



UNESP – Universidade Estadual Paulista

Faculdade de Odontologia de Araraquara



Plínio Sciasci

**Efeito de Tratamentos de Superfície na
composição da zircônia e na resistência de
união com diferentes cimentos**

ARARAQUARA

2013



UNESP – Universidade Estadual Paulista
Faculdade de Odontologia de Araraquara



PLÍNIO SCIASCI

**Efeito de tratamentos de superfície na composição da zircônia e na
resistência de união com diferentes cimentos**

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(a): Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca.

Araraquara

2013

Sciasci, Plínio.

Efeitos de tratamentos de superfície na composição da zircônia e na resistência de união com diferentes cimentos / Plínio Sciasci. – Araraquara: [s.n.], 2013.

108 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientadora: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca.

1.Zircônio 2. Cimentos de resina 4. Resistência ao cisalhamento. I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Ceres Maria Carvalho Galvão de Freitas, CRB-8/4612 , Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

Plínio Sciasci

**Efeito de tratamentos de superfície na composição da zircônia e na
resistência de união com diferentes cimentos**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e orientadora: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

2º Examinador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

3º Examinador: Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos

Araraquara, 08 de março de 2013

DADOS CURRICULARES

Plínio Sciasci

NASCIMENTO 28.08.1985

Novo Horizonte/SP

FILIAÇÃO Adilson Sciasci

Dairce Aparecida Lazarini Sciasci

2006 - 2010 Curso de Graduação

Faculdade de Odontologia de Araraquara

Universidade Estadual Paulista – UNESP

2011 - 2013 Curso de Mestrado – Área de Prótese

Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral

Faculdade de Odontologia de Araraquara

Universidade Estadual Paulista – UNESP

2012 -2013 Curso de Aperfeiçoamento em Prótese Sobre Implantes e
Prótese Fixa Convencional.

APCD de Araraquara - SP

Dedicatória

Em memória aos meus avós que já se foram. Que Deus os proteja sobre a luz de vossa face.

Emília e Vicente

Maria e Marcílio

Pessoas simples e especiais, que semearam bons ensinamentos, e que sempre servirão de exemplo para nossa família. Meu eterno agradecimento por ter orientado nossa família nos caminhos difíceis da vida.

Aos meus pais ***Adilson e Dairce***. Simplesmente representam tudo em minha vida. Sempre me apoiando em todas as minhas decisões e me dando conselhos para que eu alcançasse meus objetivos. Muito Obrigado e que Deus sempre os proteja. Dedico esta conquista também a vocês. Amarei sempre vocês.

Aos meus irmãos ***Alessandra e Victor*** que sempre me ajudaram com conselhos e que sempre torceram por mim. Saibam que eu também sempre os apoiarei e estarei do seu lado. Que Deus onisciente e onipotente sempre os proteja em todos os seus caminhos. Os amarei por toda vida.

Dedico com muito amor e fé este trabalho.

Agradecimentos

Especiais

À Deus

Por me oferecer a oportunidade de viver e através dos meus sentidos sentir a todas as maravilhas por ele criadas.

Obrigado também por me oferecer saúde, paz e fé para que eu pudesse conquistar meus objetivos e superar todos os obstáculos da vida.

Agradeço a todos os meus ***familiares*** que sempre acreditaram em mim, dando incentivo e ajudando com orações, amor e carinho transmitidos com muita alegria e paz para toda nossa família.

À Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

Pessoa de extrema capacidade e que me passou ensinamentos valiosíssimos durante toda a minha formação durante o mestrado.

Além de extremamente profissional é uma pessoa muito humana, atenciosa e sempre disposta a ajudar. Requisitos especiais que a fazem uma excelente orientadora de pós-graduação e da vida.

Obrigado pela compreensão e paciência nos momentos mais difíceis durante minha caminhada. Seus ensinamentos sempre serão lembrados.

Agradecimento

Especiais

À Profa. Dr. Rita de Cassia Loiola Cordeiro

Minha orientadora durante quase toda a graduação que realizei na Faculdade de Odontologia de Araraquara.

Graças a sua extrema competência e inteligência, me concedeu a oportunidade de realizar minha iniciação científica, na qual me forneceu conhecimentos importantíssimos para que me interessasse ainda mais pelo estudo e desenvolvimento da ciência.

Agradeço por sempre ter me incentivado e confiado em mim, dando-me oportunidade de mostrar meu trabalho. **Muito Obrigado!**

À Jaqueline Minari

Minha namorada que esteve comigo e sempre acompanhou todas as minhas dificuldades.

Esteve sempre me ajudando com conselhos, carinho e amor, que foram pilares para que eu pudesse me concentrar ao máximo em meus estudos e me focar na realização desse trabalho. Te amo muito !

À Filipe de Oliveira Abi Rached

Pessoa muito responsável e competente com quem aprendi muito, seja no dia-a-dia no laboratório, durante a execução da pesquisa, como também durante a resolução de dúvidas e dificuldades encontradas nessa empreitada.

Considero-o um amigo, que com sua capacidade e disposição em ajudar foi de extrema importância para o alcance desse objetivo. Muito Obrigado!

Agradecimento

Especiais

Aos ***Professores Drs. Carlos Alberto dos Santos Cruz, Gelson Luis Adabo e Luis Geraldo Vaz***, pela amizade, acolhida, respeito e também pela disponibilidade em ajudar na resolução de dúvidas durante toda a pesquisa e mestrado. Conselheiros que certamente contribuíram grandemente durante toda minha caminhada no mestrado para realização desse sonho.

À ***Diogo Longhini*** pela amizade, companheirismo e nossas conversas dentro e fora da faculdade e também por me ajudar com as ciclagem térmicas durante a pesquisa.

À ***Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”***, representada pelo digníssima diretora Prof. Dra. Andréia Affonso Barretto Montandon e pelo vice-diretor Prof. Dr. Elaine Maria Sgavioli Massucato, pela oportunidade de tê-los também como professor e seus ensinamentos passados durante a graduação e a pós-graduação.

Ao ***Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral***, área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, representado pelo Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani, pela conclusão do curso de Pós-Graduação em nível de Mestrado.

Ao ***Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese – UNESP(Araraquara)***, representado pelo chefe Prof. Dr. Francisco de Assis Mollo Júnior, e pelo vice-chefe Dr. Gelson Luis Adabo.

Agradecimentos

A ***todos os professores*** do ***Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese*** pela amizade, compreensão, incentivo e ensinamentos.

Às ***funcionárias*** do ***Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese: Miriam, Malú, Martinha, Dedé e D. Adelaide***, pela amizade, convivência, compreensão, carinho, presteza e ajuda sempre nos momentos em que precisei. Muito obrigado!

À ***minha turma de Mestrado***: Andressa, Beatriz Panariello, Beatriz Regalado, Bruna, Camilo, Carolina, Chaiene, Danny, Eduardo, Fernanda Alves, Fernanda Vargas.

Aos ***amigos do Doutorado***:, André, Carlos Eduardo (Cadu), Sabrina, Carolina (Carol), pelo convívio agradável ao longo desses anos.

Aos ***técnicos em prótese dentária*** do ***Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese: Júnior, Mané, Zé Carlinhos e Fernando***, pela amizade e colaboração.

Ao ***Prof. Dr. Gelson Luis Adabo*** pela atenção concedida durante a confecção do dispositivo de cisalhamento nesse estudo que foi primordial para que conseguíssemos alcançar nossos objetivos.

Aos membros da banca do Exame Geral de Qualificação: ***Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz*** e ***Prof. Dr. Gelson Luis Adabo*** por prontamente aceitarem meu convite, pelo incentivo e sugestões.

Aos ***amigos da 81ª turma do Curso de Odontologia*** da Faculdade de Odontologia de Araraquara.

Agradecimentos

Aos ***Professores Drs. Ivan Ribeiro de Faria, José Cláudio Martins Segalla, Ligia Pereira Antunes Pinelli, Regina Helena Barbosa Tavares da Silva e José Maurício dos Santos Reis***, pela receptividade e convívio durante a realização do meu estágio de docência na Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes.

À colega de mestrado ***Samira***, pelo convívio, amizade, respeito e confiança. Espero que você continue nesse caminho da vida acadêmica!

Aos ***funcionários da Biblioteca e da seção de Pós-Graduação***, pela amizade, receptividade, orientação, eficiência e disponibilidade com que sempre me atenderam. Vocês são fundamentais!

A ***todos os demais professores e funcionários*** da Faculdade de Odontologia de Araraquara, pela amizade, atenção, acolhimento e contribuição para minha formação profissional e moral.

A todos os ***pacientes*** que atendi durante a graduação ou Mestrado, pela confiança depositada em mim. Vocês foram essenciais para o meu aprendizado inicial e aperfeiçoamento profissional.

À ***Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)*** pelo auxílio financeiro concedido durante todo o curso e a agência financiadora da pesquisa ***Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)***.

A ***todos aqueles*** que de alguma forma colaboraram com a realização deste trabalho.

Muito obrigado!

Meus sinceros e eternos agradecimentos!

Só existem dois dias no ano em que nada pode ser feito. Um se chama ontem e o outro se chama amanhã, portanto hoje é o dia certo para amar, acreditar, fazer e principalmente viver.

Dalai Lama

Resumo

Sciasci P. Efeito de tratamentos de superfície na composição da zircônia e na resistência de união com diferentes cimentos [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

RESUMO

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-ZTP), em virtude de suas propriedades mecânicas, pode ser indicada para restaurações dento ou implanto-suportadas. Porém, em função de sua composição, este material apresenta dificuldade de se unir eficazmente com os cimentos, comprometendo assim a longevidade das restaurações. O objetivo desse estudo foi avaliar a influência de diferentes tratamentos de superfície e cimentos na resistência ao cisalhamento (RC) de uma Y-ZTP, assim como a caracterização química da superfície da zircônia após os jateamentos. Duzentos e quarenta discos de Y-ZTP (5 x 2 mm) foram obtidos e aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=40) de acordo com os tratamentos de superfície: 1) jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3) de 50 μm + silano; 2) jateamento com Al_2O_3 de 120 μm + silano; 3) jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (Rocatec Soft) (30 μm) + silano; 4) jateamento com Al_2O_3 de 120 μm seguido do jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (110 μm) (Rocatec Plus) e 5) Rocatec Plus + silano. Discos de resina composta (Filtek Z350 XT) foram confeccionados e imediatamente cimentados sobre a superfície da zircônia com os seguintes cimentos (n=12): 1) RelyX Luting 2; 2) RelyX ARC; 3) RelyX U100; e 4) Panavia F 2.0. Os silanos usados foram: 1) RelyX Ceramic Primer para os cimentos RelyX Luting 2, RelyX ARC e RelyX U100 e 2) Clearfil SE Bond Primer/Clearfil Porcelain Bond Activator para o cimento Panavia F 2.0. Após a cimentação, os espécimes foram armazenados por 6 dias em meio seco à 37°C antes da ciclagem térmica (10.000 ciclos, 5 – 55°C, 30 s/banho) para então serem submetidas ao teste de RC em máquina universal de ensaios (EMIC DL2000). Os dados foram analisados por meio de ANOVA 2 fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Uma vez que todos os espécimes do cimento RelyX Luting 2 se soltaram durante a termociclagem, este cimento não entrou na análise estatística. As falhas foram avaliadas em lupa estereoscópica (x 20). A composição elementar dos espécimes jateados foi investigada empregando-se *energy-dispersive X-ray spectroscopy*

(EDS). Os fatores tratamento de superfície e cimento, bem como sua interação influenciaram significativamente ($P < 0,001$) a RC da interface zircônia/cimento. Para os três cimentos (RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F 2.0), não houve diferença significativa entre os jateamentos com Al_2O_3 de 50 μm e 120 μm . Para o cimento RelyX ARC, os jateamentos com Rocatec Soft e Rocatec Plus promoveram a maior RC. Para os cimentos RelyX U100 e Panavia F, não houve diferença estatisticamente significante entre os tratamentos de superfície, com exceção do jateamento com Al_2O_3 de 120 μm , que promoveu a menor RC quando o cimento RelyX U100 foi empregado. Tanto no jateamento com Al_2O_3 de 50 μm quanto naquele realizado com Al_2O_3 de 120 μm , não houve diferença estatística entre os três cimentos. Nos jateamentos com os sistemas Rocatec Soft e Rocatec Plus, os grupos cimentados com Panavia F 2.0 exibiram os menores valores de RC. No jateamento com Al_2O_3 de 120 μm + Rocatec Plus, o cimento RelyX ARC apresentou a menor RC. Todos os espécimes apresentaram 100% de falha adesiva. O elemento Al foi identificado nas superfícies jateadas com Al_2O_3 de 50 μm e 120 μm , enquanto nos espécimes jateados com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica, os elementos Al e Si foram encontrados. Concluiu-se que nenhum dos cinco tratamentos de superfície testados foi eficaz na união do cimento RelyX Luting 2 à zircônia. Para os demais cimentos, o tamanho da partícula não influenciou os valores de RC nos grupos jateados exclusivamente com Al_2O_3 ou partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica. Os três cimentos não influenciaram a RC quando foi realizado o jateamento com Al_2O_3 . A utilização do sistema triboquímico beneficiou mais o cimento RelyX ARC, enquanto o cimento Panavia F 2.0 foi o que menos se beneficiou dessa condição de jateamento. O jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm antes da aplicação do Rocatec Plus é desnecessário.

Palavras Chaves: Zircônia; cimentos de resina; Resistência ao cisalhamento.

Abstract

Sciasci P. Effect of surface treatments on Y-TZP ceramic surface characterization and shear bond strength to luting cements. [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

ABSTRACT

Due to their excellent mechanical properties, biocompatibility, low thermal conductivity, and chemical stability, Y-TZP (yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal) ceramics have been used to manufacture metal-free tooth- or implant-supported prostheses. However, the conventional surface treatments (hydrofluoric acid etching and silanization) used for silica ceramics are not effective in promoting suitable bonding between resin-based materials and zirconia. Therefore, the purpose of this in vitro study was to evaluate the effect of different surface treatments on the shear bond strength (SBS) of luting cements to yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) and on its surface chemical characterization. Two hundred and forty Y-TZP discs (5×2 mm) were obtained and randomly divided into 5 airborne-particle abraded groups ($n=48$): 1) $50 \mu\text{m}$ Al_2O_3 particles; 2) $120 \mu\text{m}$ Al_2O_3 particles; 3) $30 \mu\text{m}$ silica-modified Al_2O_3 particles (Rocatec Soft); 4) $120 \mu\text{m}$ Al_2O_3 particles, followed by $110 \mu\text{m}$ silica-modified Al_2O_3 particles (Rocatec Plus); and 5) Rocatec Plus. After airborne-particle abrasion the surfaces were treated with silane coupling agent. Composite resin discs (Filtek Z350 XT) were produced and bonded immediately to the zirconia-treated surfaces ($n=12$) with: 1) RelyX Luting 2; 2) RelyX ARC; 3) RelyX U100; or 4) Panavia F 2.0. The silanes used were RelyX Ceramic Primer (RelyX Luting 2, RelyX ARC and RelyX U100) and Clearfil SE Bond Primer/Clearfil Porcelain Bond Activator (Panavia F 2.0). The bonded specimens were stored for 6 days in dry conditions at 37°C before thermal cycling (10,000 cycles, 5 to 55°C) and then tested for SBS in a mechanical testing machine (EMIC DL2000). Data were analyzed by two-way ANOVA and Tukey HSD post hoc test ($\alpha=.05$). Failure mode was determined with a stereomicroscope ($\times 20$). The elemental composition of the air-abraded surfaces was obtained by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) using a scanning electron microscopy ($\times 50$). The surface

treatments, cements, and their interaction were significant ($P<.001$). For RelyX ARC, Rocatec Soft and Rocatec Plus provided the highest SBS value. For RelyX U100 (except for the group 120 μm Al_2O_3 particles + silane) and Panavia F, there was no significant difference among the surface treatments. For RelyX Luting 2, all groups failed spontaneously. Regardless of the cement, there was no significant difference neither between 50 μm and 120 μm Al_2O_3 particles nor between Rocatec Soft (30 μm) and Rocatec Plus (110 μm). Additionally, Rocatec Plus + silane and 120 μm Al_2O_3 particles + Rocatec Plus + silane provided statistically similar mean SBS to each other, irrespective of the cement. For the abrasion with 50 μm and 120 μm Al_2O_3 particles, all cements exhibited statistically similar SBS values, while for Rocatec Soft and Rocatec Plus, Panavia F provided the lowest SBS value. RelyX ARC exhibited the lowest SBS mean value among the groups abraded with 120 μm Al_2O_3 particles + Rocatec Plus. All groups showed a predominance of adhesive failure mode. The elemental composition comprised Al and Si. The particle size did not influence the SBS of the groups abraded exclusively with Al_2O_3 particles or silica-modified ones. The cement did not influence the SBS when abrasion was performed exclusively with Al_2O_3 particles. RelyX ARC and Panavia F were respectively the most and the least benefited cements by the tribochemical silica-coating systems. Abrasion with 120 μm Al_2O_3 particles before Rocatec Plus was dispensable.

KeyWords: zirconia, resin cements, shear bond strength.

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Y-ZTP	Zircônia Tetragonal Policristalina estabilizada por Ítria
RC	Resistência ao cisalhamento
Al_2O_3	Óxido de alumínio
EDS	<i>Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>
Monômeros	MDP: <i>10-methacryloyloxydecryl dihydrogen phosphate</i> 4-META: <i>4 methacryloxyethyl trimellitate anhydride</i> MAC-10: <i>11 methacryloyloxundecan 1,1-dicarboxylicacid</i>
HF	Ácido fluorídrico
CAD-CAM	<i>Computer-aided design/manufacturing system</i>
Er:YAG	<i>Erbium:yttrium-aluminum-garnet</i>

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	20
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	26
3 PROPOSIÇÃO.....	72
4 MATERIAL E MÉTODO.....	74
5 RESULTADO.....	84
6 DISCUSSÃO.....	91
7 CONCLUSÃO.....	97
REFERÊNCIAS.....	99
APÊNDICE.....	106

Introdução

1 INTRODUÇÃO

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) apresenta excelentes propriedades mecânicas, como elevadas tenacidade à fratura^{53, 51}, resistência à flexão^{29, 42} e resistência à fadiga⁴³, além de alto módulo de elasticidade. A compatibilidade biológica das zircônias as torna inertes aos tecidos orgânicos³¹, enquanto sua estabilidade química confere resistência a agentes químicos agressivos^{1, 57}. Tais propriedades atrativas colocam as zircônias como opção na confecção de restaurações implanto- ou dento-suportadas.

Entretanto, um dos maiores obstáculos apresentados pelas zircônias é a sua dificuldade de união com materiais resinosos⁵⁷. Esta constatação é especialmente problemática em preparos dentais curtos ou pouco retentivos, em que há a real necessidade de se realizar uma cimentação com cimentos que apresentem potencial de estabelecer união adesiva com as zircônias⁵¹.

A literatura^{31, 51, 52}, coloca que o ideal, para se obter maiores chances de sucesso das restaurações indiretas, é que haja, na interface cimento/material restaurador, retenção micromecânica (imbricação) e adesão (reações químicas estabelecidas entre ambos os materiais). Nos sistemas cerâmicos que contêm elevado conteúdo de matriz vítrea, a retenção pode ser obtida por meio do condicionamento com ácido fluorídrico (HF) de 5 a 10%, que ataca essa matriz criando rugosidades na superfície¹². A adesão é facilmente conseguida com a aplicação de silanos que, por constituírem-se em molécula bifuncional, estabelecem reações químicas com cerâmicas a base de sílica (grupo sílico-funcional) e com monômeros resinosos presentes nos cimentos resinosos e cimentos de ionômero de vidro modificado por resina (grupo organo-funcional)³³.

Em contrapartida, com relação às cerâmicas com elevado conteúdo cristalino e matriz vítrea limitada (abaixo de 1%), como é o caso das zircônias (Lava, Cercon, Zirkonzahn, Procera Zirconia, entre outras), o condicionamento com ácido fluorídrico não é eficaz na criação de microretenções^{8,10}. Também, com o intuito de proporcionar adesão à interface zircônia/material resinoso, uma vez que as zircônias apresentam baixo ou nenhum conteúdo de sílica, os silanos não são os agentes de união mais indicados para serem empregados diretamente na superfície deste substrato, ou seja, em uma situação em que nenhum tratamento de superfície tenha sido realizado na zircônia previamente ao silano. De acordo com Attia et al.⁵, os silanos, quando aplicados em zircônias, podem promover apenas um aumento do molhamento de suas superfícies pelo cimento, não sendo capaz de estabelecer uma forte ligação química com os óxidos de zircônio^{5,25,26,51}. Além disto, as zircônias apresentam reduzidos molhamento e energia de superfície⁵⁰. Portanto, tratamentos alternativos devem ser investigados para promover os dois mecanismos de união.

Retenções micromecânicas também podem ser obtidas por outros métodos. Dentre eles, o jateamento é o mais empregado²⁶, apesar de existirem outras modalidades como a utilização de lixas abrasivas^{8, 53}, pontas diamantadas^{17, 18, 23} e de laser Er:YAG^{12, 13}. Além de criar rugosidade, o jateamento limpa a superfície e aumenta sua área favorecendo a imbricação mecânica entre o cimento e a superfície da restauração^{32,13,27}. Alguns autores comentam que este método de obtenção de retenção^{13, 27, 24, 7} também diminui a tensão superficial permitindo maior molhamento da superfície pelo material aplicado na sequência.

Duas composições diferentes de partículas podem ser empregadas no jateamento: as *convencionais* e as *modificadas*. As *convencionais* são constituídas simplesmente por partículas de Al_2O_3 . As *modificadas* são partículas de Al_2O_3 *revestidas* por sílica, sendo o jateamento com tais partículas denominado silicatização ou método triboquímico. Ambas as partículas podem ser encontradas em diversos tamanhos. As partículas *convencionais* geralmente estão disponíveis em tamanhos que variam de 50 a 250 μm . Exemplo destas partículas pode ser encontrado no Rocatec Pre (3M ESPE), com tamanho de 110 μm . As partículas *modificadas por sílica*, com seus respectivos tamanhos, estão presentes nos sistemas Cojet Sand, mais recentemente relançado com o nome Rocatec Soft (30 μm), e Rocatec Plus (110 μm), ambos da 3M ESPE, bem como em outros sistemas disponíveis no mercado europeu como as fabricadas pela Supradental (50 μm) (Madri, Espanha)³⁶. Estas partículas *modificadas por sílica*, além de favorecerem a retenção na interface cimento/restauração, criam uma superfície preparada para reagir quimicamente com um silano, graças à deposição de sílica na superfície jateada. Portanto, o jateamento realizado com essas partículas promove união mecânica e prepara a superfície para uma união química que se consagra com a aplicação do silano realizada após o jateamento^{26, 27}. Desta forma, com esses tratamentos descritos anteriormente, torna-se possível a obtenção do duplo mecanismo de união.

Entretanto, diante da ampla gama de opções com relação ao tamanho e composição de partículas empregadas no jateamento, deve-se avaliar o efeito que tais variabilidades podem promover com relação à composição superficial da zircônia.

Considerando as duas opções de composição das partículas (Al_2O_3 e Al_2O_3 modificadas por sílica), podem estar presentes no substrato: 1) zircônia + alumina (no jateamento com partículas de Al_2O_3 *convencionais*); 2) zircônia + sílica (no jateamento com partículas de Al_2O_3 *modificadas*) ou 3) zircônia + alumina + sílica (nos sistemas que empregam jateamento com partículas de Al_2O_3 *convencionais* seguido do jateamento com partículas de Al_2O_3 *modificadas*).

De acordo com Papadopoulos⁴⁰, não apenas a composição, mas também o tamanho dessas partículas podem influenciar na caracterização química superficial do substrato jateado. Estes autores observaram que partículas de Al_2O_3 *convencionais* menores (50 μm) depositam-se em maior quantidade na superfície do substrato jateado quando comparadas com partículas *convencionais* maiores (250 μm). Desta maneira, pode-se supor que o conteúdo percentual de zircônia e de alumina, no caso do jateamento com partículas de Al_2O_3 *convencionais*, presente na superfície jateada dependerá do tamanho da partícula de Al_2O_3 empregada no jateamento. Possivelmente, esta observação sirva também quando do jateamento com partículas de Al_2O_3 *modificadas*.

Sendo assim, dependendo da composição e do tamanho das partículas empregadas no jateamento, pode-se ter diferentes composições e conteúdos de compostos (zircônia, alumina e sílica) na superfície da zircônia, os quais apresentam diferentes graus de afinidade e estabelecem diferentes forças de reação com a porção sílico-funcional do silano, que geralmente é aplicado na sequência. Alguns estudos^{31, 32, 26, 37} indicam que as ligações químicas estabelecidas entre o silano e a sílica resultante do jateamento com partículas de Al_2O_3 *modificadas* ($=\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$) são mais fortes e hidroliticamente mais estáveis do que aquelas entre o silano e a alumina ocorridas quando do emprego de

partículas de Al_2O_3 *convencionais* ($=\text{Al-O-Si}\equiv$). Outros estudos comentam sobre a existência de uma relação fraca entre a zircônia e o silano^{51,5,25,26}.

A força e a estabilidade das interações químicas ocorridas entre os grupos sílico-funcionais do silano e os compostos presentes na superfície da zircônia são de fundamental importância na determinação da longevidade das restaurações e, pelo que foi exposto, dependerão da condição de jateamento. Portanto, a informação sobre a composição e a quantidade (%) dos compostos presentes na superfície da zircônia após diferentes condições de jateamento associada à análise de resistência de união da interface zircônia tratada/cimento pode contribuir para um melhor entendimento das possíveis interações químicas que ocorrem entre os materiais envolvidos^{6, 45, 51}.

Por outro lado, quando nos referimos à interface zircônia/cimento, devemos considerar três relações: 1) entre grupo sílico-funcional do silano e zircônia (já discutida); 2) entre grupo organo-funcional do silano e cimento (já bem estabelecida) e 3) entre cimento e zircônia.

Dentre as diferentes categorias de cimentos que podem ser utilizados na cimentação de restaurações cerâmicas, os ionoméricos modificados por resina e resinosos têm se destacado. Esses cimentos apresentam propriedades mecânicas melhoradas em relação aos cimentos de fosfato de zinco e de ionômero de vidro convencional^{44, 46}.

Além disso, radicais livres de ácidos policarboxílicos presentes nos cimentos ionoméricos interagem quimicamente não apenas com as estruturas dentais³⁴, mas também com óxidos metálicos de ligas não nobres¹⁹. Entretanto, no tocante ao mecanismo de união químico entre os cimentos ionoméricos e a zircônia, não há informações suficientes na literatura que esclareçam esta

questão. Assim, são necessárias pesquisas que investiguem a interação entre componentes desses cimentos e os elementos presentes na superfície das zircônias tratadas ou não.

Com relação aos cimentos resinosos, três diferentes composições podem ser encontradas e este fator poderá influenciar sua resistência de união com a zircônia. Uma composição mais básica é encontrada em algumas marcas comerciais de cimentos resinosos como o RelyX ARC (3M ESPE), Variolink II (Ivoclar Vivadent), Enforce (Dentsply), entre outras marcas comerciais, que contêm monômeros como o Bis-GMA, TEGDMA e UEDMA. Outros cimentos, conhecidos como auto-adesivos, como o Maxcem Elite (Kerr), BisCem (Bisco), MonoCem (Shofu), G-Cem (GC International), SpeedCEM (Ivoclar Vivadent), Multilink Speed (Ivoclar Vivadent), RelyX Unicem (3M ESPE) e RelyX U100 (3M ESPE), apresentam monômeros com grupamentos ácidos, os quais promovem união desses cimentos com os tecidos dentários, dispensando tratamento prévio da superfície dos mesmos^{32, 33}. Finalmente, podem ser encontrados cimentos resinosos que possuem monômeros adesivos (MDP, MAC-10, 4-META) como os cimentos Panavia F (Kuraray)(MDP), Bistite (Tokuyama)(MAC-10), C&B Metabond (Parkell) (4-META) e Super-Bond (Sun Medical)(4-META).

Apesar de haver estudos que tenham avaliado a capacidade de estabelecimento de união das diferentes categorias de cimentos às zircônias^{9, 29, 31, 36}, diferentes combinações entre tratamentos de superfície e cimentos, bem como as interações químicas e as resistências resultantes ainda devem ser melhor exploradas com o intuito de se ter mais subsídios para melhor compreensão do que ocorre na interface zircônia/cimento.

Revisão da Literatura

2 REVISÃO DA LITERATURA

Mc Lean, Wilson³⁴ (1977) fizeram uma revisão da literatura sobre as fórmulas e propriedades dos cimentos de ionômero de vidro. Os autores consideram inicialmente características da reação química desses materiais, a qual está baseada na interação de prótons do ácido acrílico com as partículas do pó, liberando os íons Al^{3+} e Ca^{2+} pela degradação da rede aluminosilicato em um gel silícico hidratado. Esses íons iniciam ligações cruzadas com as longas cadeias de íons policarboxilatos, resultando na transformação da fase aquosa para a gel e na presa do cimento. Os autores ressaltam também os diferentes cimentos ionoméricos, sendo que a formulação básica seria: vidro de cálcio alumino silicato (pó) e ácido (poli) acrílico (líquido). A microestrutura dos cimentos de ionômero de vidro assemelha-se a de um material compósito, no entanto há características incomuns. A matriz é um polisal e as partículas de carga são distinguíveis pela presença de núcleos vítreos em meio a um hidrogel silícico saturado de cátions. Com relação à adesão, quando na forma de pasta fluída os cimentos de ionômero de vidro aderem a uma série de substratos, provavelmente porque neste estágio de reação muitos dos grupos carboxílicos estão disponíveis para a formação de pontes de hidrogênio, promovendo o molhamento do substrato, primeiro estágio para se obter adesão. Os autores comentam que a adesão parece resultar de atrações eletrostáticas com cátions que permanecem entre os óxidos superficiais carregados negativamente e os grupos carboxílicos do cimento.

Kern, Thompson²⁴ (1994) avaliaram a perda de volume e as mudanças sobre a superfície do titânio puro submetido a diferentes tipos de jateamentos. Cilindros de titânio de 6 mm de diâmetro e 3,4 mm de espessura foram lixados com lixas d'água (600) e limpos em ultrassom em solução de etil acetato por 10 min. Os espécimes foram submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento; jateamento com Al_2O_3 (110 μm) por 14 s à distância de 10 mm à 0,25 MPa de pressão; jateamento triboquímico (Rocatec-Plus) SiO_2 (110 μm) e jateamento com Al_2O_3 (110 μm) mais jateamento triboquímico (Rocatec Plus) SiO_2

(110 μm). Após os tratamentos, metade dos espécimes de cada grupo foram limpos em ultrassom em etil acetato por 10 min e a outra metade não foi limpa. A quantidade volumétrica perdida de titânio foi calculada através da escala (Mettler H20. Mettler Instrument Corp. Hightstown. NJ. USA) e a morfologia de superfície foi avaliada em MEV e EDS. Concluiu-se que, o jateamento com partículas Al_2O_3 é eficaz para produzir rugosidades pela incorporação de partículas de alumina sobre a superfície do titânio. A limpeza ultrassônica não diminui a concentração de alumina sobre a superfície do titânio, já para partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica SiO_2 houve redução significativa. O jateamento clínico ou laboratorial do titânio não remove volume suficiente do metal que comprometa as reabilitações com o titânio. É recomendada a limpeza ultrassônica do titânio quando submetido ao jateamento de partículas de Al_2O_3 ou partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (SiO_2) para remoção de partículas que podem afetar a durabilidade e a resistência de união com cimentos resinosos.

Kern, Wegner²⁵ (1998) investigaram a influência de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de união a tração da zircônia com cimentos resinosos. Discos de zircônia usinados pelo fabricante (7 mm de diâmetro e 3,4 mm de espessura, rugosidade superficial $\text{Ra}=0,44$ mm) foram jateados com Al_2O_3 (110 μm) à 2,5 bar de pressão, por 13 s à distância de 10 mm. Depois os espécimes foram limpos em ultrassom em isopropanol 96% por 3 min e submetidos aos tratamentos de superfície: sem tratamento adicional; aplicação de silano ESPE Sil (3M ESPE); Rocatec Plus SiO_2 (110 μm) mais silano ESPE Sil; acrilização da superfície sobre aquecimento programado com Kevloc primer e Kevloc Bond. Foram confeccionados cilindros de resina Clearfil FII para cimentação dos espécimes com os seguintes cimentos resinosos: Estiseal LC/Twinlook; Panavia Ex; Panavia 21 (Kuraray, Osaka, Japan) e Dyract Cem (DeTrey/Dentsply, Konstanz, Germany). Os cimentos Panavia Ex e 21 e Dyract foram cimentados sem tratamentos adicionais. Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foram estocados em água destilada à 37° por três dias, a outra metade passou por ciclagem térmica (37.500 ciclos, 5 – 55°C, 30 seg/banho) para então serem submetidos ao teste de tração em máquina universal de testes (2 mm/min). O cimento resinoso a base de BisGMA promoveu boa resistência de união inicial, porém após a ciclagem térmica

houve redução significativa da resistência de união. O mesmo foi observado para o sistema Rocatec Plus. A adição do silano não aumentou a resistência e a durabilidade de união do cimento resinoso à base de BisGMA. Concluiu-se que o jateamento Al_2O_3 associado a cimentos resinosos que contém o monômero fosfatado MDP em sua composição (Panavia Ex e Panavia 21) são eficazes para o aumento e manutenção da resistência de união da zircônia à cimentos resinosos. Não há estabilidade química de união e imbricação micromecânica entre cimentos resinosos convencionais à base de BisGMA e a zircônia, independente do tratamento de superfície aplicado.

Rosenstiel et al.⁴⁶ (1998) revisaram a literatura discutindo as diversas propriedades de diferentes tipos de cimentos utilizados na cimentação em reabilitação oral. A sensibilidade pós-cimentação relatada para o cimento de ionômero de vidro não se sustenta na literatura, já que há autores que encontraram pouca influência sobre a resposta pulpar entre a escolha de um cimento de ionômero de vidro ou de fosfato de zinco. Para os cimentos resinosos, a biocompatibilidade dos agentes de união esta relacionada com o grau de conversão dos monômeros resinosos durante a polimerização. Sendo assim, as queixas dos pacientes de sensibilidade pós-cimentação pode ser explicada pela incompleta polimerização dos monômeros. Sobre a biomecânica, os autores afirmam que quando cimentos não adesivos, como o fosfato de zinco e cimento de ionômero de vidro, são utilizados para cimentação, sua retenção é dependente da forma geométrica do preparo. Já os cimentos resinosos adesivos possuem melhor retenção, pois possuem monômeros funcionais que permitem estabelecer ligações químicas com estruturas cerâmicas e metálicas. Devido a ótima estética alcançada em reabilitações cerâmicas, os mecanismos de união entre cerâmica-cimento têm sido muito estudados, assim como tratamentos de superfície para aumentar a retenção mecânica com o cimento. Segundo o autor pode se enfatizar que o tratamento da superfície cerâmica é um importante passo para se alcançar alta resistência de união e descontaminação da superfície. Cimento de ionômeros de vidro modificado por resina tem sido sugerido como uma alternativa para cimentação de peças cerâmicas. No entanto, há dados na literatura sobre falha das restaurações e fraturas de coroas cerâmicas com a utilização dessa classe de cimento para cerâmicas. Concluíram que nenhum cimento atente satisfatoriamente a todas

condições clínicas, mas o advento de técnicas adesivas expandiram muito a aplicação dos cimentos resinosos para cimentação cerâmica principalmente. Portanto, o conhecimento das propriedades biológicas, mecânicas e estéticas dos materiais podem auxiliar na previsibilidade de reabilitações oral.

Papadopoulos et al.⁴⁰ (1999) investigaram o efeito do jateamento na microestrutura e rugosidade de superfície do titânio comercialmente puro, estimando a influência desse procedimento na união metal-cerâmica. Tiras metálicas de titânio grau 2 (CpTi) foram submetidas aos seguintes tratamentos de superfície: jateamento Al_2O_3 (50 μm) ou (110 μm) ou (250 μm) à 2 atm e limpas em ultrassom em água destilada por 5 min. Após os tratamentos, os espécimes foram incluídos em resina epoxi com uma das superfícies exposta, lixados e limpos novamente. A análise dos elementos foi realizada por meio de XRF. Foi observado que as partículas de Al_2O_3 50 μm apresentaram distribuição de tamanho de partícula semelhante com valor médio de 90 μm e variação 47-120 μm , assim como as de 110 μm que apresentaram tamanho médio de 150 μm e variação de 30-180 μm . Em contrapartida, as partículas de Al_2O_3 de 250 μm exibiram uma distribuição de tamanho de partícula ampla, com um valor médio de 400 μm e variação de 10-500 μm . A análise em EDS revelou que após o jateamento as partículas de Al_2O_3 de 50 μm e 110 μm apresentaram a mesma porcentagem em peso de alumina na superfície do Ti cp, contaminação superficial de 34%, enquanto que as partículas maiores (250 μm) apresentaram 31% de contaminação superficial. A análise em perfilômetro mostrou pequenas diferenças de rugosidades quando o jateamento foi realizado com as partículas de Al_2O_3 de tamanho 50 μm ou 110 μm (média de 0,86 e 0,87 μm , respectivamente), enquanto as partículas de 250 μm mostraram um aumento considerável na rugosidade (média de 2,24 μm). Concluiu-se que o jateamento Al_2O_3 com partículas maiores (250 μm) promove maior aumento da rugosidade superficial e menor contaminação de partículas de alumina sobre a superfície do titânio. O aumento da rugosidade e a menor quantidade de alumina sobre a superfície do titânio pode favorecer uma melhor união química entre titânio e porcelana.

Cobb et al.¹⁷ (2000) estudaram o efeito de quatro métodos de tratamento da superfície metálica e uso do silano na resistência de união entre resina composta e liga nobre. Cem discos da liga PdAu foram fundidos nas dimensões (8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura), dos quais oitenta foram polidos com lixa (320) e submetidos a um dos seguintes tratamentos (n=20): asperização com ponta diamantada; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm (Microetcher) a 84 psi por 4 s; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 27 μm por meio de equipamento para preparo cavitário intraoral (KCP-2000) a 160 psi por 4 s; jateamento com partículas de Al_2O_3 de 30 μm revestidas por sílica (Cojet Sand – ESPE) a 34 psi por 4 s. O jateamento foi realizado perpendicularmente e a uma distância de 5 mm da superfície. Metade dos espécimes de cada grupo (n=10) foi tratada com o silano Porcelain Primer (Bisco). Para o Cojet Sand, foi confeccionado um grupo adicional (n=10), no qual se utilizou o silano ESPE Sil (3M ESPE). Após os tratamentos, os espécimes receberam aplicação do adesivo All-Bond 2 (Bisco) e um disco de resina composta microhíbrida Pertac (ESPE) de 2 mm de espessura e 4,3 mm foi polimerizado sobre a liga por meio de uma matriz metálica. Depois os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 48 h e termociclados (300 ciclos – 5 e 55°C) para então serem submetidos ao ensaio RC. Os dez discos restantes foram divididos em 5 grupos (n=2) e receberam os mesmos tratamentos de superfície descritos acima, sendo que um grupo permaneceu sem tratamento (grupo controle). A morfologia e a composição da superfície desses espécimes foram avaliadas por MEV e EDS. O jateamento com Rocatec Soft associado ao silano Porcelain Primer promoveu resistência de união significativamente maior entre todos os grupos. O tratamento apenas com Rocatec Soft e as condições de jateamento com Al_2O_3 associadas ou não ao silano apresentaram resistências de união intermediárias e estatisticamente iguais entre si. A utilização de ponta diamantada resultou na menor resistência de união. Todos os espécimes apresentaram falha adesiva. A microscopia de varredura revelou diferenças na morfologia de superfície entre os grupos. A asperização com ponta diamantada resultou em sulcos superficiais com padrão regular e linear. O jateamento com Al_2O_3 em ambas as condições foram comparáveis exibindo irregularidades superficiais, as quais se apresentaram menores com o Rocatec Soft. As superfícies jateadas com Al_2O_3 e Rocatec Soft apresentaram um aumento na concentração de alumínio, no entanto a concentração de silício somente aumentou nas superfícies tratadas com

Rocatec Soft. Concluiu-se que o jateamento com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica (Rocatec Soft) associado ao silano é eficaz para aumentar a resistência de união da liga PdAu à compósitos resinosos.

Piwowarczyk, Lauer⁴⁴ (2003) avaliaram o efeito do tempo de armazenamento em água sobre a resistência a flexão e compressão de diferentes cimentos. Utilizaram 12 diferentes tipos de cimentos de diferentes classes: dois cimentos de fosfato de zinco, Harvard cement (Richter & Hoffman Berlin, Germany) e Fleck's zinc cement (Mizzy Inc, Cherry Hill, NJ, USA); dois cimentos de ionômero de vidro, Fuji I (GC Corp, Tokyo, Japan) e Ketac-Cem (3M ESPE, Seefeld, Germany); três cimentos de ionômeros modificados por resina, Fuji Plus (GC Corp, Tokyo, Japan) Fuji Cem (GC Corp, Tokyo, Japan) e RelyX Luting (3M ESPE, Seefeld, Germany) e quatro cimentos resinosos RelyX ARC (3M ESPE, Seefeld, Germany), Panavia F(Kuraray, Osaka, Japan), Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e Compolute (3M ESPE, Seefeld, Germany) e um cimentos resinoso universal auto-adesivo (RelyX Unicem) (3M ESPE, Seefeld, Germany). Foram confeccionados barras dos cimentos de dimensões (25 x 2 x 2 mm) com uma matriz de aço inoxidável para o ensaio de resistência à flexão, para o ensaio de compressão, foram confeccionados cilindros dos cimentos de 6 mm de altura e 4 mm de diâmetro seguindo as recomendações dos fabricantes de cada cimento. Depois os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h ou 150 dias e submetidos ao ensaio de flexão de três pontos ou compressão. Os cimentos de presa dual foram avaliados sobre duas condições: com realização da fotopolimerização ou somente com polimerização química. Verificou-se que as resistências à flexão e compressão dos cimentos testados variaram amplamente. Os maiores valores de ambas as resistências foram alcançados pelos cimentos resinosos, seguidos pelo cimento resinoso auto-adesivo. Na sequência, com valores significativamente menores apresentaram-se os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, os cimentos de ionômero de vidro e os cimentos de fosfato de zinco. Em geral, a fotopolimerização dos cimentos duais não pode melhorar significativamente as propriedades mecânicas após 150 dias de armazenamento em água.

Uo et al.⁵³ (2006) avaliaram o comportamento de união da zircônia sujeita a dois tipos de tratamentos de superfície. Alguns espécimes foram somente jateados com Al_2O_3 (70 μm) e o restante foi lixado com uma lixa de sílica (SiC), de granulação (125 μm) sobre 0,3 MPa por 30 s. Os espécimes lixados foram atacados com ácido fosfórico (K-etchant gel, Kuraray, Kurashiki, Japão) por 10 s. Depois de realizado os tratamentos os espécimes foram então divididos em dois sub-grupos da seguinte forma: para um dos sub-grupos foi utilizado Clearfil Porcelain Bond Activator (Kuraray, Kurashiki, Japão) em associação com o Clearfil Linerbond IIS (Kuraray, Kurashiki, Japão) por 10 s. Para o outro subgrupo foi utilizado o 10-methacryloxy propyl trimethoxysilano (MPTS), Tokyo Kasei Kogyo, tolueno desidratado à 60°C por 1 h e secagem a vácuo. Depois dos tratamentos os espécimes foram cimentados com: cimento resinoso (Panavia 21, Kuraray, Japão) ou cimento de ionômero de vidro (Fuji I, GC, Tokyo, Japão) ou cimento de fosfato de zinco (Elite Cement, GC, Tokyo, Japão). A força de união foi então determinada pelo teste de RC. O valor de rugosidade (R_a) apresentada pelo material após o tratamento com a lixa de (SiC) foi quase duas vezes maior que a rugosidade apresentada pelos espécimes tratados com o jateamento com óxido de alumínio. Em todos os tratamentos de superfície a força de união de RC diminuiu significativamente pela seguinte ordem: cimento resinoso, cimento de ionômero de vidro e cimento de fosfato de zinco. A silanização com *metacriloxo propil trimetoxissilano* a 10% aumentou um pouco a força de união, porém esta não foi significativa. Concluiu-se que os dois tipos de tratamentos de superfície são efetivos para a união das zircônia mesmo não tendo produzido valores de rugosidade equivalentes.

Tsuchimoto et al.⁵² (2006) estudaram métodos de tratamentos de superfície sobre a adesão do titânio puro à cimentos resinosos. Placas de titânio puro de dimensões (10 x 10 x 3 mm) foram lixadas com lixas d'água (#600) e limpas em ultrassom em etanol por 5 min. Os espécimes foram divididos aleatoriamente de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: solução de ácido clorídrico (HCL) a 0,1 %; solução de HCL a 1 N; solução de ácido fosfórico (H_3PO_4) a 37% por 5 min em temperatura ambiente e um grupo controle sem imersão em solução.

Depois os espécimes foram unidos a cilindros de aço inoxidável de 7 mm de diâmetro e 20 mm da altura com o cimento Panavia Fluoro Cement (Kuraray, Tokyo, Japan). Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foram estocados em água destilada à 37°C, e a outra metade foi submetida a ciclagem térmica (20.000 ciclos, 5 – 55°C, 1 min/banho), para então serem submetidos ao teste de tração em máquina universal de testes (1 mm/min). Concluiu-se que, o HCL na concentração 1 N é eficaz para aumentar a durabilidade e a resistência de união do titânio à cimentos resinosos. Além disso, cabe ressaltar que o aumento da durabilidade e resistência de união também se deva a utilização de um cimento resinoso que contém em sua composição o monômero fosfatado (MDP). O HCL promove a descontaminação e aumenta as interações químicas entre a resina e o Titânio, já o uso do H_3PO_4 é contraindicado, porque ele inibe a absorção do monômeros funcionais à superfície do titânio.

Curtis et al.¹⁸ (2006) investigaram a influência de tratamentos de superfície laboratoriais e não laboratoriais na resistência à flexão da zircônia. Trinta discos de zircônia de 13 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura foram aleatoriamente divididos de acordo com os tratamentos de superfície realizados a seco ou sobre refrigeração: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al_2O_3 (25 μm) ou (50 μm) ou (110 μm), à 20 mm de distância, 4,8 bar de pressão por 5 s; abrasão com ponta diamantada (20–40 μm), (F/G556F, Ash Diamond Burs, Hi-Di Friction Grip, Kent Express, Kent, UK); abrasão com ponta diamantada (125–150 μm). Após os tratamentos foram estocados em água destilada à 37°C por 24 h e então submetidos ao teste de flexão biaxial (1 mm/min). A análise em perfilômetro revelou que os valores de rugosidade R_a diminuíram de acordo com o aumento do tamanho da partícula de Al_2O_3 . A análise em DRX revelou que os tratamentos de abrasão com pontas diamantadas promoveu maior transformação de fase na zircônia comparada ao jateamento, e quando o tratamento foi aplicado a seco, a transformação de fase aumentou significativamente. Concluiu-se que a aplicação dos tratamentos sobre refrigeração não influenciaram significativamente a resistência a flexão da zircônia. O jateamento é eficaz para o aumento da rugosidade superficial da zircônia e não reduz significativamente a resistência à flexão da zircônia. Já a abrasão com pontas diamantadas promove o aumento da

rugosidade superficial da zircônia, porém a indução de transformação de fase é muito maior comparado ao jateamento, reduzindo assim sua resistência à flexão.

Atsu et al.⁴ (2006) estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência adesiva entre cimentos resinosos e a zircônia (Cercon, Degussa Dental, Alemanha). Quadrados de zircônia de dimensões (5 x 5 x 1.5 mm) tratadas com partículas Al_2O_3 (125 μm) e divididas em seis grupos (n=10): Grupo C, sem tratamento; Grupo SIL, aplicação do silano (Clearfil Porcelain Bond Activator, Kuraray); Grupo BSIL, aplicação de Clearfil Liner Bond 2V (MDP) e do silano Porcelain Bond Activator; Grupo SC, silicatização com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (30 μm) Cojet Sand; Grupo SCSIL, silicatização e silanização com Clearfil Porcelain Bond Activator; e Grupo SCBSIL, silicatização e aplicação de Clearfil Liner Bond 2V (MDP) mais silano Clearfil Porcelain Bond Activator. Os espécimes de zircônia tratados foram cimentados a cilindros de resina composta Z-250 (3M-ESPE) com o cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Japão), e então armazenados em água destilada à 37°C por 24 h para então serem submetidos ao teste de RC (0,5 mm/min). O grupo SCBSIL obteve os maiores valores de RC, apresentando diferença estatística ($P < 0,001$) dos grupos C, SIL e BSIL, mas não apresentou diferença estatisticamente significativa entre os grupos SC e SCSIL. Os modos de falha dos grupos C e SIL foram principalmente adesivas entre zircônia/cimento, já os demais grupos apresentaram principalmente falhas mistas e coesivas. Os autores concluíram que a silicatização e associado a aplicação de agentes de união que contenham em sua composição MDP e o silano aumentam a resistência de união da zircônia à cimentos resinosos.

Kumbuloglu et al.³⁰ (2006) avaliou a eficácia de diferentes jateamentos para união da zircônia com cimentos resinosos. Blocos de zircônia (DCS Zirconia, Dental AG, Allschwil, Switzerland) (10 x 10 x 7 mm) foram lixadas (500, 1200) e limpas em ultrassom com água destilada por 10 min. Os espécimes foram submetidos aos seguintes tratamentos: jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm) à 2,8 bar de pressão, por 14 s, à 10 mm de distância ou com sistema triboquímico Rocatec Plus (110 μm). Após os tratamentos, os espécimes foram novamente

limpos em ultrassom por 10 min em água destilada. Foram confeccionados discos de resina composta (Optilux 501, Kerr, Orange, CA, USA) com área adesiva de 5 mm para serem cimentados aos espécimes de zircônia com os seguintes cimentos: Panavia F2.0 (Kuraray) ou RelyX Unicem (3M ESPE). Para cimentação com o Panavia F 2.0 foi aplicado o silano Clearfil Porcelain Bond Activator e Clearfil SE Bond primer. Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foram armazenados em água destilada à 37°C por 1 semana, e a outra metade foi submetida à ciclagem térmica (2.000 ciclos, 5 – 55°C, 30 s/banho), para então serem submetidos ao teste de cisalhamento (1 mm/min). Os maiores valores de RC para as duas condições de armazenamento foram obtidos pelo grupo tratado com o sistema triboquímico e o cimento RelyX Unicem. Os menores valores de RC foram obtidos pelo jateamento com partículas de Al_2O_3 e o cimento Panavia F 2.0. A ciclagem térmica e não fez cair significativamente a RC em todos os grupos e não diferença estatisticamente significante entre os jateamentos aplicados. Os autores concluíram que, os dois tipos de jateamentos e as duas condições de armazenamento não influenciaram a capacidade adesiva dos cimentos Panavia F 2.0 e RelyX Unicem para união da zircônia.

Matinlinna, Vallittu³² (2007) revisaram a literatura caracterizando e discutindo os métodos mais comuns de tratamento de superfície baseados na silicatização e silanização e também as características químicas dos silanos. Segundo os autores, para se obter sucesso clínico em restaurações adesivas, se torna imprescindível: obter adequada molhamento do substrato com o agente de união (através do silano) e adequada presença de retenção micro mecânica. O condicionamento é um tratamento realizado para aumentar a energia de superfície do material, porém esta energia de superfície não deve ser maior que a energia de superfície do substrato, para favorecer o melhor molhamento e consequentemente a união. O tratamento químico com uso dos silanos aumenta o molhamento da superfície e favorece o estabelecimento de ligações químicas entre os materiais. O silano é considerado uma molécula bifuncional por ter a propriedade de funcionar como uma ponte de ligação entre material orgânico e inorgânico. Em linhas gerais, a parte orgânica do silano é não hidrolisável e se liga aos monômeros resinosos, enquanto que a parte inorgânica é hidrolisável e estabelece ligações com as

hidroxilas (OH^-) das superfícies inorgânicas que receberam condicionamento. O silano mais comumente utilizado o 3-metacrilóiloxipropiltrimetoxisilano (MPS). Os autores descrevem vários tipos de tratamentos de superfície: condicionamento ácido, ataque eletrolítico, eletrodeposição de estanho, silicatização piroquímica, asperização, jateamento com partículas de Al_2O_3 , jateamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica SiO_2 e a silanização. Concluíram que a silicatização triboquímica (jateamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica SiO_2) é bastante utilizada atualmente para promover a união de materiais resinosos ao substrato metálico, cerâmico e compósito. É provável que a união ocorra quando o substrato for silicatizado e tratado imediatamente com o silano. No entanto, vários estudos têm sido realizados com silanos, demonstrando que há uma lacuna de informações que ainda não foram estabelecidas sobre a função de novos silanos e como promover melhor adesão entre os materiais.

Blatz et al.⁸ (2007) avaliaram a longevidade da resistência de união de quatro cimentos resinosos à zircônia com diferentes tratamentos de superfície. Trezentos e vinte quadrados de zircônia de dimensões (10 mm x 10 mm x 2 mm) foram limpos em ultrassom em isopropanol 96% e divididos em quatro grupos de acordo com os tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al_2O_3 (50 μm) à 2,8 bar de pressão por 5 s; jateamento Rocatec Soft SiO_2 (30 μm) à 2,8 bar por 12 s mais aplicação de silano ESPE Sil; asperização e polimento com lixas de granulação 600. Depois dos tratamentos os espécimes foram subdivididos em quatro grupos de acordo com os cimentos: RelyX Luting (3M ESPE) hybrid; RelyX ARC (3M ESPE); RelyX Unicem (3M ESPE) e Panavia F 2.0 (Kuraray). Metade dos espécimes de cada grupo foram estocados em água destilada à 37°C por 3 dias e submetidos ao teste de RC (1mm/min), a outra metade passou por ciclagem térmica (12.000 ciclos, 5 – 60°C, 15 /banho). Concluiu-se que, os jateamentos Al_2O_3 e SiO_2 combinados com cimentos resinosos que contém o monômero fosfatado MDP são eficazes para manutenção da durabilidade de união. Especula-se que os sistemas comerciais cerâmicos para zircônia apresentem variações em sua superfície, devido aos diferentes métodos de fabricação, sinterização e composição do material para cada fabricante. Portanto, a discrepância de resultados encontrados entre os estudos também pode estar relacionada à marca

comercial e a realização da padronização (polimento com lixas) ou não dos espécimes para realização dos tratamentos de superfície na zircônia.

Bertolotti ⁷ (2007) revisou a literatura discutindo a evolução dos métodos e materiais para se obter melhor união de materiais resinosos ao metal e às cerâmicas. Para a adesão ao metal e cerâmica apontou dois pontos críticos para o estabelecimento da união: usar um líquido adesivo que aumente o molhamento e prover o aumento da energia de superfície do material cerâmico ou do metal. Entre os tratamentos de superfície que são utilizados para esse propósito, temos o jateamento com partículas de Al_2O_3 , que promove descontaminação superficial, eleva a energia de superfície e favorece o molhamento do material. Uma inovação do jateamento consistiu na aplicação de partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica SiO_2 , que foi desenvolvido para promover melhor união química da superfície metálica e cerâmica a compósitos resinosos. O Rocatec Soft e Rocatec Plus (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) são exemplos desses sistemas, e tem por finalidade aumentar a retenção mecânica pelo aumento da rugosidade superficial e também aumentar a compatibilidade química do material, pela afinidade da sílica ao silano. Estudos recentes têm comparados primers adesivos Alloy Primer (Kuraray), Metal Primer II (GC America, Alsip, Illinois) e Metaltite (Tokuyama) e os cimentos resinosos Bistite II (Tokuyama), Panavia F e Super-Bond C&B. Todas as combinações parecem ter potencial para promover a união duradoura em reabilitações com próteses fixas, entretanto há dados na literatura sobre diferenças entre a longevidade e estabilidade de união desses materiais. O tratamento de superfície mais empregado para as cerâmicas convencionais é aplicação do ácido HF na concentração (2,5 – 10%) variando-se o tempo de 2 a 3 min dependendo a quantidade de matriz vítrea presente na cerâmica. No entanto, para as cerâmicas cristalinas como a zircônia que não são passíveis de condicionamento ácido, outros métodos de tratamentos de superfície devem ser investigados para melhorar a união com cimentos resinosos. Além disso, torna-se imprescindível a utilização de cimentos com monômeros funcionais, como por exemplo, o monômero MDP presente no Panavia F 2.0 (Kuraray, Osaka, Japan).

Schneider et al.⁴⁸ (2007) avaliaram a resistência de tração na união entre cimentos resinosos de dupla ativação (Panavia F e RelyX ARC) e Ti cp nos tempos de 10 min e 24 h após o jateamento com partículas de Al₂O₃ (50 µm). Nos grupos em que foi utilizado o Panavia F, um primer contendo os monômeros MDP e VBATDT (Alloy Primer, Kuraray) foi aplicado sobre o metal jateado. Quando utilizado o RelyX ARC, o silano RelyX Ceramic Primer (3M Dental) foi aplicado. Como resultado, não houve diferença estatística entre os grupos. De acordo com os autores, embora o Panavia F contenha monômeros funcionais que agem sobre a superfície do titânio, o principal promotor de retenção nos espécimes estudados foram as microretenções promovidas pelo jateamento com óxido de alumínio, o que explica a proximidade dos valores de resistência dos grupos. No entanto, o modo de fratura do RelyX ARC foi predominantemente adesivo, o que indica uma falha adesiva clínica prematura. Por outro lado, o Panavia F apresentou falha coesiva, o que indica uma união clínica adesiva mais duradoura.

Pace et al.³⁹ (2007) investigaram a resistência flexural de cimentos resinosos em diferentes condições de armazenamento. Para isso, quatro cimentos foram comparados com o cimento C/B Metabond (Parkell, Farmingdale, NY). Foram confeccionados vinte espécimes retangulares de dimensões (25 × 2 × 2 mm), de cada um dos seguintes cimentos: RelyX ARC (3M ESPE, Minneapolis, MN); Calibra (Dentsply Caulk, Milford, DE); Panavia F 2.0 (Kuraray Co., Ltd., Osaka, Japan) e Cement-It (Jeneric/Pentron Wallingford, CT) em moldes de vidro nas dimensões (25 × 2 × 2 mm). Os cimentos foram foto-ativados com 550 mW/cm² de intensidade por 80 s em duas direções opostas. Metade dos espécimes de cada grupo foram submetidos ao teste de flexão de três pontos utilizando a máquina Instron (1 mm/min) imediatamente após a presa, enquanto que a outra metade foi armazenada em água à 37°C por 30 dias para então serem submetidos ao teste. O cimento RelyX ARC demonstrou a mais alta resistência a flexão, quando comparado aos demais cimentos testados imediatamente após a presa. Após o armazenamento, não houve diferença estatisticamente significativa para resistência à flexão entre todos os cimentos testados. Os autores concluíram que, imediatamente após a presa, os cimentos resinosos apresentam diferenças na resistência a flexão, sendo que as diferenças entre os cimentos diminuem após o envelhecimento em água

devido à polimerização residual ou pelo efeito de plastificação ocasionada pela absorção de água.

Yang et al.⁵⁶ (2007) avaliaram a eficácia de métodos de limpeza e a resistência a tração da zircônia contaminada com saliva humana. Discos de zircônia (Cercon, DeguDent, Hanau, Germany) foram lixados (600), jateados com partículas de Al_2O_3 (50 μm) à 2,5 bar de pressão, por 15 s à 10 mm de distância e limpos com Rocatector delta device (3M ESPE, Seefeld, Germany) por 20 s. Os espécimes de zircônia foram imersos em saliva humana por 1 min, e depois foram pressionados em um molde de silicone por 3 min. Após a contaminação, os espécimes foram divididos aleatoriamente em grupos de acordo com os seguintes tratamentos de limpeza: imersão em solução de acetona por 15 s e lavagem em água de torneira por 15 s; aplicação de ácido fosfórico em gel (36%) (Conditioner 36, Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany) por 30 s, por duas vezes e lavagem com água de torneira por 30 s; jateamentos com partículas de Al_2O_3 (50 μm) à 2,5 bar de pressão, por 15 s à 10 mm de distância e limpos com jatos de ar; lavados somente com água de torneira e um grupo controle, o qual não foi contaminado e recebeu aplicação de jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm). Para avaliar a eficácia dos tratamentos de limpeza os espécimes foram analisados antes e após a limpeza em *x-ray photoelectron spectroscopy* (XPS). Os discos de zircônia foram cimentados a discos de resina composta com os cimentos: Panavia F 2.0 ou com Panavia 21 (Kuraray, Osaka, Japan). Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foi armazenada em água destilada à 37°C por 3 dias, e a outra metade passou por ciclagem térmica (37.500 ciclos, 5 – 55°C, 30 s/banho), para então serem submetidos ao teste de tração (1 mm/min). A análise em XPS revelou que, após contaminação em saliva os conteúdos/picos de C/Zr, O/Zr aumentaram consideravelmente e apresentaram concentração variável diante dos diferentes tratamentos de limpeza. A limpeza realizada apenas com água de torneira ou com acetona apresentaram os menores valores de resistência à tração para ambos os cimentos e para ambas as condições de armazenamento. Os autores concluíram que, a limpeza com acetona, ácido fosfórico e o jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm) foram os métodos de limpeza mais eficazes para aumentar a resistência a tração da zircônia a cimentos resinosos.

Amaral et al.³ (2008) avaliaram a durabilidade da resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica alumina reforçada com zircônia (In-Ceran Zirconia Classic) que foi submetida a três diferentes tratamentos de superfície: jateamento com óxido de alumínio (110 µm); método triboquímico (Rocatec Pre e Rocatec Plus) ou método triboquímico (Rocatec Soft). O silano ESPE Sil (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) foi aplicado após os jateamentos. A resistência de união foi medida por meio do ensaio de micro-tração, logo após os tratamentos e também após a termociclagem (432.000 ciclos – 5° e 55° – 30 s/banho). Concluiu-se que os sistemas Rocatec, quando associados à silanização, são mais efetivos para a manutenção da união do que o jateamento com óxido de alumínio. Os autores citam que uma ligação mais estável é estabelecida entre a sílica depositada pelos sistemas triboquímicos (Rocatec Soft e Rocatec Plus) e o silano.

Özcan et al.³⁸ (2008) avaliaram o efeito do jateamento de consultório e laboratorial no condicionamento da superfície da zircônia Y-TZP (Lava, 3M ESPE) cimentados à um cimento resinoso (Panavia F 2.0, Kuraray). Os espécimes foram divididos em quatro grupos: 1- jateamento com dispositivo de consultório com partículas Al₂O₃ (50 µm) + aplicação do Alloy Primer (Kuraray, Japão); 2- jateamento com dispositivo de consultório com partículas de óxido de Al₂O₃ (50 µm) + Cesead II Opaque Primer (Kuraray, Japão); 3- jateamento com dispositivo de consultório Al₂O₃ (50 µm) + Silano-Pen (Bredent, Senden, Germany); e 4- silicatização em laboratório com partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica (110 µm) (Rocatec Plus) e silano (ESPE Sil, 3M ESPE). Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com o cimento Panavia F 2.0 e termociclados (6.000 ciclos de 5°C – 55°C, 30s/banho), para então serem submetidos ao teste de RC. Os resultados confirmaram a hipótese nula, de que não haveria diferença estatisticamente significativa entre todos os grupos testados. Sendo assim, os autores concluíram, que ambos os jateamentos, em consultório e em laboratório, são eficazes para aumentar a resistência de união cimento/zircônia.

Fawzy, El-Askary¹⁹ (2009) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união a titânio comercialmente puro (Ti cp). Os tratamentos de superfície avaliados foram: jateamento com Al_2O_3 (50 μm) e limpeza ultrassônica em solução de etanol 95% por 10 min (grupo controle); jateamento com Al_2O_3 (50 μm) e tratamento em solução ácida composta de 20% de ácido nítrico e 2% de ácido fluorídrico (HF) em água destilada por 15 min em temperatura ambiente e jateamento com Al_2O_3 (50 μm) seguido de tratamento em solução básica, que continha 5M de hidróxido de sódio em meio aquoso a 60°C por 24 h, em uma incubadora. Após a limpeza, os espécimes foram imersos em solução experimental a 37°C por 24 h antes da cimentação. Para a cimentação dos espécimes, foram utilizados os cimentos: cimento de ionômero de vidro convencional (Fuji I); cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Fuji Plus) e cimento resinoso RelyX Unicem (3M ESPE). Os espécimes foram armazenados em água destilada por 24 h e então submetidos ao ensaio de RC em máquina universal (0,5 mm/ min). Concluiu-se, pela análise em MFA, que o tratamento alcalino foi o mais eficaz para a promoção de rugosidades na superfície do titânio e aumentou significativamente a resistência de união com os diferentes tipos de cimentos. Especula-se que o tratamento alcalino com NaOH quente pode melhorar a resistência de união pela formação do titanato de sódio na superfície do titânio, formando uma rica camada de grupos hidroxila os quais podem estabelecer ligações com o hidrogênio dos cimentos resinosos.

Phark et al.⁴² (2009) avaliaram a resistência de união da zircônia com superfície modificada pelo fabricante usando diferentes técnicas de cimentação após ciclagem térmica. Duzentos quadrados de zircônia de dimensões (10 x 10 x 2 mm) foram sinterizados, sendo que 140 tiveram sua superfície modificada (NobelBond; Nobel Biocare AB) e o restante foi maquinada normalmente. Os espécimes com superfície modificada foram divididos em sete grupos (n=20) e os não modificados foram divididos em três grupos de acordo com os tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al_2O_3 (50 μm) por 13 s a 10 mm de distância e 2,8 bar de pressão e jateamento Al_2O_3 (110 μm). Após os tratamentos, os espécimes com superfície modificada foram limpos em ultrassom com isopropanol 96% por 3 min e cimentados sobre discos de resina composta (TPH3 Micro Matrix

Restorative Dentsply Caulk, Milford, Del) com um dos três tipos de cimentos: Panavia F 2.0; RelyX ARC e RelyX Unicem. Os espécimes com superfície não modificada foram cimentados apenas com o cimento Panavia F 2.0. Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foi estocada em água destilada à 37°C por 3 dias e a outra metade passou por ciclagem térmica (20.000 ciclos, 5 – 55°C, 15 seg/banho), para então serem submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (1mm/min). A análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) demonstrou que, a superfície da zircônia não modificada era mais lisa e plana, enquanto que a superfície da zircônia modificada apresentou superfície porosa e irregular. No entanto, quando se aplicou o jateamento com partículas de Al_2O_3 observou-se o contrário. Concluiu-se que, o jateamento tem efeito deletério sobre a superfície da zircônia modificada e não contribui para o aumento da longevidade de união. Já para a zircônia não modificada, o jateamento aumentou significativamente a resistência e a longevidade de união independentemente do tamanho da partícula e do cimento resinoso utilizado. A ciclagem térmica reduziu significativamente a resistência de união de todos os cimentos resinosos utilizados. Sugere-se que, a produção de zircônias com superfície modificadas contra-indicaria a utilização de tratamentos de superfície com o intuito de melhorar a retenção micro-mecânica com o cimento resinosos, já que melhores resultados podem ser obtidos sem esses tratamentos, reduzindo assim o tempo clínico e diminuindo os índices de insucesso do tratamento.

Piasek et al.⁴³ (2009) investigou um método químico de tratamento de superfície da zircônia para melhorar a união com silanos e cimentos resinosos. Blocos de zircônia pré-sinterizados e leucita (ZirCAD e ProCad, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com dimensões (14 x 12 x 20 mm) e blocos de resina composta (AELITE All-Purpose Body, Bisco, Inc., Schaumburg, IL) com as mesmas dimensões dos blocos cerâmicos foram confeccionados. Os blocos cerâmicos e de resina foram polidos com lixas (1.200), submetidos ao jateamento Al_2O_3 (50 μ m) a 0,29 MPa por 20 s e limpos em ultrassom por 5 min. A leucita recebeu tratamento com ataque ácido HF (9,5%) (Porcelain Etchant, Bisco, Inc., Schaumburg, IL) por 60 s (grupo controle). Os espécimes de zircônia foram divididos em quatro grupos de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento; jateamento

Rocatec Soft SiO₂ (30 µm) à 0,28 MPa, 5-10 mm de distância por 15 s; tratamento com deposição a vapor de SiCl₄ (camada de 2,6 nm); tratamento com deposição a vapor de SiCl₄ (camada de 23 nm). Um sexto grupo de barras do cimento resinoso foram confeccionadas para avaliar a resistência do cimento. Após os tratamentos, os espécimes receberam aplicação de silano (Porcelain Primer, Bisco, Inc., Schaumburg, IL) e adesivo (One-Step Plus, Bisco, Inc., Schaumburg, IL) para então serem cimentados com o cimento (C&B Cement, Bisco, Inc., Schaumburg, IL). Depois os espécimes foram estocados em água por 24 h e cortados em barras de dimensões (1,5 x 1,5 mm) para então serem submetidos ao teste de tração (1mm/min). O grupo dos espécimes de zircônia não tratados foram os que apresentaram menor resistência de união, sendo que aproximadamente 40% dos espécimes falharam no procedimento de corte das barras. As barras de cimento apresentaram a mais alta resistência de união, seguido do tratamento da camada de SiCl₄ (2,3 nm) que obteve resistência de união estatisticamente igual a resistência obtida pela porcelana. O Rocatec Soft obteve valores de resistência de união abaixo dos obtidos pela porcelana e semelhantes estatisticamente ao tratamento com aplicação da camada de SiCl₄ (23 nm). Concluiu-se que o tratamento de deposição de sílica à vapor SiCl₄ é eficaz para aumentar a resistência de união da zircônia à cimentos resinosos.

Cavalcanti et al.¹² (2009) estudaram os efeitos de diferentes intensidades do laser Er:YAG e do jateamento com óxido de alumínio sobre a rugosidade de superfície da zircônia. Avaliaram as seguintes marcas comerciais de zircônia: Cercon Smart Ceramics (Degudent, Hanau , Germany) e Procera Zirconia (Nobel Biocare, Göteborg , Sweden). Foram criados cinco grupos para cada material de acordo com as diferentes intensidade do laser 200, 400 e 600 mJ ; jateamento com Al₂O₃ (50-um) a 2,5 bar de pressão por 15 s e um grupo controle (sem tratamento). Os valores Ra de rugosidade foram medidos por um microscópio de varredura confocal. Concluiu-se que os efeitos produzidos pelas intensidades do laser de 400 e 600 mJ comprometeram a estrutura das zircônias promovendo trincas no material. Já a intensidade do laser de 200 mJ produziu efeitos semelhante ao do jateamento Al₂O₃ (50-um) sobre a superfície das zircônias

Casucci et al.¹⁰ (2009) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfícies químico-mecânico na zircônia. Vinte oito discos de zircônia (10 mm de diâmetro e 1 mm de altura) foram polidos com lixas d'água de granulações (600, 1.000, 1.200, e 2.000) e o polimento final foi realizado com tecido de nylon e pasta diamantada. Depois os discos foram lavados em água destilada por 30 min e divididos em quatro grupos de acordo com os tratamentos de superfície: jateamento Al_2O_3 (125 μm) por 10 s à (60-100) psi de pressão; ataque ácido HF 9,5 % por 90 s; Infiltração Seletiva (SIE), aplicando-se uma camada fina à baixa temperatura de cerâmica derretida e aditivos com aquecimento programado a 750°C, modificação da técnica proposta por Aboushelib et al. (2007); aplicação de solução experimental quente aquecida à 100°C de acordo com o protocolo estabelecido para condicionamento de anéis Maryland Bridges, segundo Ferrari M et al. (1989) e grupo sem tratamento (grupo controle). Os espécimes foram analisados em microscópio de força atômica (MFA) e em microscópio eletrônico de varredura. Houve modificação significativa sobre a rugosidade de superfície após os tratamentos de superfície em comparação ao grupo controle. Sendo que, os espécimes tratados com jateamento e HF 9,5% apresentaram superfície mais lisa, enquanto que a SIE apresentou superfície mais heterogênea e irregular e o tratamento químico quente dissolveu grãos superficiais da zircônia, resultando na mais alta rugosidade de superfície. Concluiu-se que, a SIE e o tratamento químico quente, são tratamentos de superfícies eficazes para o condicionamento da superfície da zircônia aumentando a retenção micro-mecânicas. Os autores citam que a SIE e o tratamento químico quente promovam o aumento da energia de superfície, tornando-a mais rugosa e reativa a reações químicas, aumentando assim seu potencial de união.

Kern²⁶ (2009) revisou a literatura expondo os métodos de tratamento de superfície mecânicos e químicos para a superfície da zircônia. Para obter uma melhor durabilidade de união é preciso de métodos de tratamento de superfície que proporcionem a limpeza, aumento de rugosidade e eficiência do agente de união. O Jateamento com partículas de óxido de alumínio entre 50-110 μm a 0,25 Mpa de pressão é eficiente para promover tanto a limpeza quanto o aumento de rugosidade sobre a superfície da zircônia. O uso de partículas maiores que 110 μm , a pressões

maiores que 0,25 MPa poderia comprometer a estrutura da zircônia, mas ainda há poucos estudos na literatura avaliando qual esse nível de comprometimento ao longo do tempo. Citou ainda que a utilização de partículas de óxido de alumínio de 50 μm sobre uma pressão de 0,05 MPa pode criar uma superfície lisa sobre a superfície da zircônia ao invés de aumentar sua rugosidade. O sistema Tribochemical Silica Coating Cojet e Rocate comercializados pela (3M Espe, Seefeld, Germany) são utilizados para incorporar a sílica sobre a superfície da zircônia. Sua utilização associado a silanização não vem obtendo bons resultados para a manutenção da durabilidade de união após as termo ciclagens. Essa deterioração da força de união pode estar relacionada à falta de aderência das partículas de sílica sobre a zircônia. Por isso, tem se estudado alterações do procedimento como o aumento de pressão de 0,15 MPa para 0,45 MPa. No entanto, esse aumento de pressão do sistema Tribochemical sílica coating também pode ter um efeito deletério sobre a estrutura superficial da zircônia. Por isso, tem se estudado métodos menos agressivos, como por exemplo, a infiltração seletiva (SIE). Esse método consiste na aplicação de um spray de plasma com hexamethyldisiloxane, aplicando uma cerâmica de baixa fusão em camadas sobre a superfície da zircônia. Este sistema tem sido bastante efetivo para aumentar a superfície de rugosidade da zircônia aumentando a força de união com o silano. Vários trabalhos tem demonstrado a melhor efetividade em manter a durabilidade da união com os cimentos resinosos à base de monômero fosfato 10-methacryloxydecyl-dihydrogenphosphate (MDP). Suas moléculas consistem de um grupo éster fosfato que se liga aos óxidos sobre a superfície da zircônia e um grupo metacrilato que se liga à matriz do agente de união. O monômero fosfato também pode estar presente em primers que também contém silanos, um exemplo é o silano 3-metacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS), que estaria indicado como um primer universal para a união de cerâmicas convencionais e para cerâmicas cristalinas. O primer 4-methacryloxyethyltrimellitate-anhydride (4-META) é bastante efetivo para o aumento da força de união. No entanto, em muitos trabalhos foi observada uma degradação da força de união após as termociclagens. A aplicação de um jateamento com óxido de alumínio associado à aplicação dos cimentos resinoso que contém (MDP) tem demonstrado ser a técnica mais efetiva para promover a durabilidade união da zircônia ao cimento resinoso.

Karakoca, Yilmaz ²³ (2009) estudaram a influencia do desgaste com ponta diamantada e do jateamento sobre a rugosidade de superfície, mudança de fases, e força flexão biaxial das zircônias Cercon ,DentaCAD e Zirkonzahn. Foram confeccionados trinta discos de zircônia das três diferentes marca comerciais com as dimensões (14 mm de diâmetro por 1,3 mm de espessura). Os discos foram divididos em três grupos de acordo com o tratamento de superfície realizado: nenhum tratamento ou desgaste com ponta diamantada de granulação de (100 µm) a 20.000 rpm ou jateamento com óxido de alumínio (110 µm) sobre 4 bars de pressão. A análise do profilometer revelou que os valores de rugosidade dos materiais eram diferentes antes da aplicação dos tratamentos de superfície. A análise DRX demonstrou a ocorrência de uma maior transformação de fase quando aplicado o jateamento com óxido de alumínio. Para a força de flexão o jateamento com óxido de alumínio promoveu um aumento da resistência em todos os materiais enquanto que o desgaste com ponta diamantada diminuiu. Após os tratamentos de superfície os materiais apresentam valores de rugosidade equivalentes quando submetidos ao jateamento Al₂O₃ (110 µm). Já após a aplicação do desgaste com ponta diamantada, os valores de rugosidade foram diferentes para cada material. Concluiu-se que as diferentes marcas comerciais de zircônias podem apresentar diferenças quanto a sua superfície de rugosidade pelo seu próprio processo de fabricação. No entanto, o sistema Rocatec Pré promoveu uma equiparidade entre as rugosidades das diferentes marcas comerciais de zirconia, enquanto que para a ponta diamantada o mesmo não foi observado. Uma maior transformação de fase ocorre quando as zircônias são submetidas ao jateamento com óxido de alumínio em comparação a ponta diamantada. Porém, essa maior transformação de fase não comprometeu a resistência flexural das zirconias.

Cavalcanti et al.¹³ (2009) estudaram a influência de tratamentos de superfície e primers metálicos sobre a resistência de união na zircônia. Setenta dentes humanos recém-extraídos foram cortados em cilindros de dimensões (1,3 mm de altura e 0,8 mm de diâmetro) deixando-se a dentina exposta e foram polidos posteriormente com lixas d'água. Duzentos e quatro placas de zircônia de dimensões (5 mm x 3 mm x 0,75 mm) e os dentes cortados foram aleatoriamente

distribuídos em 24 grupos (n=10) de acordo com os tratamentos de superfície: nenhum tratamento; jateamento Al_2O_3 (53 μm) à 2,5 bar de pressão por 15 s à 10 mm de distância e irradiação a laser Er:YAG (200 mJ por 5 s). Cada grupo foi subdividido de acordo com o primer aplicado: Alloy Primer (VBATDT/MDP-[Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan]), Metal Primer II (MEPS- [GC Corporation, Tokyo, Japan]), Metaltite (MTU-6- [Tokuyama Dental Corporation, Tokyo, Japan]) ou sem primer (grupo controle). Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com os cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (Kuraray, Osaka, J) e Calibra (Prime & Bond NT, Dentsply Caulk) e estocados em água destilada 37°C por 24 h e então submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (1mm/min). Concluiu-se que o tratamento mais eficaz para o aumento da resistência de união foi o jateamento Al_2O_3 combinado a primers metálicos. Os primers metálicos apresentam monômeros funcionais, como a vinyl-thione, que estabelece ligações primárias com o monômero resinoso ao se transformarem em grupos thiol sobre a superfície metálica. Portanto, especula-se que o tratamento da zircônia com jateamento Al_2O_3 associado ao primer metálico possa ter um efeito sinérgico sobre a união zircônia-cimento e dentina.

Kern et al. ²⁶ (2009) estudaram a influência de vários tratamentos de superfície sobre a resistência e a durabilidade de união da zircônia à cimentos resinosos. Discos de zircônia foram polidos em lixas d'água de granulação 600, limpos em ultrassom com etanol 96% e receberam os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento e jateamento Al_2O_3 (50 μm) à 0,05 MPa ou à 0,25 MPa. Depois os espécimes foram subdivididos aleatoriamente em quatro grupos conforme a aplicação de primer: sem aplicação de primer; Metal/Zirconia Primer (MZP, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Alloy primer (AP, Kuraray Medical, Osaka, Japan) e Clearfil Ceramic Primer (CCP Kuraray Medical). Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com o cimento resinoso Multilink Automix (MA, Ivoclar-Vivadent), estocados em água destilada à 37°C por 3 dias ou por 150 dias em ciclagem térmica (37.500 ciclos, 5 – 55°C, 30 seg/banho) para então serem submetidos ao teste de tração (2mm/min). Concluiu-se que, a combinação do jateamento e da aplicação de primer é necessária para eficácia da durabilidade e da resistência de união do cimento resinoso à zircônia. A análise topográfica de

superfície realizada com scanner a laser revelou que o jateamento à 0,25 MPa produziu superfície mais rugosa que o jateamento 0,05 MPa, seguido dos espécimes polidos. No entanto, a diminuição de pressão do jateamento não diminuiu a durabilidade de união do cimento resinoso à zircônia. Foi discutido que a união da zircônia a cimentos resinosos esteja mais relacionada à união química e a função do jateamento seria de limpar contaminantes orgânicos, aumentar a ativação química e a área de superfície de união. Portanto, sugere-se que a aplicação do jateamento a pressões mais baixas, pode resultar em menores danos à zircônia e estabelecer boa resistência e durabilidade de união quando combinada a primer adesivos.

Oyague et al.³⁶ (2009) avaliaram a resistência de união da zirconia (Cercon® Zirconia,Dentsply) sob diferentes tipos de tratamentos de superfície e diferentes tipos de cimentos resinosos. Aplicaram os seguintes tratamentos de superfície: Jateamento com óxido de alumínio (125 µm) ou método triboquímico Al₂O₃ (50 µm) ou nenhum tratamento. Para a união dos espécimes foram utilizados os cimentos resinosos: Calibra (Densply Caulk); Clearfil Esthetic Cement (Kuraray); Rely×Unicem (3M ESPE). Após 24 h de união eles submeteram os espécimes aos testes de tração. As análises foram feitas em (MFA) e com (MEV). Verificou-se que não houve uma diferença estatisticamente significativa entre os diferentes métodos de tratamento de superfície utilizados. Concluiu-se que a força de união foi significativamente influenciada pela utilização do cimento resinoso a base monômero fosfato (MDP) presente no cimento Clearfil Esthetic Cement (Kuraray).

Oyagüe et al.³⁷ (2009) avaliou a estabilidade hidrolítica de diferentes cimentos resinosos à zircônia. Dezoito cilindros de zircônia 19,5 mm de diâmetro e 10,25 mm de altura foram aleatoriamente divididos de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al₂O₃ (125 µm) por 10 s à 5 mm de distância a 60-100 psi de pressão; sistema triboquímico SiO₂ (50 µm)(Supradental, Madrid, Spain). Após os tratamentos, cada grupo foi subdividido em três grupos de acordo com os cimentos resinosos: Clearfil Esthetic Cement (Kuraray); Rely X Unicem (3MESPE); Calibra (Dentsply Caulk) e cimentados sobre discos de resina composta de 19,5 mm de diâmetro e 4 mm de altura (Tetric

Evo Ceram, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Os espécimes foram seccionados em micro-barras de 1 mm², sendo que metade foi armazenada em água destilada por 24 h à 37°C e a outra metade foi armazenada por 6 meses, para então, serem submetidos ao teste de tração em máquina universal de testes (0,5 mm/min). Concluiu-se que, a seleção do cimento resinoso tem mais influência sobre a longevidade de união do que o tratamento de superfície, ou seja, os cimentos resinosos que possuem em sua composição monômeros fosfatados (10-MDP), assim como, o Clearfil Esthetic Cement e o Rely X Unicem, são mais eficazes para aumentar a durabilidade de união da zircônia aos cimentos resinosos. Especula-se que a molécula do silano (3-MPS) e o (10-MDP) presentes na solução do Clearfil Ceramic Primer podem promover o aumento do molhamento da superfície facilitando o mecanismo de união química do cimento resinoso à zircônia.

Nothdurft et al.³⁵ (2009) estudaram a eficácia de diferentes tratamentos de superfície e cimentos resinosos na resistência de união da zircônia. Discos de zircônia (Digizon-A, AmannGirrbach, Pforzheim, Germany) de 10 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram polidos com discos diamantados (40 µm) e limpos em ultrassom com álcool isopropílico (96%) por 5 min. Todos os espécimes foram jateados com partículas Al₂O₃ (110 µm) por 10 s à 10 mm de distância e 2,8 bar de pressão e depois submetidos a três protocolos de tratamentos: sem tratamento adicional, jateamento triboquímico por 13 s, à 10 mm de distância e 2,8 bar de pressão ou jateamento triboquímico (Rocatec soft) (30 µm) mais silano ESPE Sil (3M Espe) (n=30). Após os tratamentos, foi realizada a cimentação dos espécimes com o preenchimento de um molde de teflon de 3 mm de diâmetro posicionado exatamente ao centro dos discos. Foram utilizados os seguintes cimentos: Bifix QM (VOCO, Cuxhafen, Germany), Dual Cement (Ivoclar, Ellwangen, Germany), Duo Cement Plus (Coltene/Whaledent AG, Altstätten, Switzerland), Multilink Automix (Ivoclar, Ellwangen, Germany), ParaCem Universal DC (Coltene/Whaledent AG, Altstätten, Switzerland), PermaCem Smartmix (DMG, Hamburg, Germany) RelyX ARC (3M ESPE, Seefeld, Germany), Variolink Ultra (Ivoclar, Ellwangen, Germany), Variolink II (Ivoclar, Ellwangen, Germany); Panavia EX (Kuraray, Osaka, Japan), Panavia F2.0 (Kuraray, Osaka, Japan) e RelyX UniCem (3M ESPE, Seefeld, Germany) (n=360). Os cimentos Bifix QM APA e Bifix QM SC têm silano específico (Keramik Bond,

Voco) e o cimento Multilink Automix recebeu aplicação (Metal/Zirconia primer, Ivoclar Vivadent) recomendados pelos fabricantes. Após a cimentação, os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C por 48 h, para então serem submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (0,5 mm/min). A análise das fraturas em microscópio (x12) revelou 100% de falhas adesivas. O jateamento com o sistema triboquímico e aplicação de silano aumentaram significativamente RC de todos os cimentos testados em comparação ao jateamento e o grupo controle. Para os espécimes tratados com o sistema triboquímico, os cimentos resinosos RelyX Unicem e Panavia F e os cimentos Bifix QM e Multilink Automix, que apresentam sistemas de união específicos, apresentaram os mais altos valores de RC em comparação ao demais cimentos. Os autores concluíram que, o uso do sistema triboquímico aumentou significativamente a RC, principalmente nos cimentos resinosos convencionais.

Kitayama et al.²⁹ (2010) avaliaram a resistência de união de diferentes primers e cimentos resinosos à cerâmicas convencionais e cristalinas. Discos cerâmicos de zircônia e de porcelana foram confeccionados com as dimensões finais pós-sinterização (15 mm de diâmetro e 2 mm de espessura). Os espécimes foram polidos com lixas d'água (600) e receberam jateamento com Al₂O₃ (70 µm) à 0,5 MPa de pressão por 5 s à 10 mm de distância. Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados sem e com aplicação de primer seguindo a recomendação do fabricante do cimento resinoso: Bistite II/Tokuso Ceramic Primer (BII/TCP) (Tokuyama Dental, Tokyo, Japan), Linkmax/GC Ceramic Primer (LM/GCP) (GC), RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer (RX/RCP) (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), Panavia F 2.0/Clearfil Ceramic Primer (PF/CCP) (Kuraray Medical, Tokyo, Japan) e Resicem/Shofu Porcelain (RS/SPP) or AZ Primer (RS/AZP) (Shofu). Os espécimes foram cimentados sobre discos de aço inoxidável de 4 mm de diâmetro, estocados em água destilada à 37°C por 24 h, para então serem submetidos ao teste de tração em máquina universal de testes (1mm/min). A análise microscópica (40x) das falhas de união revelou que para as cerâmicas convencionais tratadas com primers, as falhas predominantes foram coesivas, enquanto que para a zircônia, as falhas predominantes foram adesivas, exceto para o cimento resinoso Panavia F2.0 que apresentou principalmente falhas coesivas. Concluiu-se que, o jateamento

associado à aplicação de primer é um tratamento eficaz para aumentar a resistência de união a tração de cimentos resinosos e cerâmicas convencionais. O primer ou cimento resinoso que contém em sua composição o monômero ácido fosfórico (6-MHPA) ou o monômero éster fosfatado (MDP) são eficazes para aumentar a resistência de união da zircônia a cimentos resinosos.

Qeblawi et al.⁴⁵ (2010) avaliaram a influência de tratamentos de superfície mecânicos e químicos sobre a resistência flexural da zircônia e sobre sua resistência de união à cimentos resinosos. Cento e noventa e dois discos de zircônia pré-sinterizados de 2,5 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram lixados com lixas d'água (600) e divididos aleatoriamente em quatro grupos de acordo com os tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al_2O_3 (50 μm) à 3 bar de pressão à 10 mm de distância por 10 s; sistema triboquímico Rocatec Soft SiO_2 (30 μm) e abrasão com pontas diamantadas (30 μm) sobre refrigeração. Após os tratamentos micro-mecânicos, metade dos espécimes de cada grupo foi estocada em água destilada à 37°C por 24 h e então foram submetidos ao teste de flexão tri-axial (1mm/min). Os espécimes restantes de cada grupo foram subdivididos em quatro grupos de acordo com o tratamento químico: sem tratamento (grupo controle); ataque ácido com HF 4,5% (IPS Ceramic Etching gel) por 3 min mais silano 3-methacryloxypropyltrimethoxysilano (3-MPS) por 2 min (Monobond-S; Ivoclar Vivadent AG); tratamento apenas com silano por 2 min; tratamento com primer para zircônia (Metal/Zirconia Primer; Ivoclar Vivadent AG) por 3 min. Noventa e seis molares indicados para extração foram cortados para expor o tecido dentinário e foram polidos com lixas d'água de granulação (600), para então serem cimentados aos discos de zircônia com o cimento resinoso (Multilink Automix Ivoclar Vivadent AG). Após a cimentação, metade dos espécimes de cada grupo foi estocada em água destilada à 37°C por 10 min e a outra metade passou por ciclagem térmica (2.000 ciclos, 5 – 55°C 10 seg/banho), para então serem submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (1mm/min). Concluiu-se que, o jateamento ou a abrasão com pontas diamantadas sobre refrigeração aumentaram significativamente a resistência flexural imediata da zircônia. A aplicação do jateamento ou silicatização associado à aplicação do primer ou silano aumentou significativamente a longevidade da resistência de união da zircônia ao

cimento resinoso. Portanto, a combinação de tratamentos mecânicos e químicos para a superfície da zircônia é imprescindível para estabelecer longevidade da união entre a zircônia e o cimento.

Magne et al.³¹ (2010) estudaram o efeito de um novo primer experimental sobre a resistência de união da zircônia á cimentos resinosos. Quarenta blocos de zircônia de dimensões (15 x 4 x 2 mm) foram polidos com lixas d'água (400, 600, 800 e 1.500) sobre refrigeração e receberam jateamento com Al_2O_3 (50 μm) por 15 s à distância de 10 mm e (46-55) psi de pressão. Depois os espécimes foram limpos com ácido fosfórico a 40 % (K-Etchant Gel; Kuraray, Kurashiki, Okayama, Japan), lavados em agua destilada em ultrassom por 2 min e receberam aplicação dos primers: sem aplicação de primer (grupo controle); primer experimental (Bisco Inc., Schaumburg, IL) e Clearfil Ceramic Primer. Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com os seguintes cimentos: Panavia F 2.0 (Kuraray); BisCem e Duo-Link (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA) em discos de resinas composta Z-100 (3M ESPE). Além disso, um grupo adicional para cada grupo foi criado, no qual discos de resina composta foram polimerizados sobre a zircônia sem aplicação de cimento resinoso. Os espécimes foram estocados em água destilada à 37°C por 24 h e então submetidos ao teste de RC em máquina de testes (43,8 kg/f/min). Concluiu-se que o novo primer experimental para zircônia à base de monômeros ácidos organofosfatados/carboxílicos foi eficaz para o aumento da resistência de união da zircônia a cimentos resinosos. Assim como os silanos, os monômeros organofosfatados e ácidos carboxílicos, podem ser mais facilmente copolimerizados com os monômeros presentes no cimento resinoso, melhorando a interação química entre a zircônia e o substrato. Sugere-se que o aumento da resistência de união da resina Z-100 associado à aplicação do primer experimental possa contribuir para eventuais reparos de trincas em restaurações de zircônia.

Aboushelib et al.¹ (2010) avaliaram a resistência e durabilidade de união usando a técnica de Infiltração Seletiva (SIE). Cinquenta e quatro discos de zircônia (Lava zirconia, 3M ESPE, St. Paul, MN) de 19,4 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram preparados em CAD/CAM. Os discos foram sinterizados e divididos

em três grupos de acordo com os tratamentos de superfície: grupo controle (sem tratamento); jateamento Al_2O_3 (50 μm) (S-UALustral, Schuler-Dental, Eberhard-Finckh, Germany) a 0,2 MPa de pressão; tratamento com (SIE). Esse método consiste na aplicação de uma fina camada de cerâmica de baixa fusão e um spray de plasma de hexamethyldisiloxane, sobre a superfície da zircônia. Discos de resina Filtek Z250 (Filtek Z 250, A2, 3M ESPE) nas mesmas dimensões dos discos de zircônia e cimentados com o cimento resinoso Panavia F 2.0. Os espécimes cimentados foram cortados em micro-barras de 1 mm^2 em máquina de cortes (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL) e então submetidos ao teste de tração conforme as quatro seguintes condições: tração logo após a cimentação; após ciclagem térmica (10.000 ciclos, 5 – 55°C, 3 min/banho); após 4 semanas e após 6 semanas de estocagem em água destilada à 37°C. A análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) demonstrou que o jateamento produziu aumento da rugosidade superfície, criando trincas e ranhuras sobre a superfície da zircônia, já a SIE demonstrou aumento de porosidades e grãos interpostos depositados pela infiltração da cerâmica à alta temperatura. Concluiu-se que a técnica de SIE é um tratamento eficaz para aumentar a resistência e a durabilidade de união da zircônia a cimentos resinosos. Há a hipótese de que a topografia criada pela técnica SIE cria uma superfície altamente retentiva em que o adesivo resinoso pode penetrar e se interligar, resultando em um significativo aumento da resistência de união. Por outro lado, a degradação da força de união observada nos grupos controle e do jateamento, torna questionável o papel do monômero fosfatado MDP para manutenção da resistência de união.

Yun et al.⁵⁷ (2010) estudaram a influência do jateamento e de primers metálicos sobre a resistência de união ao RC de três cimentos resinosos à zircônia. Cilindros de zircônia com 7 mm de diâmetro e 12 mm de altura foram incluídos em modes de polytetrafluoroethylene (PTFE). A superfície adesiva foi polida com lixas d'água de granulação 1.200 e limpos em ultrassom em água destilada por 5 min. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 12 grupos (n=10), de acordo com os tratamentos de superfície: grupo controle (sem tratamento); jateamento Al_2O_3 (90 μm) a 3,8 bar de pressão a 10 mm de distância por 15 s; primer metálico somente ou jateamento mais primer metálico). Para cada cimento utilizou-se o primer metálico

recomendado pelo fabricante do cimento resinoso (Alloy primer – Panavia F 2.0, V-primer – Superbond C&B, Metaltite – M bond). Os cimentos resinosos foram cimentados sobre a zircônia com um molde de PTFE obtendo as dimensões ($\varnothing 3\text{mm} \times 3\text{mm}$). Após a cimentação, os espécimes foram estocados em água destilada à 37°C, termociclados (5.000 ciclos, 5 - 55°C, 30seg/banho) e então submetidos ao teste de RC (0,5mm/min). Concluiu-se que o tratamento da superfície somente com primer metálico não garante manutenção da durabilidade de união entre a zircônia e o cimento. Por outro lado, o jateamento foi eficaz para o aumento da resistência de união em todos os cimentos testados. A combinação do jateamento ao primer metálico associado à cimentação com o Panavia F 2.0 demonstrou ser o tratamento mais confiável para o aumento da durabilidade da união. As diferenças na estrutura química dos três primers metálicos estudados podem afetar a durabilidade de união, portanto o mecanismo de reação de cada monômero adesivo sobre a zircônia requer análises posteriores.

Takeuchi et al.⁵⁰ (2010) estudaram a durabilidade da resistência de união de cimentos resinosos à zircônia tratada com dois diferentes tipos de monômeros ácidos fosfatados. Placas de zircônia de dimensões (14 x 14 x 3,5 mm) foram cortadas, polidas com lixas de alumina (1 μm) e depois foram sinterizadas e limpas em ultrassom em acetona por 10 min. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em três grupos de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); jateamento Al_2O_3 (25 μm) (Rocatec™ Junior, 3M ESPE, Seefeld, Germany) por 13 s a 10 mm de distância e 0,4 Mpa de pressão; tratamento triboquímico SiO_2 (30 μm) (Rocatec™ Soft, 3M ESPE) mais silano ESPE Sil (3M ESPE) por 5 min. Os espécimes foram cimentados sobre cilindros de titânio (cp), que receberam jateamento Al_2O_3 (250 μm), com o cimento (RelyX ARC, 3M ESPE) variando a aplicação do primer: sem aplicação de primer; primer (Epicord opaque primer, Kuraray Medical, Osaka, Japan ou (AZ primer, Shofu, Kyoto, Japan). Após a cimentação, metade dos espécimes foi estocados em água destilada por 24 h à 37°C, a outra metade foi submetida à ciclagem térmica (30.000 ciclos, 5 – 55°C, 1min/banho), para então serem submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (1mm/min). Concluiu-se que, o jateamento e o tratamento triboquímico foram eficazes para produção de rugosidades sobre a

superfície da zircônia. A aplicação de primer que contém em sua composição monômeros ácidos fosfatados são eficazes para aumentar a resistência de união, no entanto não são eficazes para a manutenção da durabilidade de união entre a zircônia e o cimento. Especula-se que, o silano (3-MPS) tenha afinidade química maior ao monômero (MDP) (Epicord) em comparação ao monômero (6-MHPA) (AZprimer).

Blatz et al.⁹ (2010) comparou a resistência de união a RC de seis cimentos resinosos à zircônia tratada com ou sem jateamento. Cento e vinte quadrados de zircônia de dimensões (10 mm x 10 mm x 1 mm) foram limpos em ultrassom em isopropanol 99% e divididos aleatoriamente em dois grupos: jateamento Al_2O_3 (50 μm) a 2,8 bar de pressão, por 12 s a 10 mm de distância e sem jateamento. Após os tratamentos os espécimes foram subdivididos em seis grupos de acordo com os cimentos resinosos: BisCem (BC), Maxcem (MC), G-Cem (GC), RelyX Unicem Clicker (RUC), RelyX Unicem Applicap(RUA) e Clearfil SA Cement (CSA). Os espécimes foram cimentados sobre cilindros de resina composta Filtek Z250 (3M Espe, St. Paul, MN, USA), termociclados (20.000 ciclos, 5 – 60°C, 15 seg/banho) e então submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes. Concluiu-se que a resistência de união dos cimentos resinosos auto-adesivos foi variável e aumentaram após o jateamento. Os cimentos resinosos que contém em sua composição monômeros como o MDP (RUC), (RUA) e (CSA) e 4-META (GC) foram os mais eficazes para manutenção da durabilidade de união. A eficácia de união do cimento resinoso (GC) pode ser atribuída ao monômero 4-META, assim como o metacrilato UDMA, o qual tem baixo peso molecular e baixa viscosidade comparada ao BisGMA.

Yang et al.⁵⁶ (2010) investigaram a influência de tratamentos de superfície mecânicos e químicos sobre a longevidade da resistência de união da zircônia à cimentos resinosos. Discos de zircônia foram polidos com lixas d'água (600) e então submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: jateamento com Al_2O_3 (50 μm) (Edelkorundweiß 50m, Pluradent, Offenbach, Germany) a 10 mm de distância e 0,05 MPa ou à 0,25 MPa pressão. Depois os espécimes foram

subdivididos aleatoriamente em quatro grupos conforme a aplicação de primer: sem aplicação de primer; Metal/Zirconia Primer (MZIP, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Alloy primer (AP, Kuraray Medical, Osaka, Japan) e Clearfil Ceramic Primer (CCP Kuraray Medical). Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com o cimento resinoso Multilink Automix (MA, Ivoclar-Vivadent), estocados em água destilada à 37°C por 3 dias ou por 150 dias em ciclagem térmica (37.500 ciclos, 5 – 55°C, 30 seg/banho) para então serem submetidos ao teste de tração (2mm/min). Concluiu-se que, a combinação do jateamento e da aplicação de primer é necessária para eficácia da durabilidade e da resistência de união do cimento resinoso à zircônia. A análise topográfica de superfície realizada com scanner a laser revelou que o jateamento a 0,25 MPa produziu superfície mais rugosa que o jateamento 0,05 MPa, seguido dos espécimes polidos. No entanto, a diminuição de pressão do jateamento não diminuiu a durabilidade de união do cimento resinoso à zircônia. Especula-se que a união da zircônia a cimentos resinosos esteja mais relacionada à união química e a função do jateamento seria de limpar contaminantes orgânicos, aumentar a ativação química e a área de superfície de união. Portanto, sugere-se que a aplicação do jateamento a pressões mais baixas, pode resultar em menores danos à zircônia e estabelecer adequada resistência e durabilidade de união quando combinada a primer adesivos.

Cattani et al.¹¹ (2010) avaliaram a rugosidade de superfície, composição superficial, transformação de fase e a quantidade perdida de zircônia (Y-TZP) antes e após o jateamento triboquímico. Dezoito quadrados de zircônia (Zeno® Zr, Wieland Dental, Pforzheim, Germany) de dimensões (40mm×3mm×5mm) foram subdivididos de acordo com o tempo de tratamento, 10 s, 20 s e 30 s, com partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica (30 µm) Cojet Sand à 2,5 bar e 7 mm de distância. Metade dos espécimes de cada grupo foi limpa em ultrassom em álcool por 10 min em álcool (100%), enquanto que a outra metade foi limpa com spray de (ar + água). A rugosidade de superfície foi mensurada utilizando o perfilômetro. A análise da composição superficial da zircônia foi realizada por EDS e a análise de transformação de fase foi determinada por DRX. A rugosidade média foi aumentada significativamente de 0,24 para 0,32-0,38 µm após o tratamento triboquímico. O mais alto valor de rugosidade foi obtido para os espécimes limpos em spray de água

e jateados por 30 s. A perda de material ficou entre 1 e 3 μm para 30 s de jateamento. As fases tetragonal e cúbica foram identificadas nos espécimes antes do tratamento e após os tratamentos houve mínima transformação para a fase monoclinica. A análise da composição superficial apontou picos de sílica e de alumina sobre a superfície da zircônia após o jateamento. O tempo de aplicação do jateamento não foi estatisticamente significativo para influenciar os percentuais de sílica ou alumina na superfície da zircônia. Foi encontrada redução de 30% entre os elementos de sílica e alumina após a limpeza em ultrassom. Os autores concluíram que, o tratamento da zircônia com o jateamento triboquímico é eficaz para o aumento da rugosidade e para o aumento da quantidade de sílica e alumina, sobre a superfície da zircônia. A limpeza ultrassônica pode diminuir os percentuais de sílica e alumina sobre a superfície da zircônia.

Passos et al.⁴¹ (2010) estudaram a qualidade adesiva de cimentos resinosos auto-adesivos e convencionais com a zircônia, antes e após armazenamento em água. Cento e noventa e dois blocos de zircônia (In-Ceram YZ 2000 cubes 40/15, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) de dimensões (5 x 5 x 2 mm) foram incluídas em resina acrílica e lixados (400 e 1.200). Os espécimes foram aleatoriamente divididos em dois grupos (n=96) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: limpeza com álcool isopropílico (96%) por 30 s ou tratamento triboquímico com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (30 μm) Cojet Sand à (10 mm, 15 s e 2,8 bar) e silanização com o silano ESPE Sil (3M-ESPE). Os espécimes tratados foram subdivididos em quatro grupos de acordo com os seguintes cimentos (Panavia F 2.0 (Kuraray Medical); Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein); RelyX U100 (3M ESPE, Seefeld, Germany) e Maxcem (Kerr, Orange, CA, USA). Metade dos espécimes (n=12) de cada grupo foi submetido ao teste de RC, após 24 h de armazenamento em água destilada à 37°C. A outra metade foi armazenada em água destilada à 37°C por 90 dias e termociclados (12.000 ciclos – 5°C – 55°C), para então serem submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (0.5 mm/min). Para os grupos que passaram por limpeza ultrassônica, não houve diferença estatisticamente significativa para RC entre todos os cimentos testados e após a ciclagem térmica, os espécimes cimentados com Variolink II, RelyX U100 e Maxcem falharam espontaneamente.

Para os grupos que foram tratados com o sistema triboquímico e silano, independentemente da condição de armazenamento, os cimentos Variolink II e RelyX U100 apresentaram os mais altos valores de RC em comparação aos cimentos Panavia F e Maxcem. Concluiu-se que, o sistema triboquímico é eficaz para o aumento da resistência de união cimento/zircônia e a limpeza ultrassônica com álcool isopropílico (96%) pode resultar na diminuição da RC da zircônia ao cimento.

Thompson et al.⁵¹ (2011) revisaram a literatura no qual se propuseram a discutir sobre os diferentes métodos de tratamentos mecânicos e químicos para a superfície da zircônia. Com relação ao ácido fluorídrico, a resposta em toda literatura é unânime quanto a sua ineficiência como método de tratamento de superfície para a zircônia. Já o Jateamento com óxido de alumínio tem produzidos bons resultados para a criação de rugosidades sobre a sua superfície. No entanto, esse tem demonstrado um potencial para produzir micro-fraturas que podem comprometer a estrutura do material aumentando as chances de falhas. A infiltração seletiva (SIE) tem sido uma nova técnica utilizada e que tem demonstrado resultados muito positivos na criação de micro-porosidades com um comprometimento menor da estrutura do material. Para os métodos de tratamento químico da superfície a literatura mostra uma baixa efetividade do silano para promover uma união de longa duração com a zircônia. No entanto, bons resultados para a força de união foram obtidos com a utilização dos silanos 3-methacryloyloxypropyl-trimethoxysilane (MPS), 3 acryloyloxypropyl-trimethoxysilane (ACPS) associado a aplicação prévia do sistema Tribochemical Sílica Coating. Exemplos desses sistemas comercializados são o Cojet e Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Germany). Esses sistemas são utilizados para incorporar partículas de sílica na superfície da zircônia com o objetivo de aumentar a força de ligação com o silano. Outro método de aplicação de camada de sílica sobre a superfície da zircônia, denominado de Silicoating, vem sendo estudado. Este método é eficiente na diminuição da degradação da força de união após as termo ciclagens, mas ainda é um sistema inviável por sua complexidade e alto custo. Uma inovação desse sistema que está em estudo é a deposição molecular a vapor (MVD) que tem por objetivo, a deposição da camada de sílica por meio de vapor. Os cimentos resinosos a base de Bis-GMA são ineficientes para a

união das zircônias previamente tratadas com jateamento de óxido de alumínio. No entanto, um cimento resinoso contendo o monômero fosfato 10-methacryloxydecyl-dihydrogenphosphate (MDP), está sendo considerado promissor para a manutenção da durabilidade da força de união. Isso estaria associado a sua melhor capacidade em se manter estável em condições úmidas. Bons resultados também têm sido obtidos com a utilização do sistema Tribochemical Sílica Coating em associação a cimentos resinosos contendo o grupo anidrido 4-methacryloxyethyltrimellitate-anhydride (4-META). A maioria das falhas clínicas das zircônias estaria relacionada a desunião e/ou fratura das cerâmicas de cobertura. As cerâmicas de cobertura tem um coeficiente de expansão térmico (CTE) entre 7 e 13 $\mu\text{m/m K}$ enquanto que as zircônias tem CTE entre 9 a 11 $\mu\text{m/m K}$. Isso pode ocasionar as fraturas do material de cobertura quando submetidas a variações de temperatura. As técnicas de união entre o coping de zircônia e a cerâmica de cobertura vêm sendo muito discutidas. A aplicação de uma camada de sílica sobre a superfície da zircônia com auxílio do sistema Tribochemical Silicoating ou então por deposição molecular a vapor (MVD) está em estudo.

Chai et al.¹⁴ (2011) avaliaram o efeito do tratamento triboquímico e do silano na resistência a RC de uma cerâmica infiltrada com zircônia (In-Ceram Zircônia) e de uma zircônia Y-TZP à dentina de dentes naturais humanos. Foram confeccionados 36 cilindros cerâmicos (3 mm de diâmetro x 10 mm de altura) de cada material (Vita Zahnfabrik) e dentes humanos indicados para extração foram incluídos em molde de resina acrílica. As superfícies de dentina exposta dos dentes e as áreas de união das cerâmicas foram polidas com lixas de granulação 600 sobre refrigeração à água antes da aplicação dos tratamentos. Doze espécimes de cada cerâmica receberam um dos três tratamentos de superfície: sem tratamento (grupo controle); silicatização com CoJet Sand (30 μm) (3M ESPE) por 15 s à 10 mm de distância mais silano (Espe Sil, 3M ESPE) e, por último, agente de união Visio Bond (3M ESPE, St Paul, MN), conforme protocolo do fabricante; jateamento laboratorial à 2,5 bar de pressão, 10 mm de distância por 15 s com Rocatec Pre (Al_2O_3 de 110 μm) seguido da aplicação da silicatização com Rocatec Plus (110 μm) (3M ESPE) mais silano (ESPE Sil, 3M ESPE). Os espécimes do grupo controle não receberam tratamento adicional. Todos os espécimes foram cimentados com o cimento Panavia

F 2.0 e armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, para então serem submetidos ao ensaio de RC. Concluiu-se que a silicatização com CoJet Sand associada ao silano foi eficaz no aumento da resistência de união da cerâmica infiltrada com o cimento Panavia F 2.0. No entanto, esse sistema não foi eficaz para a zircônia Y-TZP. O tratamento com Rocatec Pre e Plus não foi eficaz para o aumento da resistência de união para os dois tipos de cerâmicas.

Akin et al.² (2011) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície: jateamento e lasers de Er:YAG, Nd:YAG e CO₂ sobre a RC da união da zircônia à dentina. Foram empregados 120 molares (seccionados 3 mm abaixo da superfície oclusal) e 120 discos de zircônia (6 mm de diâmetro e 4 mm de espessura), tendo estes últimos recebido os seguintes tratamentos de superfície: grupo controle (sem tratamento); jateamento com Al₂O₃ (120 µm); laser Er:YAG 150 mJ, 10 Hz por 20 s à 10 mm de distância; laser Nd: YAG 80 mJ, 10 Hz por 30 s em contato com o espécime; laser Nd: YAG 200 mJ, 20 Hz por 20 s à 1 mm de distância do espécime e laser CO₂ 159,22 J cm²/s. Após os tratamentos, os discos foram cimentados sobre os dentes com o cimento resinoso Variolink (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e armazenados em água destilada a 37°C por 24 h antes do ensaio de RC. Observou-se que o tratamento a laser de CO₂ obteve a mais baixa resistência de união, seguido do jateamento e do grupo controle, os quais apresentaram valores de resistência estatisticamente semelhantes. Os tratamentos com laser de Er: YAG e de Nd: YAG obtiveram os melhores resultados de resistência de união.

Attia et al.⁵ (2011) avaliaram a influência de diferentes métodos de tratamento de superfície e limpeza sobre a resistência de união da zircônia (e-max ZirCAD). Os métodos de tratamento de superfície avaliados foram: jateamento com óxido de alumínio (110 µm) ou com Rocatec Plus, a 0.28 MPa. Depois de realizados os tratamentos de superfície, os espécimes passaram por dois procedimentos de limpeza: jato de ar livre de óleo por 15 s ou limpeza ultrassônica em isopropanol 99%. Para a união dos espécimes foram utilizados dois agentes de união: silano (ESPE Sil) ou um primer contendo silano e monômero fosfatado MDP (Monobond Plus). O ensaio de resistência de união por tração foi realizado antes e após a

termociclagem (7.500 ciclos – 5° e 55°C – 30 s/banho). Concluiu-se que os métodos de limpeza não interferiram na durabilidade da união. O primer foi mais eficaz na durabilidade da união tanto nos grupos jateados com óxido de alumínio quanto com partículas modificadas por sílica.

Matinlinna, Lassila³³ (2011) avaliaram o efeito de cinco silanos na resistência de união à cimentos resinosos contendo o monômero fosfato ácido na zircônia silicatizada. Cento e quarenta e quatro pastilhas de zircônia (10 mm x 10 mm e 3 mm de espessura) foram obtidas, incluídas e tiveram sua superfície livre jateada com Rocatec Plus (110 µm) à 3 bar de pressão, 10 mm de distância por 60 s. Em seguida, os espécimes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos de acordo com o silano aplicado: 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (RelyX Ceramic Primer), 3-acryloxypropyltrimethoxysilane, 3-ethylethyltrimethoxysilane, 3-isocyanatopropyltriethoxysilane, 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane e grupo controle (sem silano). O cimento resinoso RelyX Unicem foi cimentado na superfície tratada. Após a cimentação, metade dos espécimes dos seis grupos foi armazenada em dessecador por 2 h e a outra metade foi submetida à termociclagem (6.000 ciclos, 5-55°C, 30 s/banho), para então serem submetidos ao ensaio de RC. A análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) identificou falha adesiva em 50% dos espécimes 3-ethylethyltrimethoxysilane, falha coesiva em 25% e mista em 25 % dos espécimes, 50% 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane, coesiva em 33,4%% e mista em 16.6% dos espécimes, 58% 3-acryloxypropyltrimethoxysilane, coesiva em 25 % e mista em 16.6% dos espécimes e 50% do grupo controle, falha coesiva em 50 % dos espécimes enquanto 42% do 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane espécimes apresentaram falha coesiva, 25% apresentaram falha mista e 33,4% falha adesiva. Concluiu-se que os silanos experimentais produziram significativo aumento da resistência de união após o envelhecimento em comparação aos espécimes secos. Os autores citam ainda que o aumento da resistência adesiva seja decorrente da pós-polimerização acelerada pelas ciclagens e pelo tempo de banho com uma temperatura relativamente alta (55°C). Os silanos 3-acryloxypropyltrimethoxysilane, 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane e 3-ethylethyltrimethoxysilane podem aumentar significativamente a resistência de união com a zircônia quando cimentos resinosos contendo monômeros funcionais, como o grupo ácido fosfórico presente no cimento RelyX Unicem, são empregados.

Kim et al.²⁸ (2011) avaliaram a rugosidade e a energia de superfície de diferentes cimentos e da zircônia polida, além da resistência de união com a zircônia. Trinta e dois discos de zircônia (20,0 mm de diâmetro x 1,5 mm de espessura) tiveram uma de suas superfícies jateada com Al_2O_3 (110 μm) a 10 mm de distância, 0,5 MPa por 13 s. Em seguida, os espécimes foram limpos em ultrassom em álcool por 3 min para serem cimentados com os seguintes cimentos: Fuji I (GC Corp., Tokyo, Japão), Ketac Cem Easymix (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), Fuji Plus (GC Corp., Tokyo, Japão), RelyX Luting (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), Principle (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA), Ionotite F (Tokuyama Dental Corp., Tokyo, Japão), Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japão) e RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Após a cimentação, metade dos espécimes foi armazenada em água destilada por 48 h a 37°C e a outra metade foi termociclada (10.000 ciclos, 5-55°C, 30 s/banho), para então serem submetidos ao ensaio de RC. Para a análise da energia de superfície, a zircônia foi polida com lixas de sílica de granulação 2.000 e quatro líquidos ensaio foram utilizados: água, glicerol, ethylene glycol e 1- bromonaphthalene para mensuração do ângulo de contato. A zircônia, assim como o metal, possui radicais hidroxilas ($\text{OH}^\cdot$) em sua superfície que podem se ligar a polímeros ou monômeros com função polar presente nos cimentos. Os autores argumentam que as funções básicas hydrogen bond accepting (HBA) presente nos cimentos interagem com as funções ácidas hydrogen bond donating (HBD) presentes na superfície da zircônia. As médias de rugosidades R_a variaram significativamente entre os oito cimentos testados e o jateamento aumentou significativamente a rugosidade de superfície da zircônia em comparação com os espécimes polidos. Concluiu-se que as resistências de união antes e após a termociclagem mostraram correlação positiva com a base (HBA) presente nos cimentos avaliados. O cimento Fuji Plus apresentou maior resistência inicial, mas não a manteve após a termociclagem. O cimentos Panavia F 2.0, Principle e RelyX Unicem mantiveram os mesmo valores para a resistência de união antes e após termociclagens. Não houve diferença significativa entre os líquidos utilizados para medição do ângulo de contato.

Chen et al.¹⁵ (2011) avaliaram os tratamentos de superfície para união da zircônia. Discos de zircônia foram divididos em dezenove grupos de acordo com os tratamentos de superfície: polimento com lixas (600 e 1200) (grupo controle); jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm) (10 mm, 15 s e 2,8 bar) e sistema triboquímico (30 μm) Cojet Sand. Depois os espécimes foram subdivididos em dois grupos: aplicação de primer (Z-Prime) (MDP) ou silano (3-MPS). Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados em discos de resina composta com o cimento Panavia F 2.0 (Kuraray, Japão) e armazenados em água destilada à 37°C por 2 h, para então serem submetidos ao teste de cisalhamento (1 mm/min). Verificou-se que, o jateamentos com partículas de Al_2O_3 e o jateamento triboquímico apresentaram os maiores valores de RC, em comparação ao grupo controle. A aplicação de primer (MDP) dobrou a RC para todos os tratamentos de superfície, quando comparado ao silano. Os autores concluíram que, o jateamento com partículas de Al_2O_3 e o sistema triboquímico associado a aplicação de primer ou cimentos resinosos que tenham na sua composição o monômero (MDP) são eficazes para aumentar a resistência de união da zircônia à cimentos resinosos.

Attia⁶ (2011) estudou a influência de diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência à tração da zircônia com diferentes cimentos. Dezoito barras de zircônia (ICE Zirkonia) (5x5x4 mm) foram confeccionados e divididos em três grupos (n=6), de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: grupo 1-) jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm) a 0,28 MPa, 10 mm de distância, por 13 s; grupo 2-) jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm) seguido de jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (30 μm) (CoJet sand, 3M ESPE, Seefeld, Germany); grupo 3-) mesmo tratamento recebido pelo grupo 2 com aplicação do silano ESPE Sil (3M ESPE). Barras de resina composta (Alphadent composite, A2) (Dental technologies, Illinois, USA) foram confeccionadas com as mesmas dimensões das barras de zircônia e cimentadas com um dos seguintes cimentos: Ketac Cem Plus (3M ESPE, Seefeld, Germany); RelyX Unicem Aplicap (3M ESPE, Seefeld, Germany) e MultiLink Automix (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Os espécimes cimentados foram cortados em micro barras (10 mm de comprimento e $1\pm0.1 \text{ mm}^2$). Metade dos espécimes de cada grupo foi armazenada em água destilada à 37°C por 1 semana, e a outra metade foi

submetida a ciclagem térmica (7.500 ciclos, 5 – 55°C, 30 s/banho), para então serem submetidos ao ensaio de tração (1 mm/min). A termociclagem fez a resistência à tração da zircônia diminuir significativamente em todos os cimentos testados. O tratamento do grupo 3 apresentou os maiores valores de resistência à tração, quando comparado com os grupos 1 e 2, nas duas condições de armazenamento. Os cimentos resinosos RelyX Unicem Aplicap e MultiLink Automix, apresentaram os maiores valores de resistência a tração, quando comparados ao cimento ionomérico Ketac Cem Plus. Os autores concluíram que, a silicatização seguido da aplicação do silano é um tratamento eficaz para aumentar a resistência à tração da zircônia a cimentos resinosos.

Valentino et al.⁵⁴ (2012) estudaram a influência de um novo tratamento de superfície baseado na aplicação de porcelana de baixa fusão para promover a união de cimentos resinosos à zircônia (Cercon Smart Ceramics, Degudent, Hanau, Alemanha). Vinte e quatro discos de zircônia (16 mm de diâmetro x 1 mm de espessura) foram distribuídos entre oito tratamentos de superfície: jateamento com Al_2O_3 (110 μm); jateamento com Al_2O_3 (110 μm) e silano; jateamento com Al_2O_3 (50 μm); jateamento com Al_2O_3 (50 μm) e silano; *liner* + *glaze* com porcelana de baixa fusão e condicionamento com HF a 10% por 20 s; *liner* + *glaze*, seguido de HF e silano; *liner* + *glaze* e jateamento com Al_2O_3 (50 μm); *liner* + *glaze*, seguido de jateamento com Al_2O_3 (50 μm) e silano. Os jateamentos foram realizados por 15 s, a 4 bar e a 4 mm de distância. Foram utilizados o silano Scotchbond Ceramic Primer (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), o *liner* e a porcelana de baixa fusão Cercon Ceram Liner e Cercon Ceram Glaze, (Degudent), respectivamente, e realizada a limpeza em ultrassom por 10 min em água destilada. Após os tratamentos, os espécimes foram cimentados com o cimento Enforce (Dentsply) e armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, para então serem submetidos ao ensaio de RC. Concluiu-se que os jateamentos com partículas de Al_2O_3 de 50 e de 110 μm promoveram valores semelhantes de resistência de união, enquanto a aplicação da porcelana de baixa fusão apresentou aumento significativo. Especula-se que o *glaze* torna a superfície cerâmica cristalina passível de condicionamento ácido e aumenta a reatividade química com o silano pela presença de sílica. No entanto, a eficácia do

silano no aumento da resistência de união em cerâmicas cristalinas ainda é controversa.

Chen et al.¹⁶ (2012) avaliaram a eficácia de uma técnica experimental e de agentes de união na resistência adesiva de um cimento resinoso MDP à zircônia Cercon (DeguDent, GmbH, Alemanha). Dezoito discos de zircônia (3 mm de espessura x 19,5 mm de diâmetro) foram sinterizados e limpos em etanol em cuba ultrassônica por 10 min. Nove discos não foram tratados e a outra metade recebeu uma camada de resina Filtek Supreme XT (A3 Shade; 3M ESPE, USA) sobre uma das superfícies e levadas ao forno (STRATOS; Elephant Dental BV, The Netherlands) (15°C/min), até atingir 1200°C. O objetivo desta técnica experimental era evaporar a matriz resinosa, deixando as partículas de sílica e de zircônia da resina composta na superfície da zircônia para promover micro-retenções e união química. Após a sinterização, os espécimes foram resfriados em temperatura ambiente por 100 min e limpos em ultrassom por 10 min. A seguir, os discos foram divididos em três grupos de acordo com o agente de união empregado: sem primer; primer contendo MDP (ED Primer II; Kuraray Medical Inc., Japão) e um silano (RelyX Ceramic Primer; 3MESPE, USA). Discos de resina (mesmas dimensões dos discos de zircônia) confeccionados com a resina Filtek Z250 (A3 Shade, 3M ESPE, USA) foram cimentados nos discos de zircônia com o cimento resinoso Panavia F 2.0 e logo após, armazenados em água a 37°C por 24 h. Os espécimes foram cortados em máquina de cortes em micro barras de 1.0 mm x 1.0 mm gerando 20 micro barras de cada espécime cimentado. Dez micro barras foram armazenadas por 24 h em água destilada e submetidas ao ensaio de tração e o restante somente após 30 dias de armazenamento. Concluiu-se que, às 24h, o tratamento de superfície experimental só foi eficaz quando associado ao silano, resultando na maior resistência. Aos 30 dias, este tratamento de superfície apresentou resistências significativamente maiores em relação aos grupos controle, indicando maior eficácia na manutenção da durabilidade de união. Os autores citam que o silano pode reduzir a tensão de superfície e melhorar o molhamento. Além disso, uma união química pode ser formada entre o silano e a camada de sílica, sobre a superfície da cerâmica ou do cimento resinoso pela formação de ligações siloxanos (Si—O—Si—O).

Inokoshi et al.²¹ (2012) avaliaram a eficácia mecânica e química de tratamentos de superfície sobre a resistência de união da zircônia à dois cimentos resinosos. Blocos de zircônia e.max ZirCAD (Ivoclar-Vivadent) foram sinterizados e submetidos ao jateamento triboquímico (30 µm) (CoJet Sand, 3M ESPE) ou sem tratamento. Depois os espécimes foram divididos de acordo com os silanos aplicados: Clearfil Ceramic Primer (Kuraray) e Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent) ou sem silano. Dois blocos de zircônia com o mesmo tipo de tratamento eram selecionados para a cimentação com os seguintes cimentos: (Clearfil Esthetic Cement, Kuraray) BisGMA ou (Panavia F2.0, Kuraray) (MDP). Os espécimes foram armazenados em água destilada por 7 dias à 37°C e depois aleatoriamente expostos à um dos três protocolos de envelhecimento: 1) imersos em água destilada à 37°C por 10 dias; 2) ciclagem térmica (10.000 ciclos, 5°C – 55°C, 30s/banho) ou imersos em água à 37°C por 6 meses. Após os protocolos de envelhecimento, os espécimes foram submetidos ao ensaio de micro-tração determinado em MPa. A análise da fratura foi realizada em MEV. Para o cimento Panavia F 2.0, os maiores valores de resistência de união foram obtidos somente quando a zircônia foi tratada com CoJet Sand/Clearfil Ceramic Primer. Enquanto que o cimento resinoso Clearfil Esthetic Cement (Kuraray) foi igualmente eficaz em comparação ao Panavia F 2.0, em ambas as situações, com ou sem jateamento triboquímico. Os autores concluíram que, as combinações entre as propriedades mecânicas e químicas dos tratamentos de superfície podem ser mais bem indicadas para a durabilidade da união cimento/zircônia. A combinação dos tratamentos mecânico-químicos, como o jateamento triboquímico e a aplicação de silanos aumentam a durabilidade da união entre cimento/zircônia. O jateamento da superfície da zircônia parece ser um requisito indispensável para cimentos resinosos à base de MDP.

Subaşı, Inan⁴⁹ (2012), estudaram as alterações provocadas por diferentes tratamentos de superfície e suas influências sobre a zircônia e o cimento para a união. Cento e cinquenta e cinco espécimes de zircônia de dimensões (12×11.2×2.4 mm) (VITA In-Ceram YZ for inLab®; VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) sinterizados foram divididos em cinco grupos (n=31) de acordo com os

tratamentos de superfície: sem tratamento; jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) a 10 mm de distância por 15 s, 3 bar; silicatização com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (30 μm) (Cojet Sand; 3M ESPE AG, Seefeld, Germany); laser Er:YAG à 1 mm de distância por 15 s (400 mJ; 10 Hz; 4 W; 100 μs) e jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm) e laser Er:YAG com os mesmos parâmetros descritos. Após os tratamentos de superfície, a rugosidade de superfície foi avaliada em perfilômetro e microscópio atômico de força. Cilindros de resina composta (Filtek Z250; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) de dimensões (5 mm ($\varnothing$) $\times$ 2 mm) foram cimentadas sobre os espécimes de zircônia com os cimentos, RelyX U100 (RXU) (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) ou Clearfil Esthetic Cement (CEC) (Kuraray, Okayama, Japan) ou Panavia F (Kuraray, Okayama, Japan) (PF) (n = 10). Após a cimentação os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C por 24 h, termociclados (6.000 ciclos, 5° - 55°C, 30s/banho), e então submetidos ao teste de RC em máquina universal de testes (0,5mm/min). Os espécimes submetidos aos tratamentos de superfície apresentaram maiores valores de rugosidade comparados aos espécimes não tratados ($p < 0.001$). Entretanto, não houve diferença no valor de rugosidade estatisticamente significativa entre os grupos, que foi apenas jateado e o grupo que recebeu aplicação do jateamento e laser, e entre a silicatização e os grupos tratados com o laser. Os espécimes tratados com laser demonstraram baixa RC independentemente do cimento utilizado. A RC dos cimentos Clearfil Esthetic Cement e do cimento Panavia F 2.0 foi mais alta em comparação a RC apresentada pelo cimento RelyX Unicem em todos os grupos. Não houve relação entre a produção de rugosidade e o aumento da RC. Os autores concluíram que todos os tratamentos de superfície, com exceção do laser, foram satisfatórios para o tratamento da superfície da zircônia. A seleção do cimento é um fator mais importante do que o tratamento de superfície, e os cimentos que contêm MDP foram mais satisfatórios para a cimentação da zircônia.

Sabatini et al.⁴⁷ (2012) avaliaram a RC de três cimentos resinosos auto-adesivos e um cimento ionomérico modificado por resina à diferentes substratos: liga de CoCr, liga nobre de AgAuCu, zircônia IPS e.max ZirCAD, dissilicato de lítio IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein) e resina composta Z-100 (3M-ESPE). Cento e noventa e dois espécimes de cada material

foram lixados (320, 400 e 600) e tratados com jateamento Al_2O_3 por 10 s, 1 bar, 10 mm de distância. A cimentação foi realizada em cada espécime com um dispositivo padronizador (2,38 mm de diâmetro), com os seguintes cimentos: RelyX Unicem, 3M ESPE (St Paul, MN, USA), Multilink Automix (Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein), Maxcem Elite (Kerr Corporation, Orange, CA, USA), FujiCEM Automix (GC America, Alsip, IL, USA) (n=24). Metade dos espécimes de cada grupo foram submetidos ao teste de RC após 15 min da cimentação (n=12), e a outra metade, após 24 h (n=12) (1 mm/min). Foi observado que os cimentos RelyX Unicem e Multilink Automix obtiveram os mais altos valores de RC quando cimentados sobre a resina composta, após 24 h de cimentação ($p < 0.05$). O cimento FujiCEM demonstrou a mais baixa RC comparado aos cimentos resinosos em todos os substratos testados, independentemente do tempo em que o teste foi aplicado. Os mais altos valores de RC foram obtidos após 24 h da cimentação dos espécimes, quando comparados à RC obtida após 15 min da cimentação em todos os grupos. Em todos os grupos, a variação dos substratos alterou significativamente a RC. Os autores concluíram que, a resistência de união também pode variar dependendo do substrato escolhido para a cimentação, do tipo de cimento utilizado e do tempo decorrido entre a cimentação e a aplicação do teste de resistência.

Jongsma et al.²² (2012) avaliaram a influência do fator-C e do tipo de polimerização sobre forças coesivas de diferentes cimentos de presa dual. Foram testadas três condições: polimerização química com (fator C=0), polimerização química com (fator C=25), polimerização dual com (fator C=0). Para isso, tubos opacos de polietileno e tubos de polietileno transparentes de dimensões (20 mm x 1,8 mm), foram tratados com Clearfil SE bond (Kuraray medical, Inc., Okoyama, Japan) e preenchidos com os seguintes cimentos: DC Core Automix, (Kuraray); Panavia F 2.0 (Kuraray), Maxcem (Kerr); Multilink (Ivoclar Vivadent); Rely X Unicem (3M ESPE) (n=10). Os espécimes foram estocados em água à 37°C por 24 h, e então submetidos ao teste de micro-tração (1 mm/min). Na polimerização química com fator C=0 e com fator C=25, o cimento DC core Automix demonstrou a mais alta resistência coesiva em comparação aos demais cimentos que obtiveram desempenho estatisticamente semelhante. Na polimerização dual com fator C=0, os cimentos DC-Core Automix e Multilink apresentaram os maiores resultados de forças

coesivas e os demais cimentos obtiveram resultados estatísticos semelhantes. Os mais altos valores de resistência coesiva foram encontrados nas situações que utilizaram fator C=0 (presa dual e presa química) em comparação a situação com presa química e fator C=25. A análise em MEV mostrou que nos espécimes confeccionados com fator C=25 havia maior número de micro espaços quando comparados aos cimentos confeccionados com fator C=0 em ambas as situações. Os autores concluíram que, a presa química ou dual pode influenciar as forças coesivas dos cimentos resinosos e um valor alto para o (fator-C), pode influenciar negativamente suas propriedades físicas.

Fonseca et al.²⁰ (2012) avaliaram a eficácia de tratamentos de superfície na RC do cimento resinoso RelyX ARC à liga de NiCr. Oitenta discos de NiCr fundido foram distribuídos em 8 grupos (n=10), os quais receberam uma das seguintes associações de tratamentos de superfície: (1) Al₂O₃ 50 µm + silano; (2) Al₂O₃ 120 µm + silano; (3) Cojet Sand + silano; (4) Rocatec + silano; (5) Al₂O₃ 50 µm + primer para metal; (6) Al₂O₃ 120 µm + primer para metal; (7) Cojet Sand + primer para metal; (8) Rocatec + primer para metal. O silano e o primer para metal empregados foram, respectivamente, RelyX Ceramic Primer e Alloy Primer. Após a aplicação do cimento, os espécimes foram termociclados (5.000 ciclos) e ensaiados. Os dados foram analisados utilizando-se ANOVA-1 fator e Tukey (p<0,05). As médias de RC (MPa) foram respectivamente: 3,90±0,53^C; 5,02±0,70^B; 5,83±0,90^B; 8,18±1,43^A; 4,80±0,90^{BC}; 5,77±0,98^B; 2,45±0,36^D; 3,91±0,37^C. Todos os grupos apresentaram 100% de falha adesiva. A associação Rocatec + silano promoveu a maior RC. As partículas de maior tamanho, independentemente da sua composição química, promoveram maior RC, exceto nos grupos 5 e 6, que foram estatisticamente iguais entre si. A associação do Alloy Primer às partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica (Cojet Sand e Rocatec) influenciou negativamente a RC.

Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Em virtude das considerações realizadas anteriormente, este estudo se propôs a:

- Avaliar, por meio da resistência ao cisalhamento (RC), a eficácia de diferentes tratamentos de superfície da zircônia Y-TZP com os cimentos ionomérico (RelyX Luting 2 – 3M ESPE) e resinosos (RelyX ARC – 3M ESPE e RelyX U100 – 3M ESPE AG e Panavia F 2.0 – Kuraray Medical Inc);
- Analisar, com o uso de estereomicroscópio, o modo de fratura predominante em cada condição experimental para auxiliar no entendimento dos resultados da proposta apresentada anteriormente.
- Analisar a composição da superfície da zircônia após os jateamentos: 1) Al₂O₃ 50 µm + silano; 2) Al₂O₃ 120 µm + silano; 3) partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica de 30 µm (Rocatec Soft) + silano; 4) Al₂O₃ 120 µm + partículas de Al₂O₃ modificadas por sílica de 110 µm (Rocatec Plus) + silano e 5) Rocatec Plus + silano. através da análise de EDS.

Material e Método

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Material

Os materiais utilizados neste estudo estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Materiais Utilizados

Material	Composição	Fabricante
Zircônia	ZiO ₂	3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha
Partículas de Al ₂ O ₃ de 50 µm	Al ₂ O ₃ > 99%	Bio-Art Equip. Odontol. Ltda., São Carlos, SP, Brasil
Partículas de Al ₂ O ₃ de 120 µm	Al ₂ O ₃ > 99%	Bio-Art Equip. Odontol. Ltda., São Carlos, SP, Brasil
Rocatec Soft	Partículas de Al ₂ O ₃ modificadas por sílica de 30 µm	3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha
Rocatec Plus	Partículas de Al ₂ O ₃ modificadas por sílica de 110 µm	3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha
Silano RelyX Ceramic Primer	3-metacrilóiloxipropiltrimetoxissilano, etanol, água	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
Silano Clearfil SE Bond Primer	MDP, HEMA, dimethacrylate monomer, water, catalyst	Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan
Clearfil Porcelain Bond Activator	MPS, hydrophobic aromatic dimethacrylate	Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan
Cimento ionomérico RelyX Luting 2	ácido policarboxílico com grupos metacrilato, Bis-GMA, HEMA, partículas de zircônia e sílica, fluoroaluminossilicato de vidro	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
Cimento resinoso RelyX ARC	Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônia e sílica	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA
Cimento resinoso RelyX U100	monômeros metacrilatos modificados por grupamentos fosfatados, partículas silanizadas	3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha
Panavia F 2.0	Pasta A: MDP, DMA, silanated silica, dl-camphorquinone, others Pasta B: DMA, silanated barium glass, sodium fluoride, others	Kuraray Medical Inc, Okayama, Japan

Bis-GMA: bisfenol-A-glicidil metacrilato, TEGDMA: trietileno glicol dimetacrilato, HEMA: 2-hidroxietilmetacrilato

4.2 Método

4.2.2 Confeção dos discos de Zircônia

Foram confeccionados 240 discos de zircônia (Y-TZP) 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de espessura, com a zircônia Lava (3M ESPE). Para isto, cada bloco de zircônia pré-sinterizada foi transformado em cilindro em torno mecânico com irrigação abundante constante, a partir do qual foram obtidos, em cortadeira Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) (Figura 1), discos com dimensões cerca de 25% maiores que a medida desejada, a fim de compensar a contração de sinterização da zircônia.

Figura 1 – Obtenção dos discos de zircônia.



A seguir, os espécimes foram regularizados com lixas de carbetto de silício de granulação 600 e 1200 na presença de água e posteriormente limpos em ultrassom com água destilada durante 5 minutos. A sinterização foi realizada em forno específico do sistema Lava de acordo com as instruções do fabricante.

4.2.3 Simulação da queima da zircônia

Após a sinterização da zircônia, os espécimes foram levados ao forno AluminiPress (EDG Equipamentos e Controles Ltda., São Carlos, São Paulo,

Material e Método

Brasil) para simulação da sinterização da porcelana feldspática de revestimento VITA VM9 seguindo as recomendações de seu fabricante (Tabela 2). A simulação da queima da porcelana feldspática foi realizada para se obter a zircônia em condições que se aproximassem as condições clínicas.

Tabela 2 - Ciclo de sinterização da cerâmica feldspática VITA VM9 proposto pelo fabricante

	WASH	DENTINA 1	DENTINA 2	GLAZ E
Tempo de secagem (min.)	2	6	6	4
Temperatura inicial (°C)	500	500	500	500
Temperatura máxima (°C)	950	910	900	900
Temp. de desligamento do vácuo (°C)	950	910	900	900
Tempo de queima sem vácuo	1	1	1	1
Taxa de aquecimento (°C/min.)	55	55	55	80
Taxa de resfriamento (°C/min.)	*	*	*	

4.2.4 Tratamentos das superfícies dos discos

Posteriormente, os espécimes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos de acordo com os tratamentos de superfície: 1) Al_2O_3 50 μm + silano; 2) Al_2O_3 120 μm + silano; 3) partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica de 30 μm (Rocatec Soft) + silano; 4) Al_2O_3 120 μm + partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica de 110 μm (Rocatec Plus) + silano e 5) Rocatec Plus + silano. Os respectivos tratamentos de superfície e os cimentos utilizados no presente estudo estão descritos no (Quadro 1).

Quadro 1 - Descrição dos tratamentos de superfície e cimentos empregados

Tratamentos de superfície	Cimentos
Al ₂ O ₃ 50 µm + silano	RelyX Luting 2 cimento ionomérico modificado por resina RelyX ARC cimento resinoso não adesivo à restauração RelyX U100 cimento resinoso não adesivo à restauração, “auto-adesivo” ao dente Panavia F 2.0 Cimento resinoso não adesivo à restauração “auto-adesivo” ao dente
Al ₂ O ₃ 120 µm + silano	
Rocatec Soft (30 µm) + silano	
Al ₂ O ₃ 120 µm + Rocatec Plus (110 µm) + silano (protocolo do fabricante)	
Rocatec Plus (110 µm) + silano	

Protocolo do Fabricante: (Silanos utilizados)

RelyX Luting 2, RelyX ARC e RelyX U100 = RelyX Ceramic Primer.

Panavia F 2.0 = Clearfil SE Bond Primer/Clearfil Porcelain Bond Activator.

O jateamento foi realizado durante 10 segundos por meio de jateador (Basic Classic; Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha) com pressão 2,8 bar e distância de 10,0 mm entre a ponta do aparelho e a superfície da zircônia, mantida por meio de dispositivo padronizador (Figura 2), que também garantiu a perpendicularidade entre ambas.

Figura 2 - Dispositivo padronizador do jateamento.



Após o jateamento, os espécimes foram limpos em ultrassom com isopropanol 99% por 10 minutos.

Dois espécimes adicionais de cada grupo foram confeccionados para a análise em EDS (Espectroscopia de raio-X por dispersão em energia), para análise da composição superficial da zircônia após os diferentes jateamentos.

4.2.5 Confecção dos discos de resina

A partir de uma matriz metálica e uma tira de poliéster (Figura 3) foram obtidos 240 discos da resina composta Filtek Z350 XT (3M ESPE) nas mesmas dimensões dos discos de zircônia. Os discos de resina tiveram suas superfícies superior e duas laterais diametralmente opostas fotopolimerizadas por 40 s cada totalizando 120 s por meio de LED (Radii-Cal, SDI), com intensidade de luz de 800 mW/cm².

Figura 3 - Dispositivo metálico bi-partido para obtenção dos discos de resina



4.2.6 Aplicação dos cimentos nos discos

Para os espécimes cimentados com o Panavia F 2.0, foi utilizado o silano Clearfil SE Bond Primer (frasco 1)/Clearfil Porcelain Bond Activator (frasco 2). Uma gota de cada frasco foi misturada com pincel em um recipiente protegido da luz, deixando-se reagir, e logo em seguida o silano foi aplicado com pincel sobre a superfície da zircônia e esperou-se um 1 min para realização da cimentação.

Para os cimentos RelyX Luting 2, RelyX ARC e RelyX U100 foi utilizado o silano Clearfil Ceramic Primer (frasco único). Uma gota do silano foi dispensada

Material e Método

sobre um pote dappen e então aplicada com pincel sobre a zircônia, esperando-se 1 min para realização da cimentação.

O cimento ionomérico RelyX Luting 2 e os cimentos resinosos RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F 2.0, os quais possuem dois componentes (pasta-pasta), foram proporcionados em massa (0,020 g de cada pasta) em balança de precisão (modelo BG 440; Ind. e Com. Eletro-Eletrônica Gehaka Ltda., São Paulo, SP, Brasil) e espatulados respeitando-se o tempo de espatulação de cada cimento (20, 10, 20 e 20 segundos, respectivamente), antes de serem aplicados sobre os espécimes.

Para a aplicação dos cimentos na área adesiva, os discos foram posicionados sobre um dispositivo metálico de cimentação (Figura 4) com três hastes verticais, que serviam para alinhar os discos de zircônia e resina durante a cimentação.

Figura 4 - Dispositivo de cimentação.



Após a inserção dos cimentos, os excessos foram removidos através de micro-brush e padronizou-se a pressão com carga de 1 kg/f (Figura 5). Os cimentos resinosos foram fotopolimerizados em três direções equidistantes por 40 s em cada posição. Para o cimento ionomérico RelyX Luting 2, que tem presa química, foi aguardado um tempo de 4 min para a presa do material.

Figura 5 - Padronização da cimentação dos discos de zircônia.



Os espécimes cimentados eram então retirados do dispositivo de cimentação e armazenados em frascos escuros em meio seco, em estufa à 37°C por 6 dias, para então serem submetidos a ciclagem térmica em máquina de simulação de ciclos térmicos (modelo MSCT-3, Elquip, São Carlos, SP, Brasil) em água destilada (10.000 ciclos - 5 e 55°C e tempo de imersão de (30 s/banho).

Após a ciclagem os espécimes foram armazenados em água destilada por 24 horas em estufa à 37°C, para então serem submetidos ao ensaio de cisalhamento, em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL2000; EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil), com célula de carga de 1 kN e velocidade do atuador de 0,5 mm/min, empregando-se o método descrito por Fawzy, El-Askary¹⁹. Para isso, foi confeccionado um dispositivo metálico para o teste de cisalhamento (Figura 6, 7 e 8).

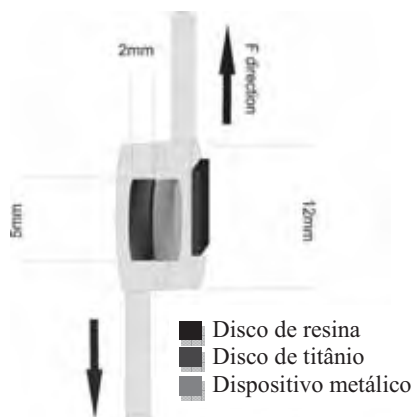
Figura 6 - Dispositivo segundo Fawzy & El-Askary³⁴

Figura 7 - Esquema do dispositivo de RC.

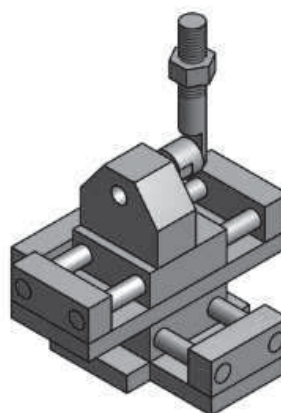


Figura 8 - Dispositivo confeccionado para o teste de RC.



O dispositivo para o teste de RC possui duas mesas móveis sobrepostas e que permitem a movimentação por deslizamento nos eixos x (esquerda-direita) e z (frente-traz). O espécime cimentado foi fixado nesse dispositivo através de pinça em forma de anel metálico que apreendia somente o disco de zircônia, deixando-se a interface de cimentação visível. O parafuso do dispositivo era fixado na célula de carga da EMIC, permitindo a movimentação em y (subir-descer) e se encaixava passivamente sobre o disco de resina sem encostar-se à pinça metálica. A padronização da distância entre a pinça metálica e o parafuso fixado na célula de carga foi realizada com lâmina de metal de espessura 0,6 mm, de modo que sempre a superfície de cimentação fosse visível pelo experimentador antes do teste. Além disso, todo o conjunto era fixado por parafusos laterais que apreendiam as mesas e o dispositivo, não havendo interferências com

movimentações durante o teste. Os dados de resistência ao cisalhamento foram obtidos em MPa.

4.2.7 Análise da fratura

Após o ensaio mecânico, a superfície dos espécimes foi observada em estereomicroscópio (modelo M80; Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça) com aumento de 20 vezes, tendo sido as imagens capturadas pelo programa de computador Leica Application Suite EZ (Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça), e analisadas e classificadas por um único observador calibrado como adesiva, coesiva ou mista.

Para esta classificação, a área adesiva foi dividida em quadrantes³⁷ e em cada um deles foi observado o modo de fratura predominante. A fratura foi classificada como adesiva ou coesiva caso um desses modos de fratura predomine em três ou mais quadrantes, e classificada como mista, caso dois quadrantes apresentem falha adesiva e os outros dois, falha coesiva.

A análise qualitativa dos elementos presentes na superfície da zircônia após as diferentes condições de jateamento foi realizada em (MEV) dotado de espectroscópio de energia dispersiva (EDS). Serão Confeccionados 02 espécimes para cada condição de jateamento.

4.2.8 Análise Estatística

Os resultados de resistência ao cisalhamento foram tabulados e submetidos à análise estatística de acordo com as análises prévias de normalidade e homocedasticidade. Foi empregado o programa estatístico SPSS

19.0 (Statistical Package for Statistical Science Inc., Chicago, IL, EUA) e adotado nível de significância de 5%.

Quanto à composição superficial da zircônia após as diferentes condições de jateamento, foram apenas obtidos os valores percentuais dos compostos presentes na superfície, sem submissão dos dados à análise estatística.

Resultado

5 RESULTADO

Todos os espécimes cimentados com o cimento RelyX Luting 2 falharam espontaneamente durante a termociclagem.

Os resultados da ANOVA 2 fatores (Tabela 2) indicaram diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos de superfície ($P<0,001$), entre os cimentos ($P<0,001$) e para a interação tratamento de superfície x cimento ($P<0,001$).

Tabela 2 - ANOVA 2 fatores

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Quadrados médios	F	P
Tratamento de superfície	326.873	4	81.718	11.009	<.001
Cimento	162.461	2	81.231	10.943	<.001
Tratamento de superfície x Cimento	382.256	8	47.782	6.437	<.001
Resíduo	1224.773	165	7.423		
Variação total	2096.363	179			

Na Tabela 3, baseada nos dados originais, estão apresentadas as médias, desvios-padrão ($\pm$) e os grupamentos estatísticos da RC, apontados pelo teste de Tukey.

Tabela 3 - Médias (MPa), desvios-padrão ($\pm$) e grupamentos estatísticos da RC

Tratamentos de Superfície	Cimentos		
	RelyX ARC	RelyX U100	Panavia F
50 μm Al_2O_3 + silano	7.69 (2.58) Ca	11.50 (1.85) ABa	10.77 (2.45) Aa
120 μm Al_2O_3 + silano	8.40 (3.53) Ca	10.82 (3.23) Ba	10.78 (1.77) Aa
Rocatec Soft + silano	14.91 (2.97) Aa	11.99 (3.02) ABab	10.10 (2.48) Ab
Rocatec Plus + silano	13.82 (2.93) ABab	15.21(2.55) Aa	11.16 (2.14) Ab
120 μm Al_2O_3 + Rocatec Plus + silano	10.04 (2.91) BCb	14.91 (2.47) Aa	11.10 (3.29) Aab

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

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

*Para o cimento RelyX Luting 2, todos os grupos falharam espontaneamente.

Os valores originais das médias, desvio-padrão e coeficientes de variação de cada grupo podem ser visualizados no apêndice.

Para o cimento RelyX ARC, o jateamento com Rocatec Soft e Rocatec Plus promoveu o maior valor de RC. No cimento RelyX U100, com exceção do grupo jateado com partículas de Al_2O_3 de 120 μm seguido de silano, e Panavia F, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos de superfície. Os grupos cimentados com RelyX Luting 2 falharam espontaneamente. Independentemente do cimento avaliado, não houve diferença estatisticamente significativa entre o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e 120 μm e entre o Rocatec Soft (30 μm) e Rocatec Plus (110 μm). Em todos os cimentos, os grupos tratados com partículas de Al_2O_3 de 120 μm + Rocatec Plus promoveram valores de RC estatisticamente semelhantes aos dos grupos jateados apenas com Rocatec Plus.

Nos grupos jateados com partículas de Al_2O_3 (50 μm e 120 μm), não houve diferença estatisticamente significativa entre os cimentos, enquanto naqueles jateados com Rocatec Soft e Rocatec Plus, o cimento Panavia F promoveu o

menor valor de RC. O cimento RelyX ARC apresentou a menor RC entre os grupos jateados com partículas de Al_2O_3 de 120 μm + Rocatec Plus.

O modo de fratura foi predominantemente adesiva para todos os cimentos. A análise de EDS revelou concentrações/picos dos elementos químicos C, O, Al e Zr para o jateamento com partículas de Al_2O_3 de tamanho entre 50 μm e 120 μm (Figuras 9 a 10).

Figura 9 - Jateamento com partículas de Al_2O_3 (50 μm).

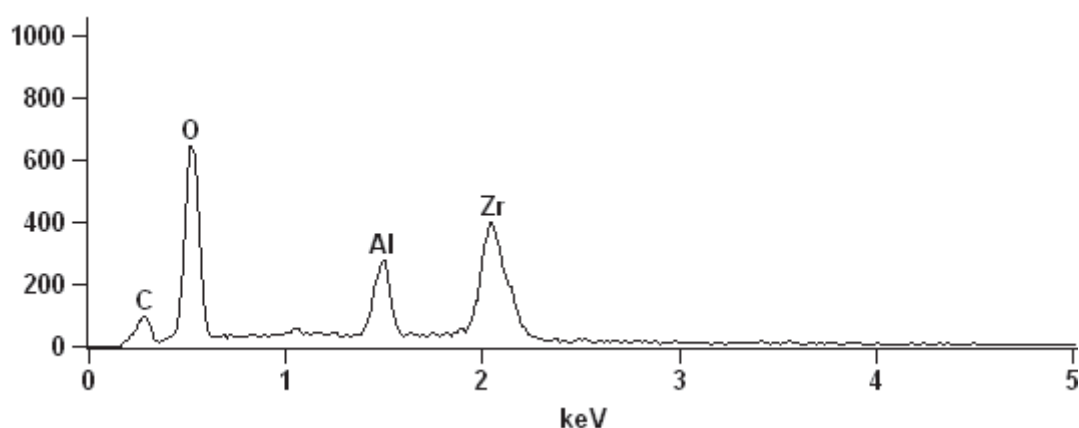
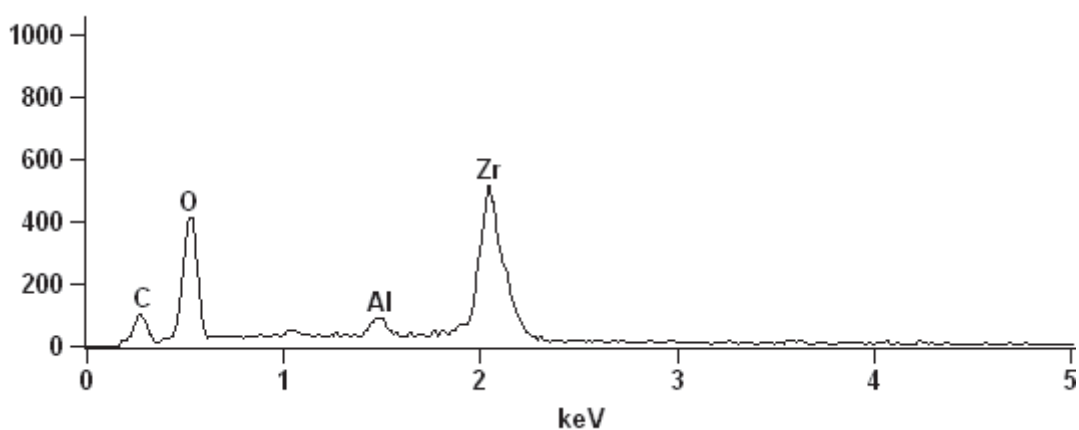


Figura 10 - Jateamento com partículas de Al_2O_3 (110 μm).



Para as condições de jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica foi observada concentrações/picos dos elementos químicos C, O, Al, Zr e Si . (Figuras 11 a 13)

Figura 11 - Jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (30 μm)

(Rocatec Soft)

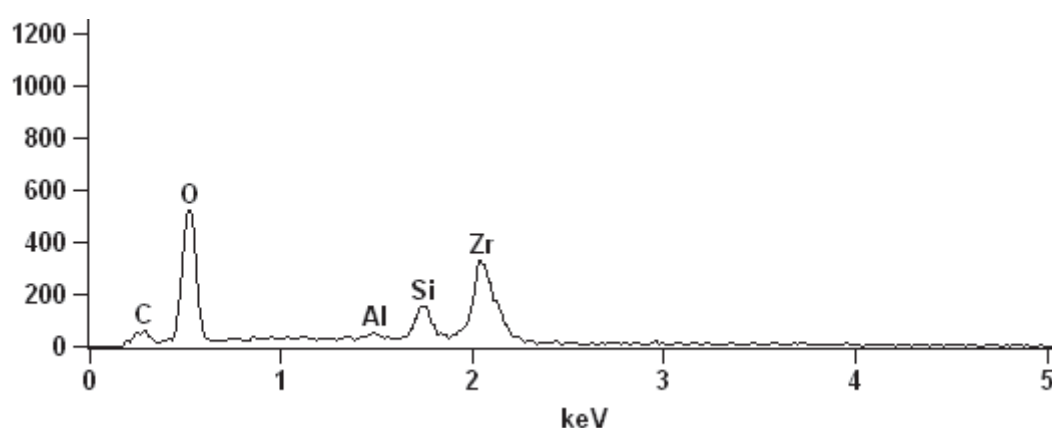


Figura 12 - Jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica (110 μm)

(Rocatec Plus).

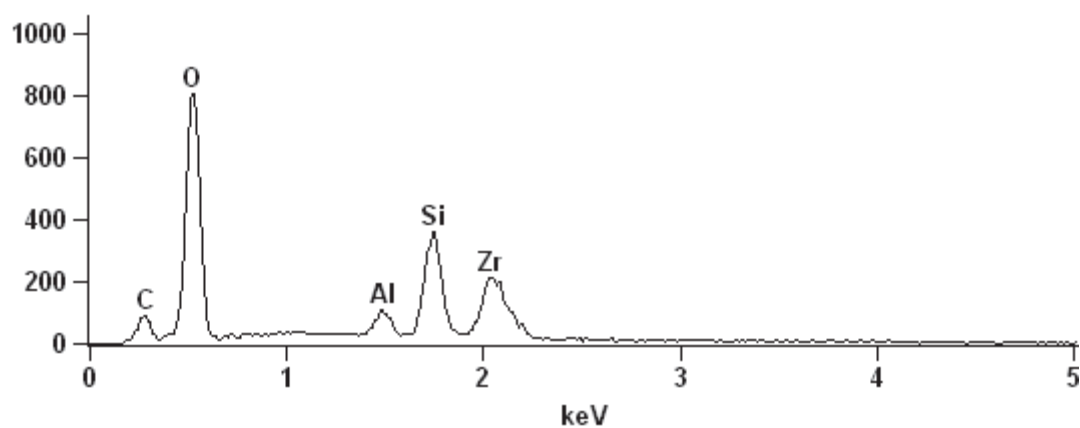
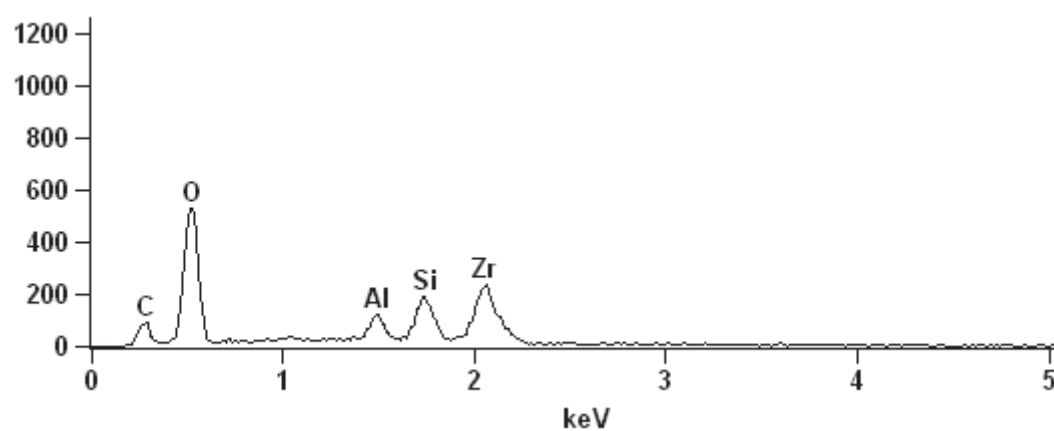


Figura 13 - Jateamento com partículas de Al_2O_3 (120 μm) mais (Rocatec Plus)



Discussão

6 DISCUSSÃO

O presente estudo teve como objetivo avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento (RC) da união do cimento ionomérico RelyX Luting 2 e dos cimentos resinosos RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F à zircônia. Para isso, empregou-se o jateamento com partículas de Al_2O_3 convencionais (50 μm e 120 μm) e modificadas por sílica (Rocatec Soft - 30 μm e Rocatec Plus - 110 μm) seguido da aplicação de silano.

Para o cimento RelyX ARC, o jateamento com Rocatec Soft e Rocatec Plus em associação ao silano promoveram a maior RC. Blatz et al.⁸ também observaram que o jateamento com Rocatec Soft apresentou maiores valores de RC quando comparado ao jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm . Nos grupos cimentados com os cimentos resinosos RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F 2.0, além da retenção micromecânica promovida pelo jateamento e a reação química entre o silano (porção silicofuncional – (grupos alcoxi hidrolisáveis) e os monômeros resinosos destes cimentos, duas reações químicas adicionais ocorre, dependendo da condição do jateamento. Nos grupos jateados com partículas de Al_2O_3 , há uma reação química entre o silano e a alumina^{3, 32} depositada na superfície da zircônia, enquanto naqueles jateados com os sistemas triboquímicos (partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica), entre o silano e a camada de sílica da superfície^{3, 32, 16}, resultante do jateamento. Essa última reação (silano-sílica) é mais forte e hidroliticamente estável do que aquela estabelecida entre o silano e a alumina^{3, 32, ..} Este fato explica os melhores resultados obtidos nos grupos exclusivamente tratados com os sistemas triboquímicos (Rocatec Soft e Rocatec Plus). Além disso, diferentemente dos cimentos RelyX U100 e Panavia F, o RelyX ARC não possui grupamentos de ácido fosfórico ou monômeros funcionais adesivos capazes de estabelecer união química com óxidos^{15, 21, 35} e radicais hidroxilas (OH-)^{28, 35} na superfície da zircônia, o que torna o mecanismo de união química exclusivamente dependente do sistema triboquímico. Ainda para o RelyX ARC, essas explicações podem também ser consideradas para justificar a posição intermediária do grupo jateado com partículas de Al_2O_3 de 120 μm + Rocatec Plus em relação aos demais

tratamentos de superfície, bem como o menor valor de RC entre os cimentos. A análise de EDS revelou que, para os grupos jateados somente com partículas de Al_2O_3 , a superfície da zircônia apresentou os elementos químicos C, O, Al e Zr. No entanto, quando a zircônia foi silicatizada, sua superfície mostrou os elementos químicos C, O, Al, Si e Zr. Esses resultados estão de acordo com os estudos de ^{4, 30, 11}.

A igualdade estatística observada entre os tratamentos de superfície para os cimentos RelyX U100 (com exceção do grupo jateado com partículas de Al_2O_3 120 μm) e Panavia F pode estar relacionada à sua composição. Para o RelyX ARC, a reação química entre o silano e a sílica determinou o maior valor de RC, enquanto os grupamentos de ácido fosfórico presentes na matriz orgânica do cimento RelyX U100, bem como o monômero adesivo MDP do Panavia F parecem ter tido um papel mais significativo do que as reações químicas discutidas anteriormente para o RelyX ARC. De acordo com Yang et al.⁵⁶ e Blatz et al.⁹ os grupamentos de ácido fosfórico e os monômeros funcionais, como o MDP, têm a capacidade de estabelecer união química com óxidos metálicos presentes na superfície da zircônia, bem como de promover forças de Van der Waals ou pontes de hidrogênio na interface zircônia/cimento. Subaşı e Inan⁴⁹ também não observaram diferença estatisticamente significativa entre o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm e com Cojet Sand para o cimento Panavia F. Além da união química, a retenção micromecânica promovida pelo jateamento é indispensável para adequada resistência de união na interface zircônia/cimento. Segundo Yang et al.⁵⁶, o efeito de limpeza e o aumento da energia de superfície resultantes do jateamento são necessários para promover união química. Com relação ao cimento RelyX Luting 2, as falhas ocorridas espontaneamente indicam sua baixa capacidade de união à zircônia, independentemente dos tratamentos de superfície avaliados no presente estudo. Attia et al.⁶ observou o mesmo comportamento, após termociclagem, para o cimento inomérico modificado por resina Ketac Cem Plus quando associado ao jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm + Cojet Sand seguido ou não do silano ESPE Sil. O autor ⁶ atribuiu esse resultado às baixas propriedades mecânicas do Ketac Cem Plus, o que o torna menos resistente às condições de envelhecimento. Além disso, Attia⁶ também comentou que a incompatibilidade

entre o coeficiente de expansão térmica dos materiais (zircônia, cimento e resina composta) poderia resultar em tensão adicional durante a termociclagem. Kim et al.²⁸ também constataram que o cimento ionomérico modificado por resina Ionotite F não apresentou união à zircônia após termociclagem. De acordo com esses autores²⁸, o monômero HEMA presente na composição dos cimentos ionoméricos modificados por resina pode se unir à zircônia devido à presença de radicais hidroxilas na superfície desse substrato. No entanto, esse monômero metacrilato é hidrofílico e tende a absorver água, o que pode prejudicar a união dos cimentos ionoméricos modificados por resina à zircônia. Sabatini et al.⁴⁷ verificaram que quando a zircônia foi jateada com partículas de Al_2O_3 de 50 μm , o cimento ionomérico modificado por resina FujiCEM Automix promoveu o menor valor de RC (4,4 MPa) quando comparado ao RelyX Unicem (16,6 MPa), Maxcem Elite (16,5 MPa) e Multilink Automix (8,7 MPa).

Independentemente do cimento avaliado, não houve diferença estatisticamente significativa entre o jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e 120 μm e entre o Rocatec Soft (30 μm) e Rocatec Plus (110 μm). Segundo Ozcan et al.³⁸, o jateamento com partículas maiores promoveria maior rugosidade superficial e, conseqüentemente, maior retenção micromecânica. De acordo com essa consideração, no presente estudo, era esperado encontrar diferentes valores de RC, o que não foi observado. No entanto, alguns autores^{42, 54, 53, 3} observaram resultados similares ao desse estudo. Phark et al.⁴² e Valentino et al.⁵⁴ ao avaliarem a resistência de união entre zircônia e os cimentos Panavia F e Enforce, respectivamente, observaram valores de RC estatisticamente semelhantes entre os grupos jateados com partículas de Al_2O_3 de 50 μm e 110 μm . Uo et al.⁵³ constataram comportamento semelhante entre partículas de Al_2O_3 de 70 μm e partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica de 125 μm , enquanto Subaşı e Inan⁴⁹, entre partículas de Al_2O_3 de 110 μm e Cojet Sand (30 μm). Já quanto às partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica, Amaral et al.³ não observaram diferença estatisticamente significativa na resistência à microtração entre Panavia F e In-Ceram Zirconia após o jateamento com Rocatec Soft e Rocatec Plus. Com relação à realização ou não do jateamento com partículas de Al_2O_3 de 110 μm previamente ao Rocatec Plus, estudos que tenham comparado essas duas condições de tratamento de superfície não foram encontrados na literatura. No

presente estudo, foi observado que o jateamento adicional com partículas de Al_2O_3 recomendado pelo fabricante não foi necessário, independentemente do cimento utilizado.

Nos grupos jateados com partículas de Al_2O_3 (50 μm e 120 μm), não houve diferença estatisticamente significativa entre os cimentos. Como já discutido anteriormente, o RelyX ARC está em desvantagem em relação aos outros cimentos, uma vez que não apresenta em sua composição nenhum monômero adesivo para estabelecer união química com a superfície da zircônia. Portanto, para justificar sua igualdade estatística em comparação ao RelyX U100 e Panavia F, pode-se considerar que sua capacidade de unir-se mecanicamente ao substrato parece ter compensado sua limitada composição. Schneider et al.⁴⁸ e Phark et al.⁴² comentaram que o RelyX ARC apresenta menor viscosidade do que o Panavia F e, conseqüentemente, maior capacidade de escoamento e imbricação nas retenções micromecânicas do substrato jateado. Uma outra possível explicação baseia-se na resistência mecânica (coesiva) dos cimentos estudados. Pace et al.³⁹ observaram que o RelyX ARC exibiu resistência flexural significativamente maior do que o Panavia F. No estudo de Piwowarczyk et al.⁴⁴, o RelyX ARC apresentou maiores resistências à flexão e compressão quando comparado ao RelyX Unicem, o qual possui composição semelhante ao RelyX U100. Por outro lado, a igualdade estatística observada entre o RelyX U100 e o Panavia F pode ser atribuída à ação, respectivamente, dos grupamentos de ácido fosfórico/monômero adesivo MDP, bem como às suas semelhantes resistências coesivas²². Portanto, apesar da predominância de falha adesiva observada para os três cimentos, diferentes mecanismos de união prevaleceram em cada um deles: a união química para o RelyX U100 e o Panavia F, e a retenção micromecânica para o RelyX ARC. De acordo com Attia⁵ diferenças na composição química, capacidade de molhamento, viscosidade e propriedades mecânicas dos cimentos podem influenciar sua capacidade de união à zircônia.

Na comparação entre os grupos jateados com os sistemas triboquímicos, o Panavia F apresentou comportamento menos favorável quando comparado aos demais cimentos. Nos grupos cimentados com Panavia F, duas reações químicas principais podem ocorrer: 1) entre o silano (Clearfil Porcelain Bond Activator) e a sílica^{16; 21}, a qual é tão eficaz quanto a reação entre o MDP e a alumina^{3, 35, 15}, e

2) entre o monômero adesivo MDP (presente no Clearfil SE Bond Primer e no Panavia F) e a sílica. No estudo de Chen et al.¹⁶, a resistência à microtração da interface zircônia silicatizada/Panavia F foi significativamente menor com o ED Primer II (contém MDP) do que com o RelyX Ceramic Primer, tanto às 24 horas quanto após 30 dias de armazenamento em água. Qeblawi et al.⁴⁵ observaram que a resistência de união entre a zircônia silicatizada e o cimento resinoso Multilink foi significativamente menor quando o substrato foi tratado com o Metal Zirconia Primer (possui MDP) ao invés de silano. Por sua vez, Passos et al.⁴¹ verificaram que a associação Cojet Sand (sílica)/silano apresentou valores de RC significativamente maiores para o cimento Variolink II (não possui MDP) do que para o Panavia F. Um outro estudo²⁰ constatou redução significativa de RC entre liga de níquel-cromo e RelyX ARC quando a silicatização do substrato metálico foi associada ao MDP ao invés de silano. No entanto, há também estudos que mostram comportamento^{6, 8} ou mesmo melhor^{21, 35, 50}, indicando que o uso da silicatização superficial seguida do monômero MDP pode ser um método vantajoso para melhorar a resistência de união. Considerando esses resultados controversos, essa associação de tratamentos de superfície deve ser utilizada com cautela. Embora o Panavia F tenha apresentado comportamento menos favorável em comparação ao RelyX U100 e RelyX ARC, todos os cimentos mostraram falhas predominantemente adesivas, indicando que suas resistências coesivas superaram suas capacidades adesivas.

O presente estudo identificou maior eficácia de determinadas combinações (tratamentos de superfície e cimentos) sobre outras. No entanto, estudos adicionais, que avaliem a influência do armazenamento em água a longo prazo e do envelhecimento mecânico na interface zircônia/cimento, são essenciais para simular mais fielmente o ambiente da cavidade oral. Dessa maneira, pode-se alcançar resultados mais reais e, conseqüentemente, indicar com maior precisão as combinações entre tratamentos de superfície e cimentos avaliadas.

Conclusão

7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos nas condições experimentais deste estudo, pôde-se concluir que:

1. O tamanho da partícula não influenciou a RC dos grupos jateados exclusivamente com partículas de Al_2O_3 ou com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica.
2. O cimento não influenciou a RC quando o jateamento foi realizado exclusivamente com partículas de Al_2O_3 .
3. Os cimentos RelyX ARC e Panavia F foram respectivamente, o mais e o menos beneficiado pelo jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por sílica.
4. O jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm antes da aplicação do sistema Rocatec Plus é dispensável.
5. As falhas foram exclusivamente adesivas para todos os espécimes.
6. A análise em EDS demonstrou concentrações/picos dos elementos químicos C, O, Al, Zr para os grupos jateados com partículas de Al_2O_3 e concentrações/picos dos elementos químicos C, O, Al, Zr, e Si para os grupos jateados com partículas de Al_2O_3 revestidas por sílica.

Referências

REFERÊNCIAS*

1. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan C. Bonding to zirconia using a new surface treatment. *J Prosthodont*. 2010; 19(5): 340-6.
2. Akin H, Ozkurt Z, Kirmali O, Kazazoglu E, Ozdemir AK. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomed Laser Surg*. 2011; 29(12): 797-802.
3. Amaral R, Ozcan M, Valandro LF, Balducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008; 85(1): 1-9.
4. 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.
5. Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2011;27:207-13.
6. Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci*. 2011; 19(3): 388-95.
7. Bertolotti RL. Adhesion to porcelain and metal. *Dent Clin North Am*. 2007; 51(2): 433-51.
8. Blatz M, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*. 2007; 38(9): 745-53.
9. Blatz MB, Phark J, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Invest*. 2010; 14(2): 187-92.
10. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent*. 2009; 37(11): 891-7.

*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

11. Cattani Lorente M, Scherrer SS, Richard J, Demellayer R, Amez-Droz M, Wiskott HW. Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet™ Sand. *Dent Mater*. 2010; 26(11): 1035-42.
12. Cavalcanti NA, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M et al. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg*. 2009; 27(3): 473-9.
13. Cavalcanti NA, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent*. 2009; 34(3): 280-7.
14. Chai J, Chu FC, Chow TW. Effect of surface treatment on shear bond strength of zirconia to human dentin. *J Prosthodont*. 2011; 20(3): 173-9.
15. Chen L, Suh BI, Kim J, Tay FR. Evaluation of silica-coating techniques for zirconia bonding. *Am J Dent* 2011; 24(3): 79-84.
16. 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.
17. Cobb DS, Vargas MA, Fridrich TA, Bouschlicher MR. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. *Oper Dent*. 2000; 25(5): 427-33.
18. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34(3): 195-206.
19. Fawzy AS, El-Askary FS. Effect acidic and alkaline/heat treatments on the bond strength of different luting cements to commercially pure titanium. *J Dent*. 2009; 37(4): 255-63.
20. Fonseca RG, Martins SB, Abi-Rached FO, Cruz CAS. Effect of different airborne-particle abrasion/bonding agent combinations on the bond strength of a resin cement to a base metal alloy. *J Prosthet Dent*. 2012; 108(5): 316-23.

-
21. Inokoshi M, Kameyama A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. *J Dent*. 2012; 41(2): 170-9.
 22. Jongsma LA, Kleverlaan CJ, Pallav P, Feilzer AJ. Influence of polymerization mode and C-factor on cohesive strength of dual-cured resin cements. *Dent Mater*. 2012; 28(7): 722-8.
 23. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. 2009; 91(2): 930-7.
 24. Kern M, Thompson VP. Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure titanium. *J Dent*. 1994; 22(5): 300-6.
 25. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998; 14(1): 64-71.
 26. Kern M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. *J Adhes Sci Technol*. 2009; 23(11): 1097-111.
 27. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009; 88: 817-22.
 28. Kim MJ, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. *J Dent*. 2011; 39(9): 795-803.
 29. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010; 26(5): 426-32.
 30. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent* 2006; 31(2): 248-55.
 31. Magne P, Paranhos MPG, Burnett LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010; 26(4): 345-52.
 32. Matinlinna JP, Vallittu PK. Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *J Contemp Dent Pract*. 2007; 8(2): 1-8.
 33. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater*. 2011; 27(3): 273-80.

-
34. McLean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cements. I. Formulations and properties. *Aust Dent J.* 1977; 22(1): 31-6.
 35. Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig.* 2009; 13(2): 229-35.
 36. Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater.* 2009; 25(2): 172-9.
 37. Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osoria E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater.* 2009; 25(3): 392-9.
 38. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J.* 2008; 27(1): 99-104.
 39. Pace LL, Hummel SK, Marker VA, Bolouri A. Comparison of the flexural strength of five adhesive resin cements. *J Prosthodont.* 2007; 16(1): 18-24.
 40. Papadopoulos T, Tsetsekou A, Eliades G. Effect of aluminium oxide sandblasting on cast commercially pure titanium surfaces. *Eur J Prosthodont Rest Dent.* 1999;7:15-21.
 41. Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Oper Dent.* 2010; 35(6): 689-96.
 42. Phark J, Duarte S, 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
 43. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater.* 2009; 25(9): 1116-21.
 44. Piwowarczyk A, Lauer HC. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent.* 2003; 28(5): 535-42.

-
45. Qeblawi DM, Munoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010; 103(4): 210-20.
 46. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998; 80(3): 280-301.
 47. Sabatini C, Patel M, D'Silva E. In vitro shear bond strength of three self-adhesive resin cements and a resin-modified glass ionomer cement to various prosthodontic substrates. *Oper Dent*. 2012; 38(2): 186-96
 48. Schneider R, de Goes MF, Henriques GE, Chan DC. Tensile bond strength of dual curing resin-based cements to commercially pure titanium. *Dent Mater*. 2007; 23(1): 81-7.
 49. Subaşı MG, Inan O. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci* 2012 [Epub ahead of print].
 50. Takeushi K, Fujishima A, Manabe A, Kuriyama S, Hotta Y, Tamaki Y, et al. Combination treatment of tribochemical treatment and phosphoric acid ester monomer of zirconia ceramics enhances the bonding durability of resin-based luting cements. *Dent Mater J*. 2010; 29(3): 316-23.
 51. 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(1): 71-82.
 52. Tsuchimoto Y, Yoshida Y, Takeuchi M, Mine A, Yatani H, Tagawa Y et al. Effect of surface pre-treatment on durability of resin-based cements bonded to titanium. *Dent Mater*. 2006; 22(6): 545-52.
 53. Uo M, Sjogren G, Sundh A, Goto M, Watari F, Bergman M. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. *Dent Mater J*. 2006; 25(3): 626-31.
 54. Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JA, Correr-Sobrinho L. Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength. *Oper Dent*. 2012; 37(2): 181-7.
 55. Yang B, Wolfart S, Scharnberg M, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Influence of contamination on zirconia ceramic bonding. *J Dent Res* 2007; 86(8): 749-53.

56. 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.
57. Yun J, Ha S, Lee J, Kim S. 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 RC (MPa) entre RelyX ARC e zircônia.

	Al₂O₃ 50 µm + silano	Al₂O₃ 120 µm + silano	Rocatec Soft (30 µm) + silano	Rocatec Plus (110 µm) + silano	Al₂O₃ 120 µm + Rocatec Plus + silano
1	0,7	3,81	0,94	3,6	10,76
2	0,93	3,98	1,91	3,93	11,18
3	1,81	5,09	2,63	4,1	11,97
4	3,54	5,54	3,08	5,01	12,82
5	5,14	6,83	3,4	8,26	14,14
6	5,26	7,53	5,31	8,36	14,5
7	6,8	8,52	6,71	9,4	14,55
8	6,88	9,82	6,95	10,3	16,14
9	7,66	10,06	7,61	10,43	16,8
10	8,73	10,22	8,3	10,93	17,67
11	9,3	10,42	9,7	12,32	18,09
12	9,82	10,42	10,74	14,2	20,33
Média	5,55	7,69	5,61	8,40	14,91
DP	3,21	2,58	3,21	3,53	2,97
CV	57,86	33,54	57,18	42,02	19,94

Tabela 1B - Valores originais, médias, desvios-padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) da RC (MPa) entre RelyX U100 e zircônia.

	Al₂O₃ 50 µm + silano	Al₂O₃ 120 µm + silano	Rocatec Soft (30 µm) + silano	Rocatec Plus (110 µm) + silano	Al₂O₃ 120 µm + Rocatec Plus + silano
1	8,77	8,87	6,09	4,99	7,75
2	9,43	9,72	7,18	5,32	8,24
3	9,55	10,24	8,01	8,39	8,3
4	9,81	10,3	8,22	9,82	9,85
5	9,86	10,84	9,26	10,44	10,53
6	9,94	11,09	9,78	11,36	11,39
7	10,2	11,12	12,49	11,47	12,52
8	10,37	12	12,5	12,27	14,36
9	10,72	12,1	14,27	13,12	15,02
10	10,74	12,52	15,76	13,5	15,18
11	10,83	13,43	16,28	14,56	15,26
12	11,8	15,77	17,06	14,61	15,43
Média	10,17	11,50	11,41	10,82	11,99
DP	0,79	1,85	3,82	3,23	3,02
CV	7,81	16,05	33,46	29,87	25,22

Tabela 1C - Valores originais, médias, desvios-padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) da RC (MPa) entre Panavia F 2.0 e zircônia.

	Al₂O₃ 50 µm + silano	Al₂O₃ 120 µm + silano	Rocatec Soft (30 µm) + silano	Rocatec Plus (110 µm) + silano	Al₂O₃ 120 µm + Rocatec Plus + silano
1	7,64	5,87	6,46	8	5,97
2	7,76	7,28	7,11	9,17	7,63
3	8,72	8,76	7,37	9,45	8,32
4	9,31	10,13	7,8	9,57	8,45
5	9,49	10,25	8,22	10,27	9,22
6	9,76	11,08	9,49	10,78	9,53
7	9,98	11,41	11,75	10,99	10,12
8	10,37	11,96	11,98	11,26	10,47
9	10,84	12,4	12,43	11,52	11,02
10	11,49	13,12	12,51	11,55	12,45
11	11,53	13,2	12,57	11,79	13,54
12	11,58	13,76	13,79	15,04	14,45
Média	9,87	10,77	10,12	10,78	10,10
DP	1,37	2,45	2,63	1,77	2,48
CV	13,90	22,72	25,97	16,40	24,52

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

Araraquara, 08 de março de 2013.

PLÍNIO SCIASCI