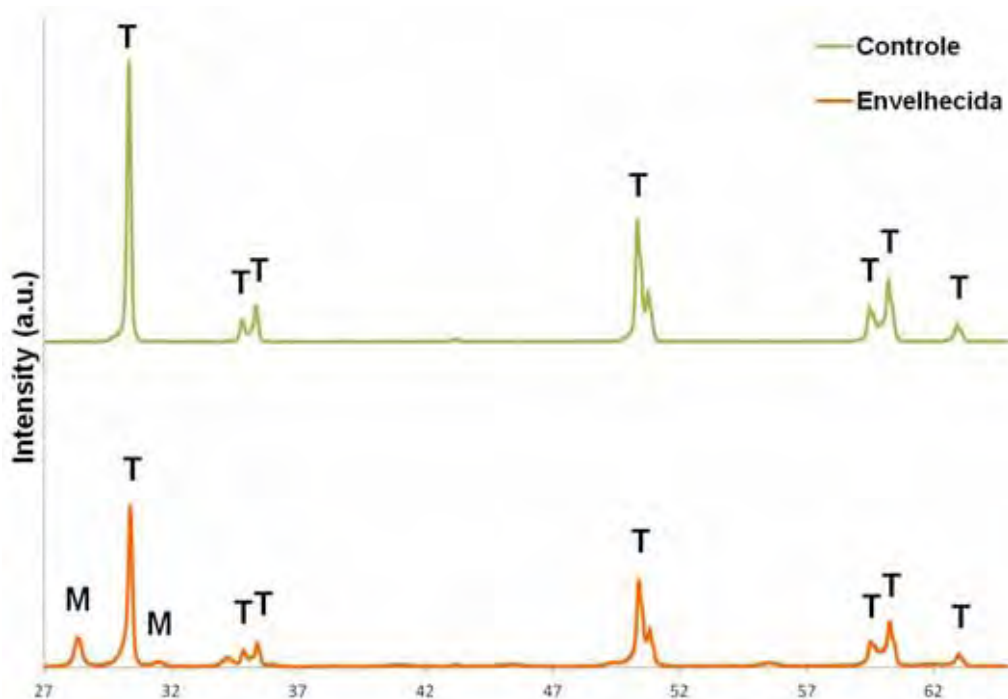
O gráfico 2 mostra o resultado do EDS do GRUPO II, após o envelhecimento hidrotérmico, também com a presença dos elementos químicos Zr, O e C.

Gráfico 2 - EDS do grupo com envelhecimento hidrotérmico.



O resultado da difração de raios-X do grupo controle (GRUPO I) está apresentado no gráfico 3, demonstrando que apenas a fase tetragonal foi observada. Por outro lado, na difração de raios-X do GRUPO II (gráfico 3), aparecem os picos característicos tanto da fase tetragonal, como também da fase monoclinica, após a zircônia ser submetida ao envelhecimento hidrotérmico.

Gráfico 3 - Difração de raios-x do grupo controle e do grupo envelhecido.



Após os tratamentos de superfície, MEV também foi realizada. MEV do GRUPO I após jateamento com óxido de alumínio pode ser observada nas Figuras 7 e 8, com ampliações de 500x e 1.000x, respectivamente.

Figura 7 - MEV do grupo controle após jateamento com óxido de alumínio, magnificação de 500x.

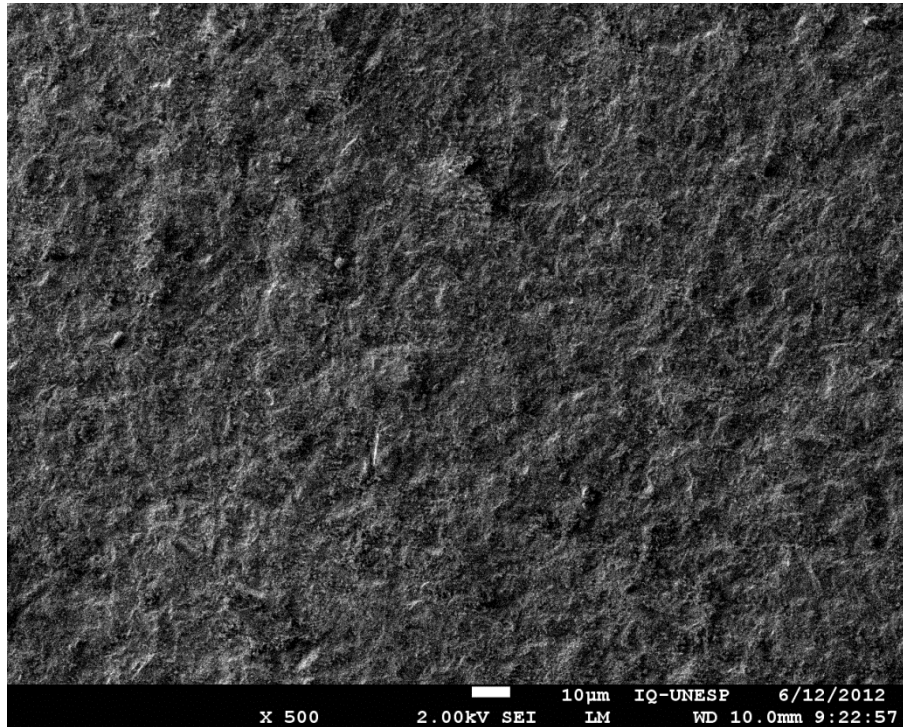
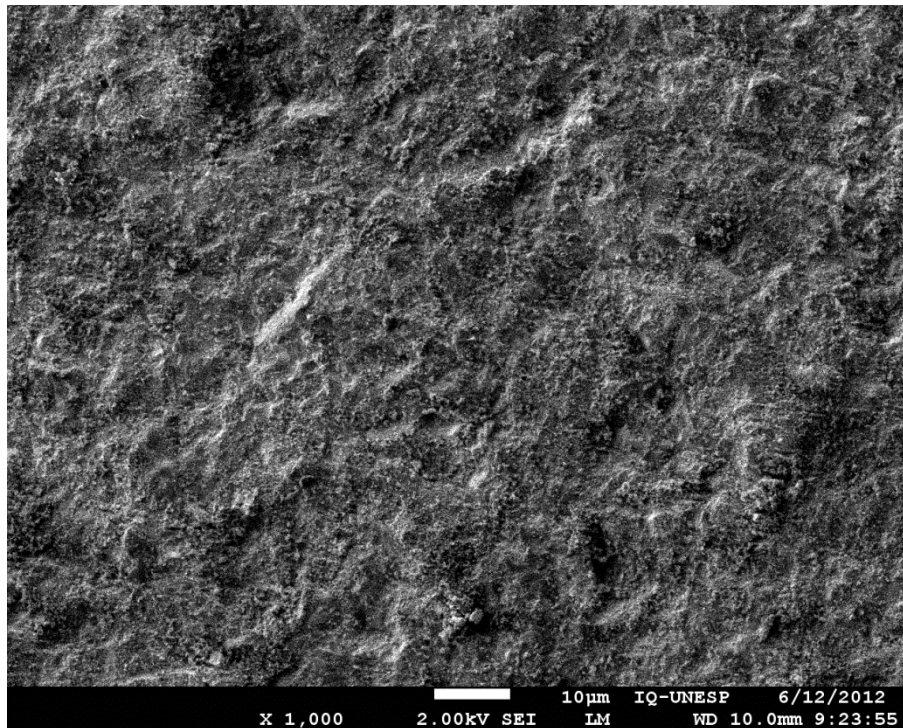


Figura 8 - MEV do grupo controle após jateamento com óxido de alumínio, magnificação de 1.000x.



Além disso, MEV do GRUPO II realizada após o jateamento com óxido de alumínio pode ser observada nas Figuras 9 e 10, também com ampliações de 500x e 1.000x, respectivamente.

Figura 9 - MEV do grupo envelhecido após jateamento com óxido de alumínio, magnificação de 500x.

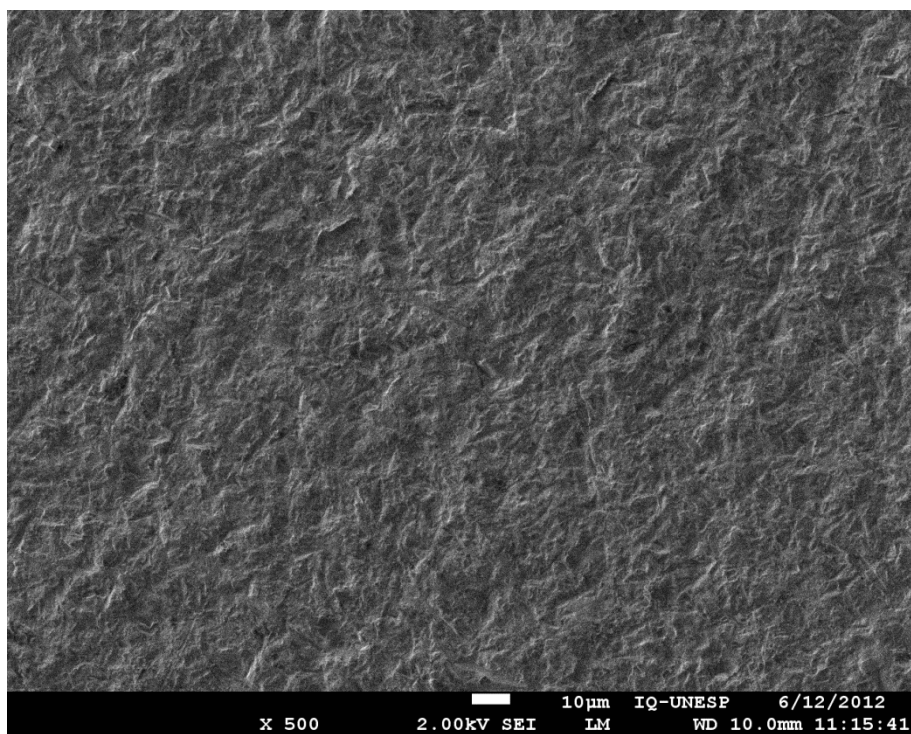
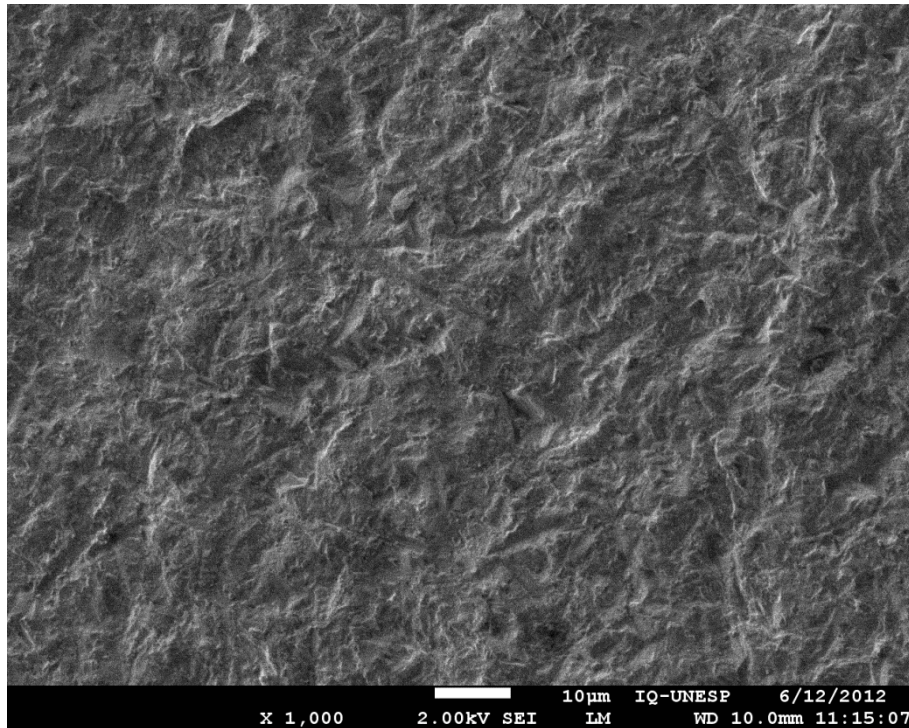


Figura 10 - MEV do grupo envelhecido após jateamento com óxido de alumínio, magnificação de 1.000x.



MEV do GRUPO I após deposição triboquímica de sílica (Rocatec Soft) pode ser observada nas Figuras 11 e 12, com ampliações de 500x e 1.000x, respectivamente.

Figura 11 - MEV do grupo controle após deposição triboquímica de sílica, magnificação de 500X.

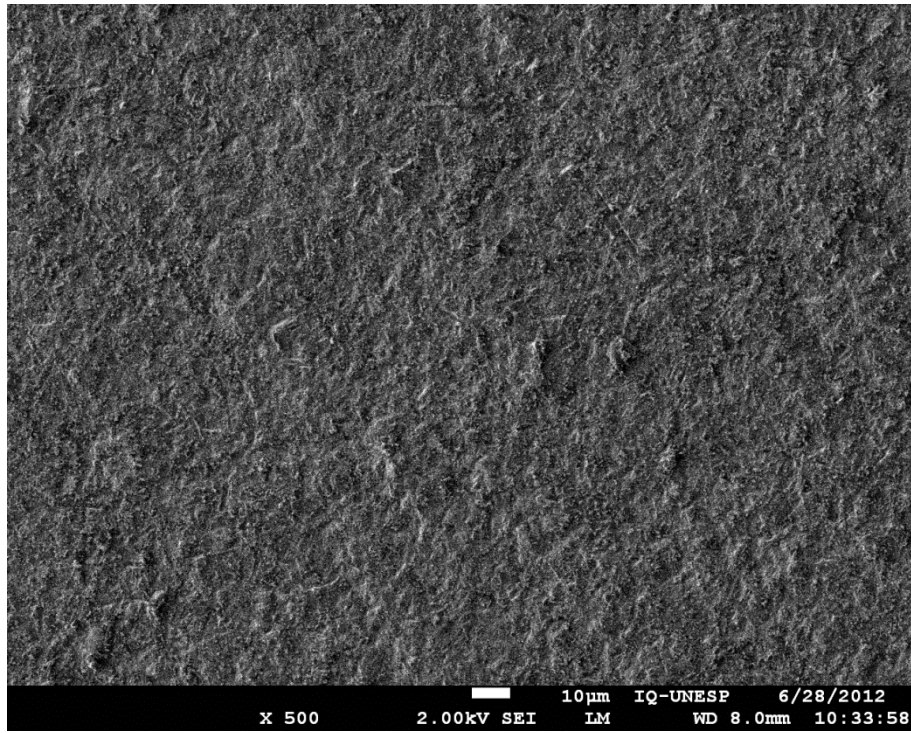
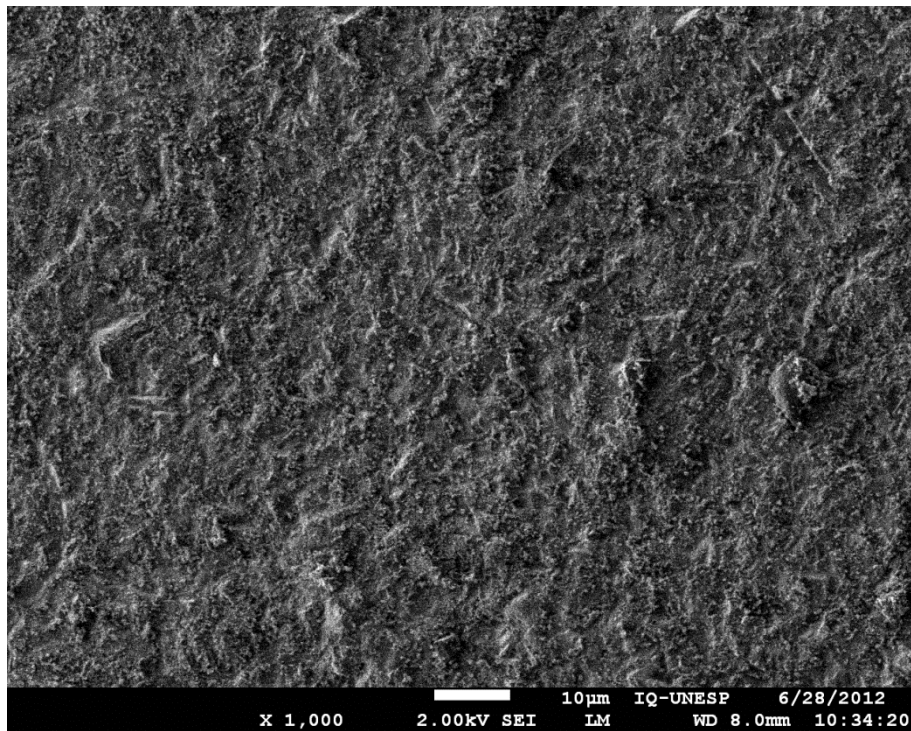


Figura 12 - MEV do grupo controle após deposição triboquímica de sílica, magnificação de 1.000x.



MEV do GRUPO II após deposição triboquímica de sílica também foi realizada, com ampliações de 500x e 1.000x, nas Figuras 13 e 14, respectivamente. De acordo com as análises em MEV, a topografia e textura da superfície da zircônia diferiram entre os grupos. Os espécimes tratados por meio de jateamento com óxido de alumínio utilizando partículas de 50 μm apresentaram maior rugosidade superficial, enquanto que os grupos sem tratamento de superfície abrasivo exibiram superfície mais lisa e uniforme.

Figura 13 - MEV do grupo envelhecido após deposição triboquímica de sílica, magnificação de 500x.

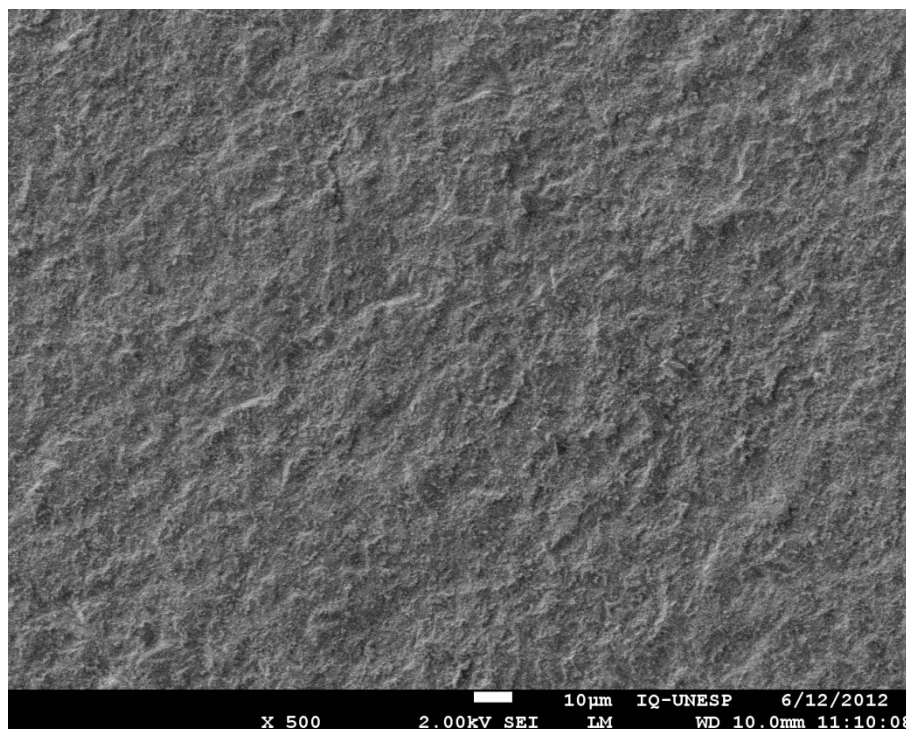
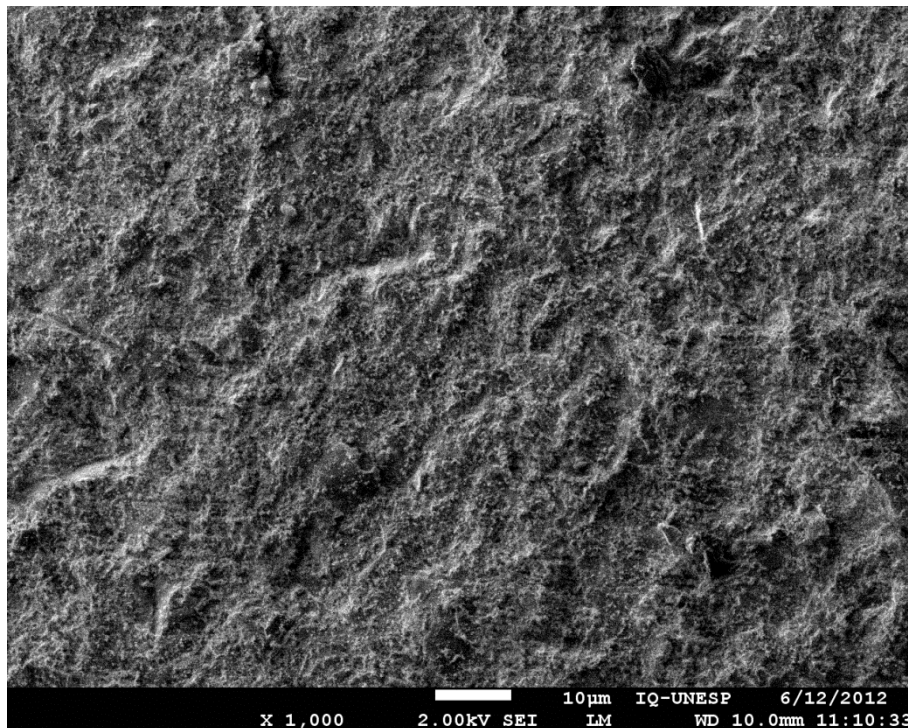
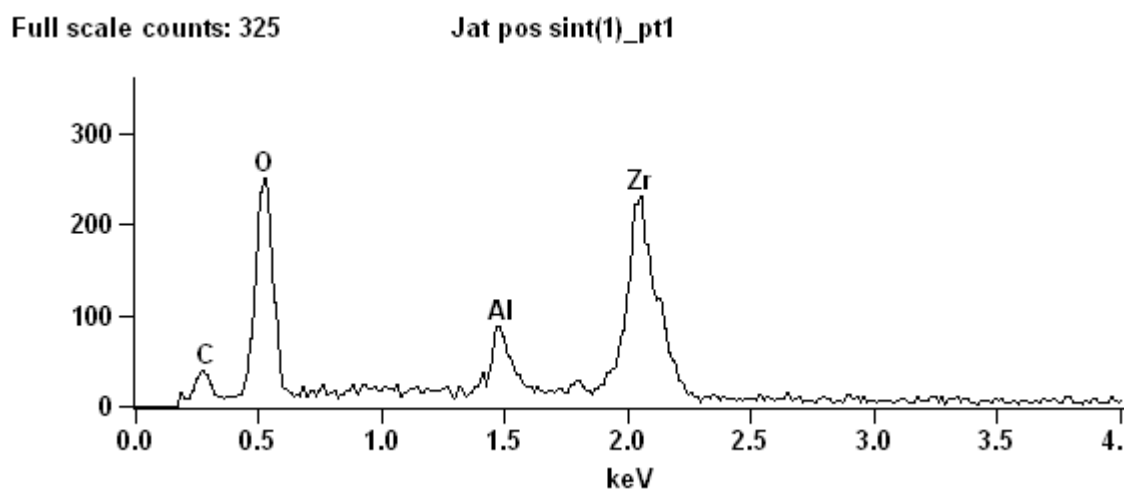


Figura 14 - MEV do grupo envelhecido após deposição triboquímica de sílica, magnificação de 1.000x.



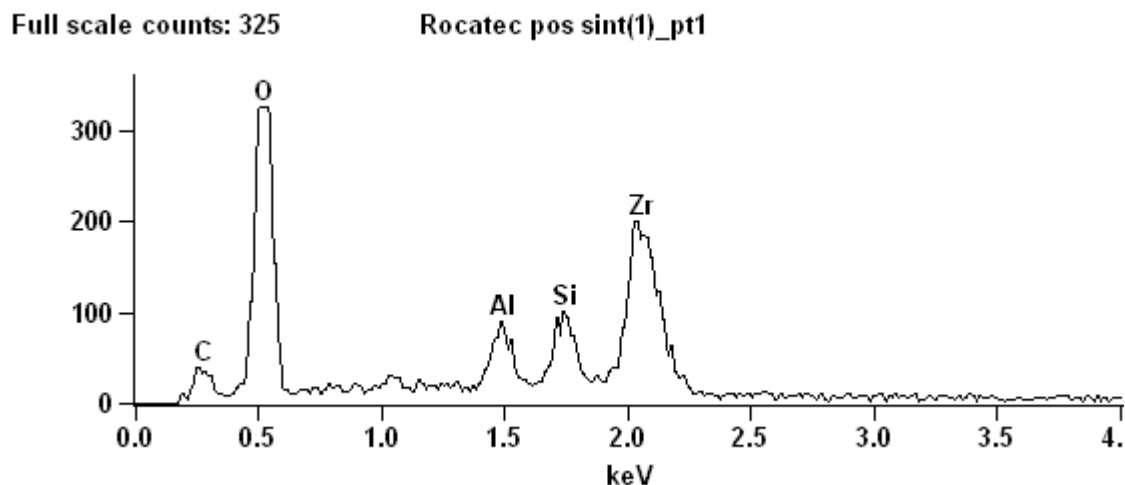
Os resultados do EDS para o GRUPO I após jateamento com óxido de alumínio estão apresentados no Gráfico 4, com a presença dos elementos químicos Zr, O, Al e C.

Gráfico 4 - EDS do grupo controle, após jateamento com óxido de alumínio.



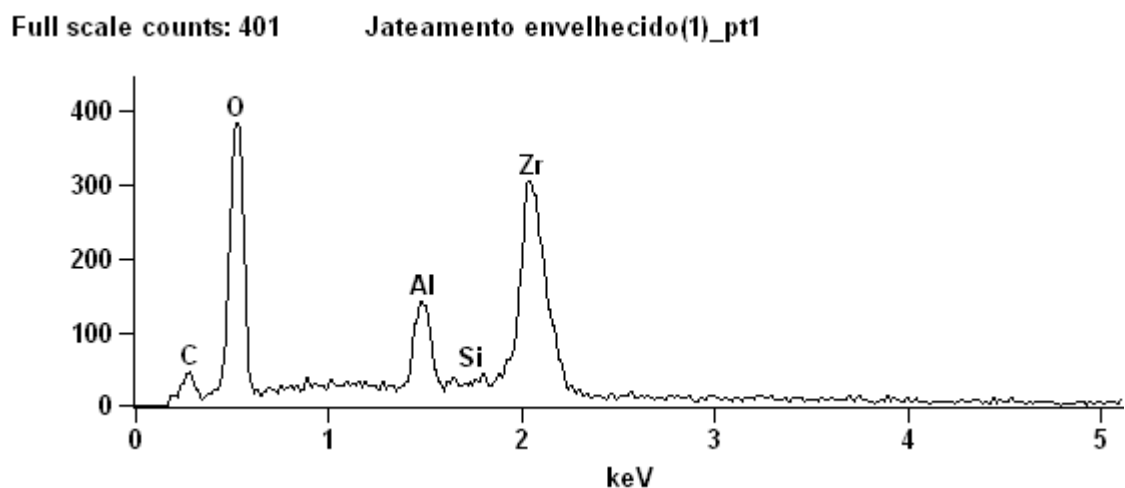
O EDS para o GRUPO I após deposição triboquímica de sílica (Rocatec) está apresentado no Gráfico 5, com a presença dos elementos químicos Zr, O, Si, Al e C.

Gráfico 5 - EDS do grupo controle, após deposição triboquímica de sílica.



Os resultados do EDS para o GRUPO II após jateamento com óxido de alumínio estão apresentados no Gráfico 6, também com a presença dos elementos químicos Zr, O, Al e C.

Gráfico 6 - EDS do grupo envelhecido, após jateamento com óxido de alumínio.

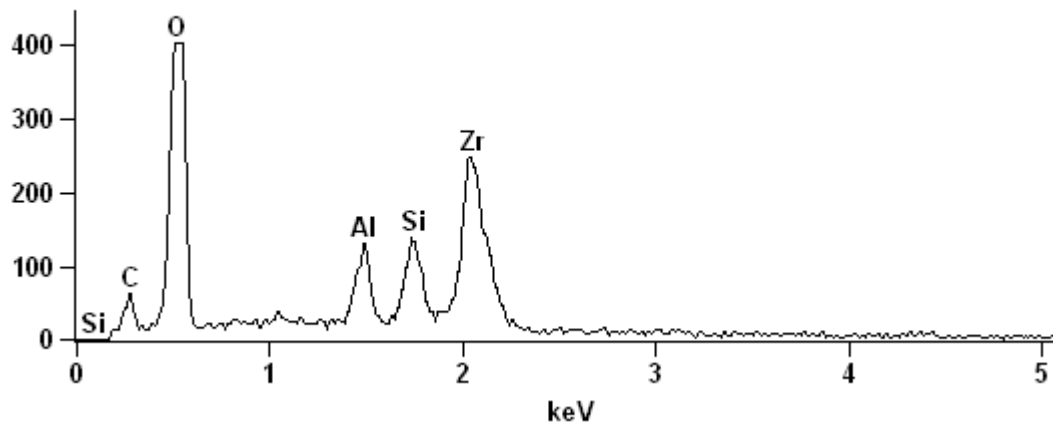


O EDS para o GRUPO II após utilização do Rocatec está apresentado no Gráfico 7, com a presença dos elementos químicos Zr, O, Si, Al e C.

Gráfico 7 - EDS do grupo envelhecido, após deposição triboquímica de sílica.

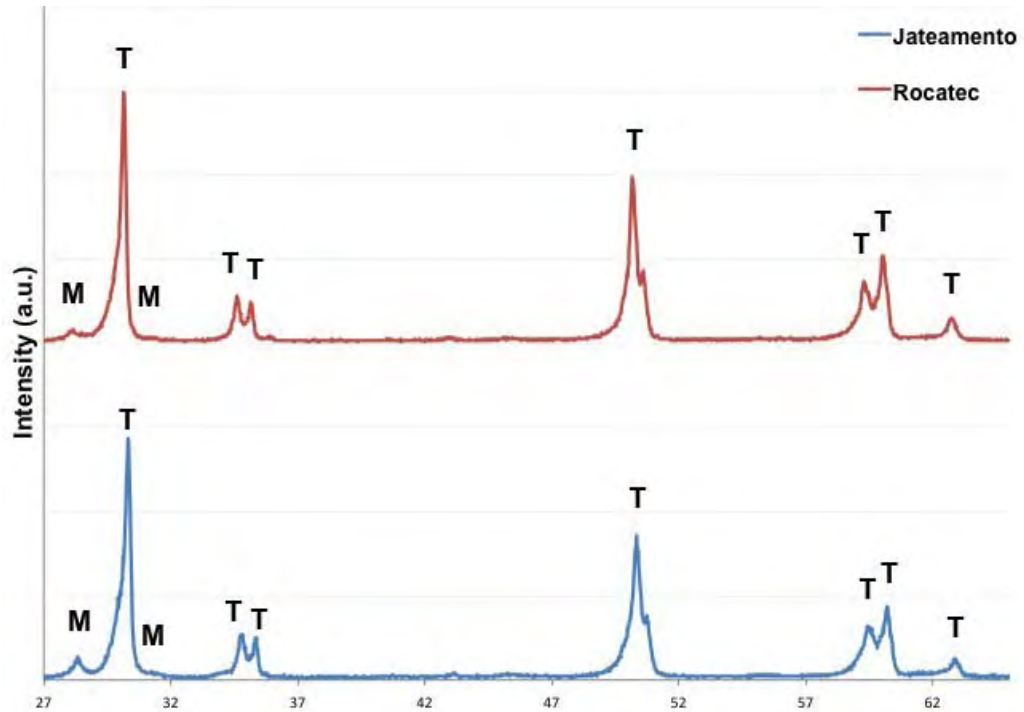
Full scale counts: 401

Rocatec envelhecido(1)_pt1



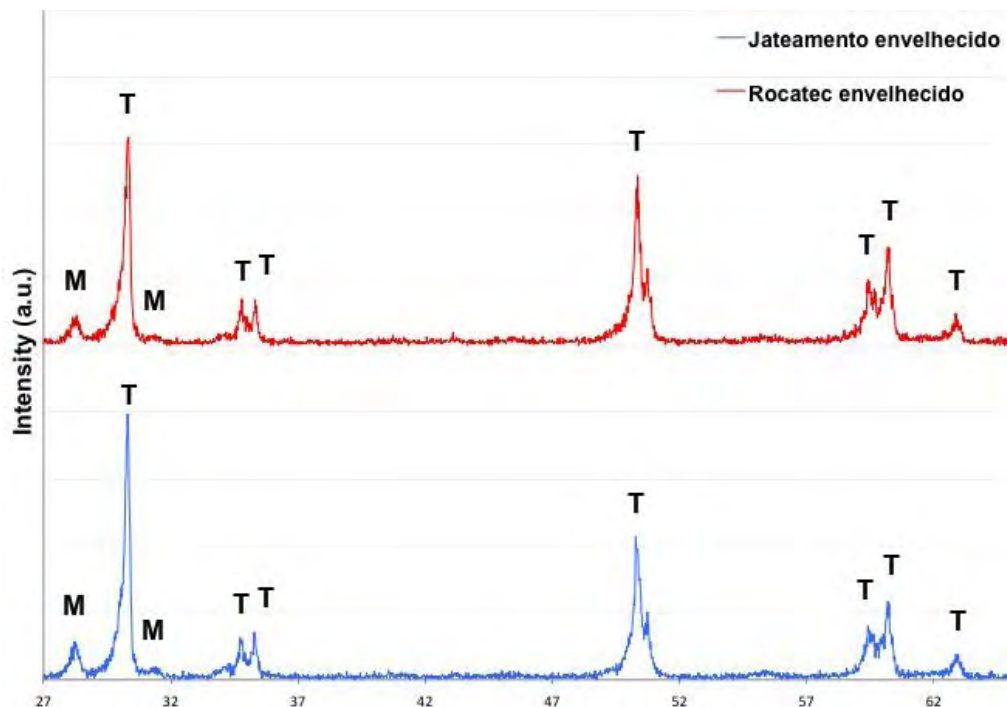
A difração de raios-X do GRUPO I, após jateamento com óxido de alumínio e deposição triboquímica de sílica, pode ser observada no Gráfico 8. Os picos característicos tanto da fase tetragonal, como também da fase monoclinica estão presentes, embora nessas amostras, a zircônia não tenha sido envelhecida hidrotérmicamente.

Gráfico 8 - Difração de raios-x do grupo controle, após jateamento com óxido de alumínio ou deposição triboquímica de sílica.



A difração de raios-X do GRUPO II com envelhecimento hidrotérmico, após jateamento com óxido de alumínio e deposição triboquímica de sílica, pode ser observada no Gráfico 9. Da mesma forma, os picos característicos tanto da fase tetragonal, como também da fase monoclínica estão presentes.

Gráfico 9 - Difração de raios-x do grupo envelhecido, após jateamento com óxido de alumínio ou deposição triboquímica de sílica.



O deslocamento da resina composta da zircônia durante a ciclagem térmica foi observado em todos os corpos-de-prova sem tratamento de superfície abrasivo (jateamento com óxido de alumínio ou Rocatec Soft) e esses grupos foram excluídos da análise. Portanto, dos dezoito grupos comentados anteriormente, apenas os doze grupos restantes foram submetidos ao ensaio de resistência de união ao cisalhamento e analisados estatisticamente.

No Apêndice (Tabelas 1A e 1B), estão apresentados os dados originais, médias (MPa), desvios-padrão e coeficientes de variação da resistência ao cisalhamento. Ainda nesta seção, as Tabelas 2A e 2B apresentam os dados originais transformados (\log_{10}) para realização da análise estatística.

Os resultados da ANOVA 3 fatores (Tabela 1) indicaram diferença estatisticamente significativa para tratamento de superfície ($p < 0,001$), para agente de união ($p < 0,001$) e interações ($p < 0,001$).

Tabela 1 - ANOVA 3 fatores.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	p
Tratamento	0,507	1	0,507	42,052	<0,001
Agente união	0,278	2	0,139	11,518	<0,001
Envelhecimento	0,023	1	0,023	1,916	>0,05
Tratamento x Agente união	0,985	2	0,493	40,843	<0,001
Tratamento x Envelhecimento	0,214	1	0,214	17,711	<0,001
Agente união x Envelhecimento	0,297	2	0,148	12,297	<0,001
Tratamento x Agente união x Envelhecimento	0,142	2	0,071	5,906	<0,01
Resíduo	1,881	156	0,012		
Variação total	98,992	168			

Na Tabela 2, baseada nos dados originais, estão apresentadas as médias, desvios-padrão (\pm) e os grupamentos estatísticos da resistência ao cisalhamento, apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 2 - Médias (MPa), desvios-padrão (\pm) e grupamentos estatísticos da resistência ao cisalhamento.

		Sem envelhecimento	Com envelhecimento
Al ₂ O ₃ (50 μ m)	Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator	5,90 \pm 1,64 Ab	5,71 \pm 1,44 Abc
	Panavia F	3,66 \pm 1,06 Bc	7,15 \pm 1,87 Aab
	RelyX U100	4,55 \pm 1,12 Abc	4,55 \pm 1,24 Ac
	Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator	5,81 \pm 1,20 Ab	4,99 \pm 1,11 Ac
Rocatec Soft (30 μ m)	Panavia F	5,63 \pm 1,67 Ab	5,39 \pm 1,32 Abc
	RelyX U100	10,19 \pm 2,00 Aa	8,79 \pm 1,76 Aa

letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa nas colunas (P<0,05)

letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa nas linhas (P<0,05)

Independentemente da condição de envelhecimento, o tratamento de superfície não influenciou a resistência ao cisalhamento do Clearfil SE

Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator ($p>0,05$). Diferentemente, o RelyX U100 apresentou resistência significativamente maior após tratamento com Rocatec Soft ($p<0,001$). Com relação aos grupos que utilizaram o Panavia F como agente de união, o tratamento de superfície afetou a resistência ao cisalhamento apenas quando a zircônia não sofreu envelhecimento, com superioridade do Rocatec Soft ($p<0,01$).

O envelhecimento influenciou apenas o grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (50 μm) e Panavia F como agente de união, promovendo aumento significativo da sua resistência ao cisalhamento ($p<0,001$).

Na condição sem envelhecimento, a maior resistência ao cisalhamento foi alcançada pelo grupo tratado com Rocatec Soft e com RelyX U100 como agente de união, enquanto a menor resistência ao cisalhamento foi encontrada no grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (50 μm) e com Panavia F. As demais combinações entre tratamento de superfície e agente de união ficaram em posição intermediária.

Na condição com envelhecimento, a combinação entre Rocatec Soft e RelyX U100 manteve-se como a melhor opção, juntamente com o grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (50 μm) e unido com Panavia F. Os menores valores de resistência ao cisalhamento foram encontrados no grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (50 μm) e unido com RelyX U100 e aquele tratado com Rocatec Soft e Clearfil SE Bond + Clearfil Porcelain Bond Activator como agente de união.

A superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada de forma qualitativa, após o ensaio de resistência ao cisalhamento, com o auxílio de um estereomicroscópio e o modo de fratura determinado para todas as amostras de cada grupo foi a falha adesiva (100%).

Discussão

6 DISCUSSÃO

As restaurações com infraestrutura em zircônia não estão completamente livres de complicações e os maiores problemas relacionados são a fratura e o lascamento da porcelana de cobertura^{4,21,45,48,56,58-59}. Na tentativa de solucionar esse problema, o reparo intraoral com resina composta deve ser uma intervenção a ser considerada. Dentre os escassos estudos avaliando reparo de restaurações cerâmicas com infraestrutura em zircônia^{9,20}, Attia⁹ (2010) observou que o reparo com resina composta aumentou a longevidade de coroas fraturadas.

Nos estudos sobre reparo realizados por Attia⁹ e Cristoforides²⁰, os corpos-de-prova foram confeccionados a partir de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada. Entretanto, de acordo com as investigações de Tholey et al.⁶⁴ (2009); Tholey et al.⁶³ (2010), uma transformação estrutural de tetragonal para monoclinica ocorre na superfície do material Y-TZP precocemente, devido à desestabilização da fase tetragonal na interface zircônia/porcelana de cobertura, durante a fase de recobrimento com porcelana feldspática ainda no laboratório.

Além disso, o problema de envelhecimento acelerado inerente tem sido identificado na zircônia em presença de água. O fenômeno de envelhecimento é conhecido como degradação à baixa temperatura, caracterizando-se pela transformação de cristais de zircônia da fase tetragonal para fase monoclinica, iniciando na superfície dos grãos e progredindo para o interior do material⁴.

Kim et al.³² (2009), Cattani-Lorente et al.¹⁶ (2011), Hallmann et al.³¹ (2011), Kohorst et al.³⁴ (2012) e Flinn et al.²⁶ (2012) simularam envelhecimento da zircônia Y-TZP em longo prazo e observaram aumento significativo na fase monoclinica, associado a um efeito prejudicial sobre as características mecânicas da zircônia.

Por esses motivos, o presente estudo diferencia-se por realizar o reparo com resina composta sobre uma zircônia envelhecida. O processo de envelhecimento hidrotérmico foi realizado por meio de autoclave de esterilização, também utilizada nos estudos de Kim et al.³³ (2010), Borchers et al.¹⁴ (2010), Kohorst et al.³⁴ (2012) e Flinn et al.²⁶ (2012).

De acordo com Chevalier et al.¹⁹ (1999), a simulação de degradação à baixa temperatura em autoclave a 134°C durante 1 hora tem um impacto comparável ao de 3 a 4 anos *in vivo* a 37°C. No entanto, fatores adicionais em que as restaurações de zircônia estão expostas no ambiente oral (carga cíclica mecânica, térmica e variação química) não são considerados neste cálculo e, portanto, há evidência de que o envelhecimento pode provavelmente proceder mais rapidamente *in vivo*.

Os resultados da difração de raios-X confirmaram o envelhecimento acelerado do GRUPO II, onde picos característicos da fase tetragonal (30°) e da fase monoclinica (28° e 31,2°) estavam presentes, após a zircônia ser submetida ao tratamento na autoclave, enquanto que as amostras de zircônia do grupo controle exibiram apenas a fase tetragonal parcialmente estabilizada.

Outro achado interessante na difração de raios-X do presente estudo foi o aparecimento de picos característicos de fase monoclinica nas amostras do grupo controle, após os tratamentos de superfície por meio de jateamento com óxido de alumínio ou deposição triboquímica de sílica, mesmo utilizando partículas de 50 µm e 30 µm, respectivamente.

Da mesma forma, o estudo de Ural et al.⁶⁶ (2010) afirmou que diferenças no tamanho das partículas de óxido de alumínio e o tempo de aplicação podem induzir discrepâncias nos resultados alcançados. A pressão excessivamente elevada durante o jateamento pode iniciar a transição de fase da zircônia (tetragonal para monoclinica) e acarretar microtrincas, reduzindo, então, as propriedades mecânicas da zircônia.

Por outro lado, no presente estudo, os tratamentos de superfície (jateamento com óxido de alumínio ou deposição triboquímica de sílica)

foram essenciais na união resina composta/zircônia Y-TZP. A totalidade dos corpos-de-prova que não foi submetida aos tratamentos de superfície abrasivos apresentou falha adesiva ainda durante a ciclagem térmica. Pode ser observado também nas análises em MEV, que as características superficiais da zircônia diferem bastante entre os grupos com e sem tratamento de superfície com jateamentos abrasivos, indicando o papel da rugosidade superficial no mecanismo da adesão.

A hipótese nula deste estudo foi rejeitada, ou seja, existiu diferença estatisticamente significativa para tratamento de superfície ($p < 0,001$), para agente de união ($p < 0,001$) e para as interações entre os fatores ($p < 0,001$).

O envelhecimento afetou apenas o grupo que combinou Jateamento com óxido de alumínio e Panavia F, o qual quando aplicado na zircônia sem envelhecimento alcançou $3,66 \pm 1,06$ MPa e com envelhecimento, $7,15 \pm 1,87$ MPa. Esse fato poderia ser explicado devido ao envelhecimento hidrotérmico da zircônia, em que ocorre aumento de fase monoclinica, como também aumento da rugosidade superficial, podendo favorecer a imbricação mecânica entre a fina camada de cimento resinoso Panavia F e a zircônia.

A simulação de degradação à baixa temperatura realizada por Alghazzawi et al.⁵ (2012) utilizou microscopia de força atômica para mensurar a rugosidade da superfície e o grau de transformação de tetragonal para monoclinica foi determinada usando difração de raios-X. O envelhecimento resultou em aumento da rugosidade da superfície e frações de fase monoclinica.

Entretanto, a relação entre envelhecimento hidrotérmico da zircônia, aumento da rugosidade superficial e maior resistência adesiva não se estabeleceu para os outros grupos, pois não ocorreu esse aumento na união da zircônia envelhecida.

O maior valor de resistência de união, considerando-se apenas a condição sem envelhecimento, foi a combinação Rocatec + RelyX U100.

Isso também foi observado na condição sem envelhecimento, juntamente ao grupo Jateamento com óxido de alumínio associado ao Panavia F.

A silicatização ou deposição triboquímica de sílica (Rocatec e CoJet), é indicada para uso em laboratório e para aplicação em consultório (3M ESPE, Alemanha). Com esse método, a superfície não é somente abrasionada, mas se torna incorporada a uma cobertura de sílica derivada das partículas de óxido de alumínio recobertas com sílica¹¹, promovendo rugosidade e viabilizando a união química que se consagra com a aplicação de um silano.

Essa cobertura de sílica foi comprovada, neste estudo, por meio dos resultados do EDS para os corpos-de-prova que utilizaram o Rocatec, tanto do grupo controle, como também do grupo envelhecido, com a identificação dos elementos químicos Zr, O, Si, Al e C.

Além disso, a aplicação do RelyX Ceramic Primer (Etanol / Metacriloxipropiltrimetoxil silano) na zircônia após deposição triboquímica de sílica e antes do RelyX U100, pode ter desempenhado um importante papel na maior resistência de união nesses grupos.

Silanos possuem a estrutura química geral $X-(CH_2)_3Si-(OR)_3$ e têm a capacidade de ligação química com superfícies tanto orgânicas quanto inorgânicas⁶⁹. O silano contribui para a força de união por meio da promoção de uma ligação química a materiais resinosos via ligações cruzadas com os grupos metacrilato e a materiais cerâmicos. Além da sua capacidade de promover união química, os silanos melhoram o molhamento da superfície⁸, contribuindo para união mecânica.

Entretanto, a zircônia tem mínimo ou nenhum conteúdo de sílica na sua composição química para reagir com o silano; conseqüentemente, a aplicação de um silano convencional à superfície da zircônia sem um recobrimento com sílica não deve ser recomendado¹⁰.

Uma investigação da influência de tratamentos de superfície na durabilidade do reparo de resina composta em coroas cerâmicas fraturadas, com infraestrutura em zircônia⁹, verificou que a deposição de

sílica utilizando CoJet seguido por silanização aumentou significativamente a carga de fratura das coroas reparadas. De acordo com alguns estudos revisados^{3,8,10,47}, os resultados da comparação entre diferentes tratamentos de superfície da cerâmica à base de zircônia confirmaram que a deposição de sílica aumenta significativamente a resistência de união zircônia/resina ou cimento resinoso.

O outro estudo de reparo da zircônia, conduzido por Cristoforides et al.²⁰ (2012) avaliou o efeito das diferentes abordagens de reparo sobre a resistência de união entre Y-TZP e resina composta e também verificou que a deposição triboquímica de sílica parece ser o melhor tratamento de superfície para reparos com resina composta das superfícies Y-TZP.

Por outro lado, no presente estudo, os menores valores de resistência de união, nos grupos sem envelhecimento, foi a combinação Jateamento com óxido de alumínio e Panavia F. Esse resultado pode ser considerado inesperado, pois alguns estudos da literatura apontam essa combinação como método eficaz na união zircônia/resina.

No estudo de Quaas et al.⁵⁰ (2007), a utilização do jateamento também como método de limpeza da superfície cerâmica à base de zircônia após contaminação com saliva teve influência significativa na resistência de união resina-cerâmica. O jateamento da zircônia contaminada foi considerado o método mais eficaz na resistência de união da zircônia com o cimento resinoso Panavia F 2.0.

Além desse, Blatz et al.¹³ (2004) avaliaram a resistência de união em diferentes associações entre silanos e cimentos para zircônia jateada com óxido de alumínio 50 µm. Os grupos com Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator + Panavia F apresentaram médias significativamente superiores de resistência ao cisalhamento em comparação ao controle (cimento Panavia sem silano).

A aplicação de um primer contendo MDP mais silano para melhorar a adesão de cimentos resinosos à zircônia produz resultados positivos⁶⁵. Primers com monômeros adesivos, como os monômeros de éster fosfato,

como o MDP (10- metacrililoiloxidecil diidrogenofosfato) são creditados por ter habilidade de formar ligações químicas com óxidos metálicos, forças secundárias como Forças de Van der Waals ou pontes de hidrogênio na interface resina-zircônia, resultando na melhoria da retenção de cimentos resinosos à zircônia⁷¹.

No presente estudo, se a aplicação do cimento Panavia F fosse antecedido pelo primer contendo MDP/silano como Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator, isso poderia ter gerado uma resistência de união superior em comparação à fina camada de cimento resinoso com MDP (Panavia F). Entretanto, esses agentes de união foram aplicados em grupos separados para testar a eficácia de cada um, isoladamente.

Outra explicação que poderia ser levantada para os menores valores de resistência de união da combinação Jateamento com óxido de alumínio e Panavia F é o fato da presença dos elementos químicos Zr, O, Al e C nos resultados do EDS, mesmo após a limpeza dos corpos-de-prova com jatos de água. Como este estudo simulou um reparo intraoral, então, a limpeza realizada após o jateamento foi feita apenas com jatos de água, enquanto que nos estudos que avaliam cimentação, ocorre limpeza com ultrassom para remoção das partículas soltas de óxido de alumínio, após o jateamento. Entretanto, isso não explica completamente, pois nos outros grupos jateados, o mesmo efeito não ocorreu.

Os menores valores de resistência de união, nos grupos com envelhecimento, foi a combinação Jateamento com óxido de alumínio mais RelyX U100 ($4,55 \pm 1,24$ MPa) e também o grupo Rocatec mais Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator ($4,99 \pm 1,11$ MPa). Esses resultados, até certo ponto, foram esperados. Como comentado anteriormente, os monômeros de éster fosfato (MDP) do Clearfil SE Bond/Clearfil Porcelain Bond Activator parecem formar ligações químicas com óxidos metálicos, ou seja, a própria superfície da zircônia, sem necessidade de recobrimento com sílica. Por outro lado, o cimento

resinoso RelyX U100 (cimento resinoso de dupla polimerização que contém metacrilatos bifuncionais), parece se comportar melhor em uma superfície recoberta com sílica, conforme foi discutido.

O presente estudo identificou a superioridade da combinação entre o tratamento de superfície por deposição triboquímica de sílica (Rocatec) e união por meio de uma fina camada de cimento resinoso (RelyX U100) sobre outras. Entretanto, investigações futuras ainda são necessárias para explicar esse fenômeno do envelhecimento e sua influência sobre a união resina/zircônia, assim como para melhor compreensão dos fenômenos envolvidos e desenvolvimento de técnicas para este tipo de restauração.

Conclusão

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos nesse estudo experimental, pode-se concluir que:

1. As técnicas de reparo resultaram em resistências de união ao cisalhamento na interface resina composta/zircônia Y-TZP com diferenças estatisticamente significativas. A condição envelhecimento afetou apenas o grupo Jateamento com Al_2O_3 e Panavia F, aumentando sua resistência de união;
2. Na condição com envelhecimento, os grupos Rocatec Soft + RelyX U100 e Jateamento com Al_2O_3 + Panavia F foram as melhores combinações. O cimento resinoso RelyX U100 antecedido por Rocatec promoveu os melhores resultados de resistência de união, na condição sem envelhecimento;
3. A topografia e textura da superfície da zircônia diferiram entre os grupos quanto ao tratamento de superfície abrasivo, de acordo com análises em MEV;
4. Os resultados do EDS confirmaram a presença do elemento Si e Al após deposição triboquímica de sílica e Al após jateamento com óxido de alumínio;
5. A difração de raios-X demonstrou picos característicos de fase monoclinica também nos grupos de zircônia sem envelhecimento hidrotérmico que foram submetidos ao tratamento de superfície abrasivo;

Referências

8 REFERÊNCIAS*

1. Aboushelib M, Feilzer A, Kleverlaan C. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater.* 2009;25(3):383-91.
2. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent.* 2008;99(5):388-99.
3. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomed Laser Surg.* 2010;28(6):801-8.
4. Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil.* 2010;37(8):641-52.
5. Alghazzawi TF, Lemons J, Liu PR, Essig ME, Bartolucci AA, Janowski GM. Influence of Low-Temperature Environmental Exposure on the Mechanical Properties and Structural Stability of Dental Zirconia. *J Prosthodont.* 2012;21(5):363-9.
6. Allahkarami M, Hanan JC. Mapping the tetragonal to monoclinic phase transformation in zirconia core dental crowns. *Dent Mater.* 2011;27(12):1279-84.
7. Anusavice KJ. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2012;28(1):102-11.
8. 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.

* De acordo com estilo Vancouver. Disponível no site: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

9. Attia A. Influence of surface treatment and cyclic loading on the durability of repaired all-ceramic crowns. *J Appl Oral Sci.* 2010;18(2):194-200.
10. Attia A, Kern M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *J Prosthet Dent.* 2011;106(5):319-27.
11. Bertolotti RL. Adhesion to porcelain and metal. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):433-51.
12. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003;89(3):268-74.
13. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent.* 2004;91(4):356-62.
14. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hubsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater.* 2010;6(12):4547-52.
15. Bulpakdi P, Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ, Jr. Failure analysis of clinically failed all-ceramic fixed partial dentures using fractal geometry. *Dent Mater.* 2009;25(5):634-40.
16. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater.* 2011;7(2):858-65.
17. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009;34(3):280-7.
18. Chen C, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of an experimental zirconia-silica coating technique on micro tensile bond strength of zirconia in different priming conditions. *Dent Mater.* 2012;28(8):127-34.
19. Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1999;82(8):2150-4.

20. Cristoforides P, Amaral R, May LG, Bottino MA, Valandro LF. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. *Oper Dent*. 2012;37(3):263-71.
21. DellaBona A, Kelly J. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 2008;139 Suppl8S-13S.
22. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent*. 2011;105(5):296-303.
23. Dittmer M, Borchers L, Stiesch M, Kohorst P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *Acta Biomater*. 2009;5(8):3231-9.
24. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater*. 2008;27(3):448-54.
25. Fischer J, Zbaren C, Stawarczyk B, Hammerle CH. The effect of thermal cycling on metal-ceramic bond strength. *J Dent*. 2009;37(7):549-53.
26. Flinn BD, Degroot DA, Mancl LA, Raigrodski AJ. Accelerated aging characteristics of three yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline dental materials. *J Prosthet Dent*. 2012;108(4):223-30.
27. Goff JP, Hayes W, Hull S, Hutchings MT, Clausen KN. Defect structure of yttria-stabilized zirconia and its influence on the ionic conductivity at elevated temperatures. *Phys Rev B*. 1999;59(14):202-19.
28. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomater*. 2010;6(12):4532-8.
29. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004;20(5):449-56.

30. Guazzato M, Walton T, Franklin W, Davis G, Bohl C, Klineberg I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Aust Dent J.* 2010;55(3):306-10.
31. Hallmann L, Mehl A, Ulmer P, Reusser E, Stadler J, Zenobi R, et al. The influence of grain size on low-temperature degradation of dental zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2011;100B(2):447-56.
32. Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont* 2009;1(3):113-7.
33. Kim JW, Coval NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010;89(1):91-5.
34. Kohorst P, Borchers L, Stempel J, Stiesch M, Hassel T, Bach FW, et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. *Acta Biomater.* 2012;8(3):1213-20.
35. Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. *J Oral Sci.* 2010;52(4):531-9.
36. Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand.* 2011;69(2):88-94.
37. Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011;105(3):177-84.
38. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006;22(2):195-200.
39. Marchack BW, Sato S, Marchack CB, White SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2011;106(3):145-52.

40. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater.* 2011;27(3):273-80.
41. Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, de Goes MF, da Silva EM. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. *J Adhes Dent.* 2011;13(5):473-80.
42. Mirmohammadi H, Aboushelib MN, Salameh Z, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dent Mater.* 2010;26(8):786-92.
43. Mochales C, Maerten A, Rack A, Cloetens P, Mueller WD, Zaslansky P, et al. Monoclinic phase transformations of zirconia-based dental prostheses, induced by clinically practised surface manipulations. *Acta Biomater.* 2011;7(7):2994-3002.
44. Nakamura K, Kanno T, Milleding P, Örtengren U. Zirconia as a Dental Implant Abutment Material: A Systematic Review. *Int J Prosthodont.* 2010;23(4):299-309.
45. Nothdurft F, Pospiech P. Prefabricated zirconium dioxide implant abutments for single-tooth replacement in the posterior region: evaluation of peri-implant tissues and superstructures after 12 months of function *Clin Oral Impl Res.* 2010;21(8):857-65.
46. Ozcan M. Evaluation of alternative intra-oral repair techniques for fractured ceramic-fused-to-metal restorations. *J Oral Rehabil.* 2003;30(2):194-203.
47. Paranhos MP, Burnett LH, Jr., Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int.* 2011;42(1):79-89.
48. Pelaez J, Cogolludo PG, Serrano B, Lozano JF, Suarez MJ. A prospective evaluation of zirconia posterior fixed dental prostheses: three-year clinical results. *J Prosthet Dent.* 2012;107(6):373-9.

49. Phark JH, Duarte S, Jr., Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent.* 2009;101(1):29-38.
50. Quaas AC, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater.* 2007;23(4):506-12.
51. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004;92(6):557-62.
52. Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2001;86(5):520-5.
53. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2012;107(3):170-7.
54. Rosentritt M, Kolbeck C, Handel G, Schneider-Feyrer S, Behr M. Influence of the fabrication process on the in vitro performance of fixed dental prostheses with zirconia substructures. *Clin Oral Investig.* 2011;15(6):1007-12.
55. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler L, Luthy H, Hammerle C. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007;20(4):383-8.
56. Sailer I, Pjetursson B, Zwahlen M, Hammerle C. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res.* 2007;18 Suppl 386-96.
57. Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HW. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μm silica-coated alumina particles. *Dent Mater.* 2011;27(2):28-42.

58. Schley JS, Heussen N, Reich S, Fischer J, Haselhuhn K, Wolfart S. Survival probability of zirconia-based fixed dental prostheses up to 5 yr: a systematic review of the literature. *Eur J Oral Sci.* 2010;118(5):443-50.
59. Schmitt J, Holst S, Wichmann M, Reich S, Gollner M, Hamel J. Zirconia posterior fixed partial dentures: a prospective clinical 3-year follow-up. *Int J Prosthodont.* 2009;22(6):597-603.
60. Suliman AH, Swift EJ, Jr., Perdigao J. Effects of surface treatment and bonding agents on bond strength of composite resin to porcelain. *J Prosthet Dent.* 1993;70(2):118-20.
61. Swain M. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater.* 2009;5(5):1668-77.
62. Taskonak B, Borges G, Mecholsky J, Anusavice K, Moore B, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater.* 2008;24(9):1149-55.
63. Tholey MJ, Berthold C, Swain MV, Thiel N. XRD2 micro-diffraction analysis of the interface between Y-TZP and veneering porcelain: role of application methods. *Dent Mater.* 2010;26(6):545-52.
64. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dent Mater.* 2009;25(7):857-62.
65. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater.* 2011;27:71-82.
66. Ural C, Kulunk T, Kulunk S, Kurt M. The effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. *Acta Odontol Scand.* 2010;68(6):354-9.
67. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater.* 2008;24(5):633-8.
68. White S, Miklus V, McLaren E, Lang L, Caputo A. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent.* 2005;94(2):125-31.

69. Wolf DM, Powers JM, O'Keefe KL. Bond strength of composite to porcelain treated with new porcelain repair agents. *Dent Mater.* 1992;8(3):158-61.
70. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo Cdos R, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2006;95(3):224-9.
71. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010;26(1):44-50.
72. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater.* 2010;26(7):650-8.

Apêndice

APÊNDICE

Tabela 1A - Valores originais, médias, desvios-padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) da resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos sem envelhecimento hidrotérmico (controle).

	Al ₂ O ₃ + Clearfil	Al ₂ O ₃ + Panavia F	Al ₂ O ₃ + RelyX	Rocatec + Clearfil	Rocatec + Panavia F	Rocatec + RelyX
1	5,10	4,54	4,63	4,83	4,54	10,21
2	4,42	3,27	2,56	8,98	5,95	7,30
3	9,34	2,22	4,65	6,29	4,96	10,69
4	5,15	4,07	2,05	5,29	4,79	8,32
5	4,49	4,88	4,89	4,90	8,36	9,17
6	5,88	1,83	4,32	6,91	5,67	7,40
7	4,06	3,06	4,30	6,56	6,36	8,35
8	6,63	3,14	4,78	5,11	8,67	12,59
9	5,20	2,57	6,61	4,03	6,02	13,68
10	4,32	5,68	5,06	5,69	3,29	11,84
11	8,70	4,09	4,44	5,16	3,08	11,38
12	5,52	4,30	4,78	5,26	4,72	12,27
13	6,21	3,78	5,64	6,39	5,02	9,00
14	7,54	3,84	4,96	5,88	7,40	10,51
Média	5,90	3,66	4,55	5,81	5,63	10,19
DP	1,64	1,06	1,12	1,20	1,67	2,00
CV (%)	27,78	28,88	24,72	20,74	29,61	19,66

Tabela 1B - Valores originais, médias, desvios-padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) da resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos com envelhecimento hidrotérmico (envelhecido).

	Al ₂ O ₃ + Clearfil	Al ₂ O ₃ + Panavia F	Al ₂ O ₃ + RelyX	Rocatec + Clearfil	Rocatec + Panavia F	Rocatec + RelyX
1	7,63	4,22	4,96	6,11	3,90	8,11
2	5,17	7,91	4,58	5,28	8,42	10,45
3	5,80	9,13	4,09	5,88	5,14	9,16
4	5,36	4,83	3,21	3,87	3,87	12,57
5	4,82	5,09	4,94	4,82	6,54	7,83
6	8,33	7,41	7,53	3,32	4,08	11,18
7	6,30	7,14	4,88	3,72	4,56	9,58
8	4,85	9,53	4,42	4,81	6,13	7,12
9	5,44	11,01	4,43	5,44	4,49	8,68
10	4,29	6,43	3,00	4,28	5,75	8,12
11	3,50	6,73	4,06	4,17	6,70	6,99
12	5,64	6,93	3,18	4,73	4,16	6,27
13	4,61	6,11	3,96	6,10	5,81	7,44
14	8,16	7,64	6,50	7,33	5,91	9,54
Média	5,71	7,15	4,55	4,99	5,39	8,79
DP	1,44	1,87	1,24	1,11	1,32	1,76
CV (%)	25,27	26,14	27,26	22,23	24,50	19,99

Tabela 2A - Valores transformados (log10) e médias da resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos sem envelhecimento hidrotérmico (controle).

	Al ₂ O ₃ + Clearfil	Al ₂ O ₃ + Panavia F	Al ₂ O ₃ + RelyX	Rocatec + Clearfil	Rocatec + Panavia F	Rocatec + RelyX
1	0,707570	0,657056	0,665581	0,683947	0,657056	1,009026
2	0,645422	0,514548	0,408240	0,953276	0,774517	0,863323
3	0,970347	0,346353	0,667453	0,798651	0,695482	1,028978
4	0,711807	0,609594	0,311754	0,723456	0,680336	0,920123
5	0,652246	0,688420	0,689309	0,690196	0,922206	0,962369
6	0,769377	0,262451	0,635484	0,839478	0,753583	0,869232
7	0,608526	0,485721	0,633468	0,816904	0,803457	0,921686
8	0,821514	0,496930	0,679428	0,708421	0,938019	1,100026
9	0,716003	0,409933	0,820201	0,605305	0,779596	1,136086
10	0,635484	0,754348	0,704151	0,755112	0,517196	1,073352
11	0,939519	0,611723	0,647383	0,712650	0,488551	1,056142
12	0,741939	0,633468	0,679428	0,720986	0,673942	1,088845
13	0,793092	0,577492	0,751279	0,805501	0,700704	0,954243
14	0,877371	0,584331	0,695482	0,769377	0,869232	1,021603
Média	0,756444	0,545169	0,642046	0,755947	0,732420	1,000359

Tabela 2B - Valores transformados (log10) e médias da resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos com envelhecimento hidrotérmico (envelhecido).

	Al ₂ O ₃ + Clearfil	Al ₂ O ₃ + Panavia F	Al ₂ O ₃ + RelyX	Rocatec + Clearfil	Rocatec + Panavia F	Rocatec + RelyX
1	0,882525	0,625312	0,695482	0,786041	0,591065	0,909021
2	0,713491	0,898176	0,660865	0,722634	0,925312	1,019116
3	0,763428	0,960471	0,611723	0,769377	0,710963	0,961895
4	0,729165	0,683947	0,506505	0,587711	0,587711	1,099335
5	0,683047	0,706718	0,693727	0,683047	0,815578	0,893762
6	0,920645	0,869818	0,876795	0,521138	0,610660	1,048442
7	0,799341	0,853698	0,688420	0,570543	0,658965	0,981366
8	0,685742	0,979093	0,645422	0,682145	0,787460	0,852480
9	0,735599	1,041787	0,646404	0,735599	0,652246	0,938520
10	0,632457	0,808211	0,477121	0,631444	0,759668	0,909556
11	0,544068	0,828015	0,608526	0,620136	0,826075	0,844477
12	0,751279	0,840733	0,502427	0,674861	0,619093	0,797268
13	0,663701	0,786041	0,597695	0,785330	0,764176	0,871573
14	0,911690	0,883093	0,812913	0,865104	0,771587	0,979548
Média	0,744013	0,840365	0,644573	0,688222	0,720040	0,936168

Autorizo a reprodução deste trabalho.
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 14 de março de 2013.

BEATRIZ REGALADO GALVÃO RIBEIRO