



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

**MARÍLIA PIVETTA RIPPE**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E DO  
TIPO DE CIMENTO NA RETENÇÃO DE COROAS YTZP**

2013

**MARÍLIA PIVETTA RIPPE**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E DO TIPO DE  
CIMENTO NA RETENÇÃO DE COROAS YTZP**

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

Orientador: Prof. Marco Antonio Bottino

Co-orientador: Prof. Luiz Felipe Valandro

São José dos Campos

2013

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Marco Antonio Bottino** (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos

UNESP – Univ Estadual Paulista

**Prof. Dr. Paulo Francisco César**

Faculdade de Odontologia

Universidade de São Paulo - USP

**Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante**

Faculdade de Odontologia de Bauru

Universidade de São Paulo - USP

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>.Renata Marques de Melo Marinho**

Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos

UNESP – Univ Estadual Paulista

**Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges**

Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos

UNESP – Univ Estadual Paulista

São José dos Campos, 28 de novembro de 2013.

## DEDICATÓRIA

Dedico minha tese aos meus pais, Ari e Solanje, por me incentivarem a querer sempre mais com dignidade, por não medirem esforços para me dar todas as condições emocionais e financeiras para que eu pudesse crescer mais como pessoa e profissionalmente. Agradeço por todo o incentivo, pelo carinho, conselhos, consolo, amor e dedicação. Por sempre se fazerem presentes apesar da distância, me ajudando a suportar a saudade, facilitando a minha vida e me oferecendo todo o suporte para que eu alcançasse os meus objetivos. Por serem minhas referências de conduta, minha base emocional. Sem vocês eu não teria conseguido, amo muito vocês!

Ao meu irmão Eduardo, pelo incentivo, pelos conselhos e carinho. Por se preocupar com o meu bem-estar, e com as compras das minhas passagens de volta para casa. Pela atenção e dedicação com os nossos pais, me “substituindo” durante todo o tempo da minha ausência.

Ao meu noivo João Paulo, por despertar em mim a vontade de buscar o conhecimento, das mais diversas formas. Por todo o incentivo para que eu siga a carreira acadêmica. Por ter me apoiado e incentivado durante o período do sanduíche e pelo suporte emocional. Por todos os conselhos e ponderações, consolo, por me ouvir, por entender o motivo das minhas ausências e por tornar meus momentos de lazer mais felizes.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente à Deus, por guiar a minha vida sempre pelo caminho mais correto e honesto, através de pessoas e oportunidades que me ajudaram a crescer.

À UNESP - Univ Estadual Paulista, na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Prof. Carlos Augusto Pavanelli e do vice-diretor Prof. Estevao Tomomitsu Kimpara.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa da coordenadora Prof<sup>a</sup>. Marcia Carneiro Valera.

À CAPES pela concessão da bolsa durante o primeiro ano de doutorado.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão do Auxílio à Pesquisa que possibilitou a aquisição dos materiais necessários para a realização deste trabalho, pela bolsa a partir do segundo ano de doutorado regular e pela bolsa BEPE do doutorado sanduíche.

Ao meu orientador Prof. Marco Antonio Bottino, agradeço por ter me acolhido na UNESP de São José dos Campos, por ter acreditado em mim e por ter me aceitado como orientada. Agradeço por todo incentivo para vir para São José, me mostrando que aqui eu poderia aprender coisas diferentes de maneiras diferentes, o que me trouxe boas oportunidades de crescer. Agradeço pelo incentivo para que eu fosse

para o sanduíche, e por ter me proporcionado a oportunidade de conhecer uma universidade e professores no exterior. Agradeço por sempre estar disponível para tudo o que foi preciso, material, pedido de bolsa, documentos, prazos, enfim sempre aceitando o que eu julgava ser melhor para mim e se preocupando com o meu futuro. Pelos ensinamentos éticos, pelas críticas construtivas, paciência e pela amizade. Enfim, me sinto privilegiada de ter sido sua orientada neste doutorado e espero não perder o contato.

Ao meu co-orientador, Professor Luiz Felipe Valandro, agradeço pelo incentivo para que eu fizesse o doutorado em São José dos Campos, me mostrando que talvez aqui eu tivesse mais oportunidades de crescer tanto como pessoa, saindo da minha zona de conforto, como intelectualmente. Por ter me proporcionado a oportunidade de conhecer uma universidade e professores no exterior, durante o sanduíche, me ajudando a crescer como pessoa e culturalmente, abrindo os meus horizontes em vários sentidos. Pelos ensinamentos éticos, técnicos, intelectuais, pelas críticas construtivas, paciência e pela amizade. Enfim, me sinto privilegiada de ter sido sua co-orientada neste doutorado.

Ao professor Paulo Francisco César, pela ajuda intelectual na realização deste trabalho e do artigo resultante da tese. Muito obrigada pela correção cuidadosa, pela dedicação e compreensão com os prazos.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora Alexandre Luiz Souto Borges, Álvaro Della Bona, Estevão Tomomitsu Kimpara, Guilherme de Siqueira Ferreira A. Saavedra, Lafayette Nogueira Junior, Nelson Luiz de Macedo, Renata Marques de Melo Marinho, Rubens Nisie Tango, Tarcisio José de Arruda Paes Junior, Maria Amélia Maximo de Araujo, Marcia Carneiro Valera, pelos ensinamentos nos créditos e trabalhos realizados.

Ao professor Roberto Scotti, meu orientador durante o doutorado sanduíche, agradeço o aceite por me orientar, pela acolhida em Bologna, pelo carinho, incentivo na realização dos trabalhos, orientação, conselhos, por me fazer ver a vida de outra maneira e pela amizade. Pela oportunidade de participar das aulas teóricas e laboratoriais do curso de Mestrado da Università di Bologna, além dos ensinamentos nos diversos cursos ministrados.

Ao professor Carlo Monaco e Paolo Baldissara, professores co-orientadores durante o sanduíche, pela dedicação, pelos ensinamentos não só na área de pesquisa, mas também clínicos, pela seriedade na condução dos trabalhos.

À Marina, minha colega e amiga desde a faculdade e colega de apartamento, agradeço principalmente pela amizade. Por ter despertado em mim o gosto pela pesquisa, sendo meu exemplo de dedicação. Pelos conselhos, consolos, opiniões, convívio divertido, ensinamentos, por ter facilitado muito a minha vida em São José com as caronas, me ajudando a matar a saudade do RS com os churrascos, almoços e jantas juntamente com o Humberto. Obrigada Marina e Humberto por fazerem dos meus domingos um dia em família.

À Regina, minha “mãe”, me acolheu ainda no estágio do mestrando, me ensinou toda a metodologia desta tese, ajudou a adiantar a parte de pedidos de recursos para a realização deste trabalho. Agradeço o carinho, os inúmeros conselhos, consolos, caronas, por me socorrer nas horas difíceis, pela amizade. Pelo incentivo para que eu fizesse o doutorado em São José, através da sua tese, e em consequência ter gerado a minha. Muito obrigada!

À Fernanda Saraiva, aluna de iniciação científica, pela valiosa ajuda na parte experimental desta tese, pela responsabilidade, competência e dedicação. Muito obrigada!

À Sabrina, minha colega de doutorado e amiga, agradeço pela acolhida quando cheguei aqui. Por me mostrar o que São Paulo e São José tinham de bom, fazendo o possível para que eu me sentisse bem na cidade e na faculdade. Obrigada pelo carinho sempre comigo e com meus pais, pelo coleguismo e amizade.

À Mayra, minha colega de doutorado e apartamento, pela amizade, pela acolhida, compreensão, consolo, paciência, principalmente quando cheguei, pelo convívio tranquilo, por facilitar a minha vida com as caronas e os inúmeros favores. Obrigada por tudo!

Ao Professor Ivan pela ajuda na análise estatística, pelos esclarecimentos, competência e amizade.

À Lucia, aluna de graduação na Università di Bologna, pela amizade, companheirismo e pela ajuda na parte experimental dos trabalhos realizados durante o período sanduíche.

Aos meus colegas da pós-graduação, Marina, Sabrina, Lilian, Rodrigo, Fernanda Campos, Susana, Carolina Martinelli, Caroline Cotes, Júlia, Ana Carolina, Anna Karina, Pedro, César, Alecsandro, Sâmia, Arianne, Elen, Flávia, Vanessa, Priscilla, pelas ponderações nos créditos, pela ajuda no laboratório e na clínica, principalmente no início. Pelas sugestões na parte experimental desta tese, pelo coleguismo, pela convivência divertida, conselhos e amizade. Um agradecimento especial para Fernanda Papaiz, pela valiosa ajuda na ciclagem dos espécime desta tese, o que fez com que este trabalho fosse realizado no tempo previsto. Vocês foram muito importante para mim! Muito obrigada!

Aos meus tios, tias, primos e primas, por nunca me deixarem sozinha, por maior que fosse a distância, sempre me incentivando nos momentos difíceis, por se preocuparem comigo. Ao Marcos e à Thaís, técnicos do laboratório de Materiais dentários, pela eficiência e dedicação, sempre dispostos a ajudar das mais diversas formas e pela amizade.

Ao Carlos Guedes, pela eficiência, disponibilidade, sempre disposto a ajudar.

À secretaria da pós-graduação, Rose, Bruno e Ivan, pela competência e dedicação, sempre dispostos a ajudar das mais diversas formas.

Aos funcionários da UNESP, Reginaldo, Fernando, Marco, Lilian e Penha pela assistência, disponibilidade e amizade.

*"A mente que se abre a uma nova ideia  
nunca mais volta ao seu tamanho original."*

*(Albert Einstein)*

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	11
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS</b> .....	13
<b>RESUMO</b> .....	14
<b>ABSTRACT</b> .....	15
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	16
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	21
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	40
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	41
4.1 Delineamento experimental .....	41
4.2 Seleção dos dentes .....	42
4.3 Preparo para coroa total .....	42
4.4 Confeção das coroas .....	46
4.5 Cimentação das coroas .....	47
4.6 Termociclagem .....	52
4.7 Tração das coroas .....	53
4.8 Análise das superfícies fraturadas .....	54
4.9 Análise estatística .....	54
<b>5 RESULTADOS</b> .....	55
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	60
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	65
<b>8 REFERÊNCIAS</b> .....	66
<b>ANEXO</b> .....	73

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - A) Dispositivo para embutir as raízes; B) dentes no delineador perpendicularmente fixado em relação ao seu longo eixo; C) caneta de alta rotação fixada a um equipamento adaptado, com pontas diamantadas tronco-cônicas paralelas ao longo eixo vertical do dente ..... 43
- Figura 2 - A) Modelo obtido a partir da moldagem do dente preparado em dentina com a sua matriz de silicone; B) núcleo de dentina sendo cortado; C) dente após remoção do núcleo de dentina; D) cimentação do pino; E) confecção do núcleo de resina composta com a matriz de silicone; F) núcleo de resina composta finalizado..... 44
- Figura 3 - Coroas de zircônia com retenções para posterior embutimento em resina acrílica ..... 46
- Figura 4 - A) Embutimento da coroa no mesmo eixo do embutimento das raízes, com auxílio de um delineador adaptado; B) dente e coroa embutidos; C) espécime dentro do dispositivo de teste pronto para ser testado ..... 53
- Figura 5 - Gráfico box-plot de todos os grupos, onde as linhas verticais superiores e inferiores representam os valores de retenção mais alto e mais baixo respectivamente. As linhas superior e inferior da caixa representam os percentis 75 e 25 respectivamente. A linha horizontal representa a mediana..... 55

Figure 6 - Porcentagens dos tipos de falha para cada cimento. Falhas catastróficas\*: descimentação do pino. .... 57

Figura 7 - Fotos do estereomicroscópio dos tipos de falha. A) mais de 50% de cimento sobre o núcleo de resina composta; B) mais de 50% do cimento na superfície interna da coroa; C) falha catastrófica ..... 58

Figura 8 - Imagens representativas do microscópio eletrônico de varredura da superfície da cerâmica YTZP. A) zircônia sem tratamento de superfície; B) zircônia jateada com partículas de óxido de alumínio de 30  $\mu\text{m}$  recobertas por sílica; C) zircônia vitrificada e condicionada com ácido fluorídrico ..... 59

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Disposição dos grupos experimentais .....	48
Quadro 2 - Composição química dos cimentos testados .....	49
Tabela 1 - Mediana (distância interquartil) dos dados de retenção à tração (kgf).....	56
Tabela 2 - Mediana (distância interquartil) dos dados de retenção à tração .....	56

Rippe MP. Influência do tratamento de superfície e do tipo de cimento na retenção de coroas YTZP [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2013.

## RESUMO

Comparar a retenção de coroas de zircônia YTZP em função do protocolo de cimentação. Foram preparados para coroa total 108 molares extraídos ( $n = 12$ ). Pinos de fibra de vidro foram cimentados e núcleos de resina composta construídos. Infraestruturas de zircônia YTZP foram fresadas e 72 espécimes foram alocados em 6 grupos conforme os fatores: cimento - Multilink (Mult) e Relyx ARC (Rel); e tratamento de superfície da zircônia – álcool (controle) (C), silicatização (S) e vitrificação (V). Os outros 36 espécimes foram divididos em 3 grupos cimentados com Relyx Luting (Ion), Relyx U100 (Self) e fosfato de zinco (Zinc) sem tratamento da zircônia. Todos os espécimes foram termociclados ( $5 - 55^{\circ}\text{C}$ , 6000 ciclos) e os dados do teste de tração foram analisados pelo teste de Kruskal Wallis e Dunn. Os valores da mediana e distância interquartil foram os seguintes: MultC: 20,0 ( $\pm 5,5$ ); MultS: 28,5 ( $\pm 22,0$ ); MultV: 32,5 ( $\pm 28,5$ ); RelC: 21,5 ( $\pm 8,5$ ); RelS: 22,0 ( $\pm 10,0$ ); RelV: 24,0 ( $\pm 7,3$ ); Ion: 5,1 ( $\pm 6,4$ ); Self: 3,5 ( $\pm 5,2$ ); Zinc: 7,7 ( $\pm 14,2$ ). O tipo de cimento resinoso (a base de Bis-GMA e HEMA) não afetaram os valores de retenção das coroas. O tratamento de superfície da cerâmica vitrificação somente foi capaz de melhorar os valores de retenção para o cimento a base de HEMA. Para superfícies cerâmicas não tratadas, os cimentos resinosos mostraram significativamente maiores valores de retenção do que aqueles obtidos para os cimentos auto-adesivo, de inonômero de vidro e de fosfato de zinco.

Palavras-chave: Tratamento de superfície. Zircônia. Retenção.

Rippe MP. Influence of the surface treatment and type of cement on the retention of YTZP crowns [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2013.

## **ABSTRACT**

To compare the retention of YTZP zirconia crowns cemented to different cementation protocols. 108 extracted molars were prepared for full crown ( $n = 12$ ); and the core was reconstructed with glass fiber post and composite resin core. YTZP zirconia copings were milled and 72 specimens were divided into 6 groups according to the factors: cements-Multilink (Mult) and Relyx ARC (Rel); and zirconia surface treatments-alcohol (control) (C), silica coating (S) and vitrification (V). The remaining 36 specimens were divided into 3 groups cemented with Relyx Luting (Ion), Relyx U100 (Self) and Zinc phosphate (Zinc) on untreated zirconia. The specimens were thermally cycled (5 - 55 °C, 6000 cycles) and data from the tensile test were analyzed by Kruskal Wallis and Dunn test. The median and interquartil range were: MultC: 20.0 ( $\pm 5.5$ ); MultS: 28.5 ( $\pm 22.0$ ); MultV: 32.5 ( $\pm 28.5$ ); RelC: 21.5 ( $\pm 8.5$ ); RelS: 22.0 ( $\pm 10.0$ ); RelV: 24.0 ( $\pm 7.3$ ); Ion: 5.1 ( $\pm 6.4$ ); Self: 3.5 ( $\pm 5.2$ ); Zinc: 7.7 ( $\pm 14.2$ ). The type of resin cement (BIS-GMA- or HEMA- based) did not affect the crown retention values. The treatment involving vitrification of the cementation surface was only capable to improve the retention force for the HEMA based-cement. For untreated intaglio surfaces of YTZP crowns, resin cements showed significantly higher retention than those obtained for self-adhesive, glass ionomer and zinc phosphate cements.

**Keywords:** Surface treatment. Zirconia. Retention.

## 1 INTRODUÇÃO

Coroas de zircônia possuem alta resistência flexural (> 1000 MPa) (Piconi, Maccauro, 1999) e tenacidade à fratura (> 9 - 10 MPam<sup>1/2</sup>) (Christel et al., 1989) devido a sua estrutura cristalina tetragonal estabilizada por óxido de ítrio (YTZP). Mediante um estímulo térmico, mecânico, ou químico, os grãos com grade estrutural tetragonal podem se transformar em uma estrutura monoclinica, representando um aumento de volume do grão, o que contribui para a não propagação de trincas na estrutura (De Aza et al., 2002). Por isso este material tem sido proposto como infraestrutura de coroas totalmente cerâmicas recobertas por porcelana, assim como, recentemente, para coroas monolíticas em zircônia (Sabrah et al., 2013). Uma das vantagens das coroas monolíticas é o preparo coronário protético que pode ser mais conservador, uma vez que este tipo de restauração pode apresentar uma menor espessura, pois não recebe porcelana de cobertura. Além disso, este tipo de abordagem restauradora pode significar uma evidente solução para um dos principais problemas das restaurações *metal-free* em zircônia recobertas por porcelana, por exemplo, a fratura e/ou delaminação (*chipping*) da cerâmica de cobertura, como tem sido relatado por estudos clínicos (Christensen, Ploeger, 2010; Raigrodski et al., 2012; Sailer et al., 2007; Tinschert et al., 2008).

No que diz respeito à cimentação, independente da abordagem restauradora com material YTZP (coroas recobertas ou monolíticas), deve-se ressaltar a importância do pré-tratamento de superfície, com atenção especial ao substrato restaurador, uma vez que a zircônia YTZP apresenta características microestruturais, físicas e

químicas, que dificultam sobremaneira o processo de união aos cimentos (Luthy et al., 2006; Ozcan et al., 2008). Neste sentido, alguns tratamentos de superfície deste material tem sido propostos, visando modificar sua superfície para potencializar a adesão físico-química (Aboushelib et al., 2008; Piascik et al., 2009; Vanderlei et al., 2013).

O jateamento com partículas de óxido de alumínio e silicatização/silanização (Bottino et al., 2005; Passos et al., 2010) tem sido mais amplamente utilizado para aumentar a rugosidade superficial (embricamento micro-mecânico) e adesão química com agentes cimentantes resinosos (Wegner et al., 2002; Valandro et al., 2007). Outras alternativas de pré-tratamento é a tecnologia Pyrosil Pen, com tratamento à quente e deposição de silano (Janda et al., 2003), condicionamento com infiltração seletiva (Aboushelib et al., 2008) e aplicação de uma fina camada de porcelana vítrea (rica em óxido de silício) seguida de condicionamento com ácido fluorídrico e silanização (Ntala et al., 2010; Cattell et al., 2009; Kitayama et al., 2009; Valentino et al., 2012; Vanderlei et al., 2013; Bottino et al., 2014). Segundo Ntala et al. (2010), este último tratamento forma uma superfície adequada para uma união não só química, mas também micromecânica.

Em relação à cimentação de próteses parciais fixas de zircônia YTZP, os cimentos mais utilizados são os resinosos, e muitos estudos tem relatado que cimentos que possuem MDP (methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) em sua constituição são os que apresentam maiores valores de resistência de união (Wegner, Kern, 2000). Contudo Tsukakoshi et al. (2008), os quais avaliaram a influência de seis cimentos com diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento da zircônia, mostraram que para todos os cimentos testados, com e sem MDP juntamente com o sistema Rocatec, alcançaram altos resultados de resistência ao cisalhamento, significando forte efeito do tratamento de superfície via silicatização/silanização para potencializar a adesão.

Em relação ao tipo de polimerização dos cimentos resinosos, pouco se tem publicado em relação a seu efeito na adesão à zircônia. Segundo Yesil (2009), o qual investigou a resistência de união entre cerâmicas feldspáticas e substrato dentinário de 3 cimentos com diferentes formas de polimerização, encontraram que um cimento auto ou fotopolimerizável deve ser considerado ao invés de um cimento de polimerização dual. Em relação a zircônia, quando dois cimentos de mesma marca comercial e com os mesmos monômeros foram comparados, o cimento autopolimerizável (Panavia 21) apresentou os maiores valores de resistência de união ao cisalhamento em comparação com o cimento dual (Panavia F) (Luthy et al., 2006).

Comparando-se cimentos auto-adesivos com cimentos convencionais, Palacios et al. (2006) mostraram que os cimentos auto-adesivos obtiveram valores de retenção semelhantes a cimentos convencionais, quando coroas de zircônia foram cimentadas no remanescente dentinário. Já Shahin e Kern (2010) compararam cimento resinoso convencional, fosfato de zinco e cimento de ionômero de vidro e mostraram diferenças significativas entre os grupos, sendo o cimento resinoso convencional o que promoveu maior retenção. Além do cimento, os autores avaliaram a influência do jateamento com partículas de alumina na retenção destas coroas, e mostraram que esse tratamento aumentou a resistência de retenção. Ernst et al. (2005) compararam 12 tipos de cimentos diferentes, quanto a retenção de coroas de YTZP, e mostraram que o maior valor de retenção foi obtido com o cimento resinoso Superbond C & B (cimento autopolimerizável a base de 4-META) associado ao procedimento de silicatização/silanização da superfície cerâmica, contudo não foi diferente estatisticamente do grupo que utilizou o mesmo cimento resinoso sem o tratamento de superfície. Entretanto, May et al. (2010) e Passos et al. (2010) verificaram aumento na resistência de união entre cerâmicas YTZP e cimento, quando utilizou-se a silicatização e silanização da superfície cerâmica. Ou seja, quando a

superfície de YTZP é submetida a silicatização/silanização, os achados de retenção de coroas e resistência adesiva são contraditórios, possivelmente em função do desenho inerente dos testes de união.

Outro fator importante que deve ser levado em conta em relação às restaurações totalmente cerâmicas, é o substrato no qual serão cimentadas. Quando existe pouco remanescente dentário, em geral há necessidade de uma ancoragem intrarradicular e reconstrução coronária com finalidade protética, sendo a utilização de pinos intrarradiculares pré-fabricados de fibra e núcleo de resina composta uma opção mais estética quando se utiliza uma coroa de zircônia (Bottino et al., 2007). Contudo a adesão dos cimentos resinosos ao substrato dentinário é diferente da que ocorre com o compósito. No caso das resinas, após serem polimerizadas, seus grupos metacrilatos reativos diminuem com o tempo, diminuindo assim o seu potencial de união a outras resinas (Swift et al., 1992). Neste caso se faz necessário o emprego de um método de tratamento da superfície da resina composta para uma melhor adesão deste substrato com o agente cimentante, contudo este método deve ser factível dentro da cavidade oral. Um exemplo de tratamento de superfície seria o uso de adesivos auto-condicionantes sobre o núcleo de resina composta, que segundo Teixeira et al. (2005), podem proporcionar altos valores de resistência de união entre a resina envelhecida e nova resina, graças a eficiente capacidade de molhabilidade destes sistemas adesivos auto-condicionantes. Assim, se faz necessário estudos que verifiquem a retenção de infraestruturas cerâmicas não só a dentina, mas também à resina composta.

Considerando a literatura vigente até o presente momento, não há estudos na literatura que avaliem a retenção à tração entre núcleo de resina composta e infraestruturas cerâmicas de zircônia YTZP com diferentes tratamentos de superfície, utilizando-se diferentes tipos de cimentos.

Em relação aos testes geométricos, a grande maioria dos

estudos na literatura avaliam a resistência de união da zircônia ao cimento com testes micro, microcisalhamento ou microtração. A microtração pode gerar muito estresse na interface adesiva durante o corte para confecção dos espécimes (Braga et al., 2010). Já quando o teste de microcisalhamento é realizado, o estresse anterior à realização do teste da interface adesiva é minimizado. Segundo Braga et al. (2010), o microcisalhamento promove uma concentração de estresse complexa na interface adesiva, na qual não só forças de cisalhamento são exercidas, mas também forças de tração na região oposta a aplicação da carga, o que leva às falhas coesivas. Já os macro testes como cisalhamento e tração, por apresentarem uma interface adesiva maior, possuem uma maior probabilidade de apresentarem falhas nesta região, levando a menores valores de resistência de união. Contudo testes micro e até mesmo os macro testam somente uma das interfaces de união, entre cimento e dentina ou entre cimento e restauração, já os testes de tração de coroas testam as duas interfaces ao mesmo tempo. Entretanto este teste realizado em coroas também envolve forças complexas, como cisalhamento nas paredes axiais do dente preparado e tração propriamente dita na região oclusal. Contudo é um teste que avalia a retenção da restauração no dente inteiro, o que seria mais fidedigno com o que ocorre no ambiente clínico, já que se uma das interfaces for muito fraca (substrato/cimento), por mais que a outra interface seja muito forte (cimento/coróa), o conjunto inteiro dente/coróa falha.

Assim dentro deste contexto, o presente estudo tem como finalidade avaliar a retenção à tração de infraestruturas de zircônia YTZP cimentadas à resina composta, assim como comparar diferentes tratamentos da superfície interna da cerâmica YTZP e diferentes tipos de cimentos resinosos comparados aos cimentos convencionais.

## **2 REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1 Propriedades da zircônia**

O uso da zircônia como um biomaterial começou na década de 60 (Helmer, Driskell, 1969), quando muitos trabalhos focaram no uso da zircônia em ortopedia, especificamente na área de prótese de cabeça de fêmur para substituição da articulação do quadril (Christel et al., 1988; Cales et al., 1994). Recentemente a zircônia foi introduzida na odontologia devido ao seu bom potencial estético quando comparado aos sistemas metalo-cerâmicos (Thompson et al., 2011). Além disso, este material tem sido explorado também em uma variedade de aplicações clínicas: braquetes ortodônticos (Keith et al., 1991), pinos endodônticos (Meyenberg et al., 1995), pilares de próteses sobre-implantes (Prestipino, Ingber, 1993), coroas unitárias (Potiket et al., 2004) e próteses parciais fixas (Sturzenegger et al., 2000). Nos últimos anos, a zircônia tem chamado atenção como um biomaterial devido as suas boas propriedades mecânicas, comparadas a alumina, além de sua inércia química e biológica que a tornam muito biocompatível (Ferraris et al., 2000).

Segundo Piconi e Maccauro (1999) a zircônia é um material polimorfo que existe em três formas: monolítica, cúbica e tetragonal. A zircônia pura em temperatura ambiente está na forma monoclínica, a qual é estável até 1170°C. Acima desta temperatura ela se transforma em tetragonal e então em fase cúbica a 2370°C. Durante o resfriamento a transformação tetragonal para monolítica acontece em torno de 100°C a 1070°C. A transformação de fase toma lugar enquanto o resfriamento é associado com uma expansão de volume de

aproximadamente 3 a 4%. A tensão gerada pela expansão origina fendas na zircônia pura que, após a sinterização entre 1500 a 1700°C se quebra em pedaços à temperatura ambiente. Contudo, em 1929, Ruff et al., mostraram que é possível uma estabilização da fase cúbica na temperatura ambiente pela adição de pequenas quantidades de CaO, fazendo assim com que a zircônia pudesse ser usada na engenharia. A adição de óxidos estabilizantes como CaO, MgO, CeO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à zircônia pura permite gerar um material multifase conhecido como zircônia parcialmente estabilizada (*partially stabilized zircônia - PSZ*), a qual à temperatura ambiente geralmente consiste de zircônia na fase cúbica como a maior fase com precipitados de zircônia tetragonal e monolítica em menor quantidade (Subbarao, 1981).

A adição de 8% mol de MgO à zircônia resulta na criação de uma matriz estável de grãos na fase cúbica, com uma fase meta-estável de cristais tetragonais que precipitam durante o resfriamento. Segundo Garvie et al. (1975) estes precipitados de fase tetragonal metaestáveis dispersos na matriz cúbica são capazes de serem transformados na fase monoclinica, quando a pressão exercida pela matriz sobre o precipitado é aliviada pelo avanço de uma fenda no material. Neste caso o campo de tensão devido à transformação de fase age em oposição ao campo de tensão que promove a expansão da fenda. Assim, uma melhora na tenacidade do material é obtida, porque a energia associada com a propagação da fenda é dissipada tanto na transformação da fase tetragonal para a monolítica como na superação da tensão de compressão devido à expansão de volume.

Em relação ao sistema Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>, a adição de 2 a 3% mol de óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à zircônia produz uma matriz meta-estável de cristais tetragonais, chamada de zircônia tetragonal policristalina (*tetragonal zirconia polycrystals - TZPs*) (Rieth et al., 1976; Gupta et al., 1978). Uma característica interessante da transformação de fase da zircônia que leva ao seu fortalecimento, é a formação de camadas

compressivas na sua superfície (Reed, Lejus, 1977). Os grãos tetragonais da superfície que não são englobados pela matriz, podem transformar-se em fase monoclinica espontaneamente ou em função de processos abrasivos, podendo induzir a tensão compressiva a profundidade de vários microns sob a superfície. A transição de fase e o consequente endurecimento da superfície podem ter uma função relevante na melhora das propriedades mecânicas e de desgaste da zircônia, sendo a espessura da camada transformada uma das condições limites. Contudo, o progresso na transformação tetragonal para monolítica na superfície pode originar fendas nesta região, seguido pela ejeção de grãos com efeitos catastróficos no comportamento mecânico e desgaste.

## **2.2 Tratamento de superfície da zircônia**

No que diz respeito á cimentação, além de delaminação, estudos clínicos tem mostrado como uma das falhas de próteses parciais fixas de mais de três elementos e cantilever com infraestrutura de zircônia, a descimentação (Sailer et al., 2007; Molin, Karlsson, 2008; Tinschert et al., 2008; Beuer et al., 2009; Schmitter et al., 2009; Wolfart et al., 2009; Roediger et al., 2010). As taxas de descimentação, mas com possível recimentação de próteses de zircônia tem sido reportadas na literatura entre 3% das falhas (Sailer et al., 2007; Tinschert et al., 2008) e 5% (Molin, Karlsson, 2008). De acordo com Roediger et al. (2010) as principais complicações que ocorreram em um período de observação de 4 anos de próteses parciais fixas de 3 e 4 elementos foi delaminação da cerâmica de cobertura (13 falhas de 23) e em segundo lugar a descimentação (6 falhas de 23). Contudo é importante ressaltar que estas próteses foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco. Entretanto mesmo em estudos clínicos nos quais infraestruturas de zircônia foram

cimentadas com cimentos resinoso e com tratamento da superfície cerâmica (Sailer et al., 2007) ou cimento de ionômero de vidro (Schmitter et al., 2009; Beuer et al., 2009) até mesmo com tratamento da superfície cerâmica (Wolfart et al., 2009) a descimentação foi uma das complicações.

Apesar das ótimas propriedades mecânicas da zircônia, sua composição altamente cristalina dificulta sua união aos cimentos resinosos, por isso o tratamento de superfície desta cerâmica é altamente recomendado (Atsu et al., 2006; Burke, 2002). Um dos tratamentos bem estudados é a silicatização da zircônia com posterior silanização. Nesta técnica, a superfície da zircônia é jateada com partículas de óxido de alumínio modificadas com sílica. A pressão do jateamento leva a uma incrustação da sílica da partícula sobre a superfície cerâmica, tornando a superfície da zircônia quimicamente reativa ao silano (Manso et al., 2011).

Oyague et al. (2009), compararam dois tipos de jateamentos associados a três tipos de cimento. Um dos tratamentos de superfície da zircônia foi o jateamento com partículas de óxido de alumínio de 125 µm e outro a silicatização com partículas de 50 µm, além do controle sem tratamento. Os cimentos utilizados foram um auto-adesivo, um cimento com MDP e um cimento convencional com Bis-GMA. Estes autores chegaram à conclusão de que mais importante que o jateamento da superfície para a resistência de união, é a utilização de um cimento com MDP. O jateamento da superfície cerâmica somente foi importante para o cimento com Bis-GMA, para os outros dois cimentos, independente de as partículas serem recobertas ou não por sílica, não foi mais eficaz do que a superfície não tratada. Apesar desta conclusão o estudo mostra que houve um aumento significativo de rugosidade dos espécimes tratados com partículas de óxido de alumínio, já a silicatização não promoveu uma verdadeira modificação da superfície.

Ainda em relação à silicatização, mas de opinião contrária ao estudo anterior, Tanaka et al. (2008) avaliaram a eficácia da

silicatização, além da aplicação de monômeros fosfatados e do agente silano sobre a zircônia YTZP tratada com Rocatec e óxido de alumínio de 30  $\mu\text{m}$ , através do teste de cisalhamento. Além disso, eles compararam uma superfície de titânio com a de zircônia YTZP ambas tratadas com Rocatec, através de espectroscopia. Segundo os autores a menor média de rugosidade da zircônia tratada com sílica reflete a alta tenacidade da zircônia YTZP em relação ao titânio. A eficácia da cobertura de sílica parece ser determinada pelas propriedades mecânicas das amostras usadas. Os autores relatam também uma resistência de união estável quando o sistema Rocatec foi usado com silano e quando usado com silano misturado a monômeros MDP. Isso indica que as propriedades químicas da zircônia silicatizada juntamente com um cimento baseado em resina mediado por um agente silano, podem ser estáveis hidrotermicamente, apesar da silicatização sozinha parecer ineficiente sobre espécimes de zircônia YTZP. Em suma, os autores concluíram que as propriedades adesivas da zircônia YTZP coberta por sílica cimentada com um cimento resinoso foram hidrotermicamente estáveis quando comparadas com aquelas cerâmicas onde foram aplicados somente monômeros fosfatados. Assim, aplicação deste monômero e silano sobre uma zircônia jateada com sílica é um método promissor para as restaurações cerâmicas.

Outro estudo sobre silicatização da cerâmica YTZP é o de May et al. (2010). Estes autores avaliaram a influência da silicatização e da aplicação de primer baseado em MDP na durabilidade de um cimento baseado em MDP a cerâmica YTZP. De acordo com os resultados, os maiores valores de resistência de união ao cisalhamento ocorreram quando a zircônia foi coberta por óxido de silício combinado com um silano ou um primer com MDP. Segundo eles o mecanismo provavelmente associado a este resultado é a rugosidade da superfície, ou seja, o aumento da área de superfície e a camada de sílica sobre a cerâmica que se une quimicamente ao agente silano. O silano seria capaz

de se unir ao cimento resinoso através de ligações cruzadas com os grupos metacrilatos e aumentar a energia de superfície da cerâmica, aumentando a molhabilidade à resina. Contudo a maior resistência de união se deu no grupo silicatização + primer com MDP, inclusive apresentando valores maiores que o grupo silicatização + silano, mesmo depois do envelhecimento, contrariando o estudo anterior. Uma explicação para este resultado, de acordo com os autores, seria a presa residual do cimento estudado. Além disso, foi criada a hipótese de que o primer com MDP pode ter melhor união química aos óxidos de silício do que com os óxidos de zircônio. De acordo com o estudo, o uso de um agente baseado em MDP ao invés de um baseado em MPS (3-methacryloyloxypropyl trimethoxysilane) apresentou melhores resultados em termos de adesão à longo prazo.

Nishigawa et al. (2008) mostraram em seu estudo a eficácia da silicatização sobre a zircônia YTZP com respeito a resistência de união, mas também as precauções que devem ser tomadas com este método. Segundo os autores este método é eficaz na resistência de união com o cimento resinoso, contudo após a superfície ser jateada com Rocatec não deve ser lavada em ultrassom, devido a este procedimento anular o efeito da silicatização. Além disso, os autores ponderam que partículas grandes produzem uma área de superfície menor, sendo que o tamanho desta área influencia na resistência de união, além disso, outro fator que a aumenta a resistência de união entre a zircônia e cimento, é a força de embricamento causada pela rugosidade da superfície.

Ozcan et al. (2008) avaliaram o efeito do tratamento da zircônia YTZP no modelo *chairside* e laboratorial na união com cimento resinoso dual com MDP, após termociclagem. O modelo *chairside* foi testado com partículas de óxido de alumínio de 50 µm com primers metálicos, enquanto o modelo laboratorial foi testado com silicatização com partículas de 110 µm e silano. Contudo não houve diferença significativa entre os grupos. Segundo os autores uma explicação poderia

ser a menor molhabilidade e maior ângulo de contato entre o silano e a profundidade das reentrâncias na superfície da zircônia, as quais ocorrem após abrasão com partículas grandes. Este achado também indica a importância da adesão química como oposto da retenção micromecânica. Além disso, os autores ponderam que apesar de o estudo não ter apresentado diferença entre o modelo *chairside* e laboratorial, na clínica o jateamento feito com partículas menores deve ser considerado devido a possibilidade de perda de material com partículas maiores, especialmente nas margens das restaurações. Abrasão agressiva poderia deixar um espaço entre o cimento e superfície da zircônia através do jateamento com partículas grandes.

Qeblawi et al. (2010) avaliaram o efeito do tratamento mecânico (jateamento com óxido de alumínio, desgaste manual e silicatização da superfície da zircônia YTZP) na resistência flexural e também compararam este tipo de tratamento com tratamento químico (zircônia primer, silano, condicionamento ácido mais silanização) da superfície cerâmica na resistência de união ao cisalhamento. Segundo o estudo, o jateamento com partículas de óxido de alumínio alcançaram valores mais altos de resistência flexural do que a silicatização e os grupos sem tratamento da superfície. Segundo os autores a silicatização não aumentou a resistência flexural da zircônia, porque foram usadas partículas muito pequenas, de 30 µm, as quais foram menos efetivas para induzir a transformação de fase de tetragonal para monoclinica na superfície da zircônia. A silicatização quando combinada com o agente silano apresentou os mais altos valores de resistência de união do que todos os outros tratamentos químicos, o que sugere uma forte interação entre a silicatização e o silano. Todos os espécimes mostraram falhas adesivas entre a interface do cimento Multilink e a zircônia. Outro tratamento que apresentou altos valores de resistência, foi o desgaste manual seguido da aplicação de zircônia primer. O agente silano foi eficaz em 3 dos 4 grupos testados, mas somente quando não precedido pelo

condicionamento com ácido fluorídrico na zircônia. Segundo os autores isso pode ser um resultado da incompleta eliminação do ácido da superfície cerâmica. Quando somente foi testado o tratamento químico com zircônia primer, este apresentou os maiores valores de resistência de união, contudo foi estatisticamente equivalente ao silano.

Outro tipo de tratamento da superfície da zircônia YTZP que tem sido relatado na literatura, é aplicação de uma fina camada de porcelana vítrea (rica em óxido de silício) seguida de condicionamento com ácido fluorídrico e silanização. Para desenvolver esta camada vítrea sobre a zircônia, Ntala et al. (2010) testaram diferentes coberturas vítreas de multi camadas sobre discos de zircônia, sendo o controle os espécimes somente jateados com partículas de óxido de alumínio. Os autores relataram que a vitrificação da superfície da zircônia foi capaz de melhorar a molhabilidade à baixa temperatura e promoveu um potencial para união entre sílica e silano, devido ao maior conteúdo de vidro. Além disso, o condicionamento da camada vítrea com ácido fluorídrico produziu uma superfície irregular, adequada e efetiva para a adesão de cimentos resinosos. Os autores também relataram que esta camada de vidro selou a superfície da zircônia da umidade e também reduziu a suscetibilidade da zircônia à degradação a baixa temperatura. Outra vantagem desta técnica é que não necessita de processamentos de alta temperatura e pode ser rapidamente aplicado com uma fina camada em qualquer zircônia comercial compatível. Este método também pode ser beneficiado pelo sistema CAD/CAM, já que no desenho digital da restauração o espaço do cimento pode ser graduado compensando também a espessura da camada vítrea, assegurando a adaptação interna da peça. Os autores concluem que otimizando este tipo de abordagem adesiva, este seria um método simples e barato de união às restaurações cerâmicas de zircônia, além de proteger a cerâmica de degradação e possíveis danos decorrentes da cimentação.

Vanderlei et al. (2013) confirmaram a eficácia desta técnica na resistência de união e compararam diferentes formas de aplicação da camada vítrea, com spray e com pincel, antes e após envelhecimento. Segundo os autores os grupos tratados com a camada vítrea seguida do condicionamento com ácido fluorídrico e silanização mostraram os maiores valores de resistência de união mesmo quando comparados com os grupos tratados com a silicatização, contudo o envelhecimento afetou estes valores. Os autores creditam este resultado a uma retenção micromecânica, devido ao aumento de rugosidade através de uma mudança micromorfológica da superfície, aumentando a interação entre adesivo e substrato. Também citam a união química, devido ao aumento da porcentagem de sílica na superfície, a qual pode ter contribuído para um aprimoramento da interação não só química mas também física entre a cobertura vítrea, o silano e o cimento resinoso. Contudo quando este mesmo estudo comparou a adaptação marginal das restaurações que utilizaram este método com os grupos somente silicatizados e com os grupos sem tratamento de superfície da zircônia, estes últimos mostraram uma menor discrepância marginal em relação aos primeiros. A explicação para este resultado foi que a aplicação de vidro na superfície cerâmica formou uma superfície espessa suficiente para que interferisse no assentamento da restauração. Contudo, a média dos valores de adaptação marginal obtidas no presente estudo parecem estar dentro da variação de discrepância marginal clínica aceitável. Não houve diferença estatística do tipo de aplicação da camada vítrea.

Cattel et al. (2009) desenvolveram e testaram um *glaze* para aplicação sobre a superfície interna de restaurações de cerâmica vítrea a base de leucita. Três materiais vítreos (G2, G3, G4) foram desenvolvidos a partir de pós de vidro utilizados comercialmente, sendo o grupo experimental G2 acrescido de aluminossilicato. Estes vidros foram aplicados sobre discos de cerâmica vítrea a base de leucita, e após sinterizados foram condicionados com ácido fluorídrico. O grupo controle

(G1) foi jateado com partículas de óxido de alumínio de 50µm e condicionado com ácido fluorídrico. Estes espécimes foram submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento e o grupo controle e G2 foram também testados em relação à resistência biaxial. Em relação ao teste de união, os grupos 1 e 2 apresentaram os maiores valores de união e foram estatisticamente diferentes dos grupos 3 e 4, mas não entre si. No teste de resistência biaxial o grupo 2 apresentou os maiores valores e foi estatisticamente diferente do grupo 1. Segundo os autores, o vidro do grupo 2 promoveu características positivas na cerâmica devido a incorporação de aluminosilicato na sua composição e a rugosidade criada pelo condicionamento com ácido fluorídrico, com exposição de porosidades esféricas na camada de *glaze*. Estas características podem ter aumentado a área de superfície e criado macroretenções aumentando a retenção adesiva. Em relação à resistência biaxial, os autores creditam o melhor desempenho do grupo 2 em comparação com o 1, devido a penetração do vidro de baixa viscosidade dentro de defeitos da superfície do substrato, fazendo com que ocorresse uma redução destes defeitos deslocando sua origem para dentro da cerâmica. Além disso, a diferença de expansão térmica entre a cerâmica e o vidro seria capaz de criar uma tensão compressiva na superfície do espécime, o que aumentaria a sua resistência. Assim os autores concluem que este vidro experimental após condicionado pode ser útil na odontologia adesiva, inclusive pode ser usado em outras cerâmicas como a zircônia.

Kitayama et al. (2009), compararam a resistência de união da zircônia vitrificada com uma cerâmica vítrea com dois tipos de cimentos, um com MDP e outro sem. Diferente dos outros estudo citados, neste não foi utilizado condicionamento ácido da superfície cerâmica, somente jateamento com alumina. O agente silano aumentou significativamente os valores de resistência de união quando usado com os dois tipos de cimentos. Com o cimento contendo MDP, não houve diferença significativa entre a zircônia tratada com a camada vítrea e a

cerâmica vítrea, mas apresentaram maiores valores que a zircônia somente tratada com partículas de alumina. Assim, a zircônia tratada com vitrificação seguida da aplicação de silano mostrou valores de resistência de união equivalentes aos da cerâmica vítrea. Os autores também relatam que nenhuma falha adesiva na interface entre zircônia e porcelana, nem falha coesiva somente da porcelana foi encontrada, o que indica que a união zircônia-vidro foi maior que a entre cimento e porcelana.

Outro estudo que avaliou a eficácia do silano utilizado após a vitrificação da zircônia, foi Valentino et al. (2012). De acordo com os autores a cobertura de vidro sobre a zircônia, e condicionamento com ácido fluorídrico apresentou altos valores de resistência de união quando comparados com os grupos onde a zircônia foi jateada com óxido de alumínio com partículas de 50 e 110  $\mu\text{m}$  com ou sem silano. Contudo este resultado contraria os outros estudos a cima, porque segundo este estudo o silano não é necessário para melhorar a união química entre a sílica e o cimento resinoso. A justificativa para este resultado é que a aplicação de uma pequena camada de vidro, necessária para promover uma aceitável adaptação marginal clínica, e o subsequente uso de um jateamento com partículas abrasivas ou condicionamento com ácido fluorídrico são responsáveis por uma remoção parcial da camada vítrea. De acordo com a explicação dos autores se supõe que esta remoção parcial da camada vítrea gera um aumento da rugosidade que por si só deve ser suficiente para se obter altos valores de resistência de união, já que a vitrificação com silano não foi diferente estatisticamente dos grupos não silanizados.

Cura et al. (2012) compararam a resistência de união de silano/adesivo/cimento resinoso Variolink II com zircônia primer/cimento Multilink Automix com a combinação de diferentes tratamentos da superfície de zircônia, com e sem vitrificação antes e após o envelhecimento. A aplicação de vidro seguida do condicionamento com ácido fluorídrico significativamente aumentou a resistência ao

cisalhamento no grupo do cimento Variolink, contudo não obteve efeito significativo com o cimento Multilink. Ainda, o grupo vitrificado com o Variolink foi estatisticamente semelhante ao grupo Multilink sem vitrificação. Quando as instruções dos fabricantes foram seguidas (Variolink com silano e Multilink com zircônia primer) nenhuma diferença estatística foi encontrada, indicando que a vitrificação é desnecessária. Segundo os autores apesar de a superfície vitrificada ter sido condicionada com ácido fluorídrico e assim ter aumentado a rugosidade superficial, muito provavelmente o embricamento mecânico não foi suficiente para alcançar resultados favoráveis, ou também pode ter ocorrido um padrão de condicionamento desfavorável. Em relação ao tipo de falha, nos grupos que não sofreram vitrificação, as falhas foram todas adesivas, enquanto nos grupos vitrificados, as falhas foram mistas (mais da metade do cimento ficou aderido na cerâmica), segundo eles isso suporta a hipótese de que a vitrificação dá maior confiabilidade aos resultados. Os autores também ponderam que os valores de resistência de união dos grupos que foram vitrificados neste estudo foram menores do que a literatura em geral relata, o que pode ser parcialmente associado à molhabilidade e à adaptação da camada de vidro aplicada, ou também o material para a cobertura vítrea utilizado neste estudo pode ter causado esta diferença de valores.

Outro tipo de tratamento que também possui o mesmo princípio de tornar a superfície da zircônia mais reativa ao silano, é a deposição por vapor de uma camada de  $\text{SiCl}_4$  que promove uma união química com silanos tradicionais. Este método foi testado por Piascik et al. (2009), os quais compararam este método em diferentes espessuras com a silicatização e com uma porcelana, através do teste de microtração entre zircônia e resina composta. Os espécimes testados com a silicatização apresentaram valores de resistência de união maiores que o controle (sem tratamento), contudo menores do que os espécimes tratados com a camada de sílica. Este resultado sugere um benefício

tanto da rugosidade como da interação química proporcionada pelos tratamentos de superfície, contudo a melhora da reatividade química da camada de sílica parece superior ao da silicatização. Isto foi confirmado pela avaliação dos tipos de falha, a qual na maior parte das falhas dos espécimes tratados com a sílica, a resina composta permanecia aderida a zircônia. Além disso, os autores relatam que a resistência de união entre os espécimes tratados com a sílica e os espécimes de porcelana foram estatisticamente semelhantes. Segundo os autores, os dados mecânicos deste estudo suportam o conceito de que esta abordagem de modificação química da superfície da zircônia pode melhorar a união dos cimentos à zircônia usando a tradicional silanização e técnicas adesivas.

### **2.3 Cimentos**

Sobre a cimentação de próteses parciais fixas de zircônia YTZP, a literatura tem mostrado que a cimentação adesiva promove uma melhor retenção a partir da microretenção (Blatz et al., 2003) produzida pelo tratamento de superfície tanto às cerâmica como ao dente e também promove menor solubilidade do cimento e menor infiltração (White et al., 1994). Além disso, estudos tem relatado que cimentos que possuem MDP (methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) em sua constituição são os que apresentam maiores valores de resistência de união (Wegner, Kern, 2000). Contudo outros autores mostraram que apesar destes altos valores de retenção inicial, estes cimentos são instáveis com o envelhecimento (Amaral et al., 2006; Valandro et al., 2006, 2007). Além disso, outros estudos (Palacios et al., 2006; Tsukakoshi et al., 2008) mostram que os cimentos com MDP promovem valores de resistência de união tão altos quanto outros cimentos resinosos.

Palacios et al. (2006) compararam cimentos auto-adesivos, modificados por ionômero de vidro, e cimentos com monômeros

MDP, sendo o tratamento de superfície da zircônia somente o jateamento com partículas de óxido de alumínio. Os autores mostraram que não houve diferença significativa entre os grupos no teste de resistência à tração. A grande maioria dos tipos de falha ocorreu com a maior quantidade de cimento encontrada na infraestrutura. Os autores ressaltam que os valores de resistência de união foram exclusivamente decorrentes dos cimentos, devido as restaurações assentavam de forma totalmente passiva, já que a angulação do preparo foi de 10°, o que não permitiu uma resistência friccional durante o teste de tração.

Tsukakoshi et al. (2008) também compararam diversos tipos de cimentos e tratamentos de superfície da zircônia em relação à resistência de união ao cisalhamento e a influência da adesão na infiltração dos espécimes. De acordo com o estudo, todos cimentos testados, com ou sem MDP, tratados com o sistema Rocatec alcançaram altos valores de resistência de união, além deste tratamento ter se mostrado efetivo na prevenção de infiltração marginal, exceto para os cimentos a base de ionômero de vidro, que segundo os autores é devido a diferença de monômeros adesivos, em particular a ação do HEMA. Em relação à infiltração, não foi encontrada nenhuma infiltração nos espécimes cimentados com Super Bond C & B, Panavia e Imperva dual. De acordo com os autores este resultado se deve a estes cimentos possuírem os monômeros adesivos 4-META, MDP e 4-AET respectivamente, já que o cimento Relyx ARC, o qual não possui monômeros adesivos, apresentou o mais alto grau de infiltração marginal. O cimento que apresentou os valores mais altos de união foi Super Bond C & B, mesmo quando a superfície da zircônia foi somente polida. Segundo os autores o monômero adesivo 4-META deste cimento é capaz de se aderir a qualquer tratamento de superfície da cerâmica sendo um material útil na prática clínica. Os autores concluem que as diferenças de resistência de união podem ser explicadas pela compatibilidade dos

agentes cimentantes e o tratamento de superfície, assim como a interação do monômero adesivo.

Passos et al. (2010) avaliaram a qualidade adesiva de cimentos convencionais e auto-adesivos a superfície da zircônia YTZP somente limpa com álcool ou silicatizada e silanizada, nas condições seca e envelhecida. Nos grupos não envelhecidos nenhuma diferença significativa na resistência de união ao cisalhamento foi encontrada. Os espécimes silicatizados e cimentados com Variolink II e RelyX U100 obtiveram os valores mais altos de união quando comparados com Panavia e Maxcem, independente da condição de envelhecimento. Em relação às falhas, a incidência das adesivas aumentou em todos os grupos após o envelhecimento, sendo encontradas poucas falhas coesivas puras e somente nos grupos silicatizados. O cimento Panavia não apresentou os maiores valores de união após a silicatização, mas mostrou durabilidade de união após 90 dias de estocagem em água e termociclagem. Para os grupos tratados com álcool e ciclados, todos os espécimes dos grupos cimentados com Variolink II, RelyX U100 e Maxcem descolaram espontaneamente após a termociclagem. Segundo os autores a sorção de água pode ter causado degradação hidrotérmica durante o envelhecimento. Além disso, a adesão pobre nestes grupos pode também ser atribuída a uma pobre adesão química e micromecânica. Os cimentos testados mostraram melhor resistência de união quando a zircônia foi tratada com a silicatização, independente do envelhecimento. Os autores atribuem isso a mais fácil penetração do cimento na superfície da zircônia, facilitando o embricamento micromecânico da resina, além da sílica tornar a superfície mais reativa ao agente silano.

Ernst et al. (2005) determinaram a resistência retentiva através do teste de tração de 4 cimentos resinosos, um cimento de ionômero de vidro, um cimento modificado por ionômero de vidro, um compômero e um cimento autoadesivo. Os três últimos apresentaram o

mesmo nível de retenção que os agentes resinosos Superbond C & B e Panavia. O sistema Rocatec também foi testado, mas não melhorou a retenção dos cimentos resinosos Compolute e Superbond C & B. Para os materiais usados sem pré tratamento (silano ou Rocatec) da cerâmica, Panavia, Dyract Cem, RelyX Luting, RelyX Unicem e Superbond C & B mostraram os mais altos valores de retenção e não foram diferentes estatisticamente um dos outros. Embora os maiores valores de retenção dos espécimes tratados com Rocatec tenham sido 50% maiores que os outros grupos, estes resultados não foram estatisticamente diferentes dos cimentos que não usaram este tratamento. Os autores ponderam ainda que houve pouca diferença entre os grupos e isso pode estar principalmente ligado ao alto desvio padrão dos resultados e no número de amostra pequeno.

Shahin e Kern (2010) avaliaram o efeito do jateamento da superfície da zircônia cimentada com cimentos a base de MDP, fosfato de zinco e a base de ionômero de vidro além de avaliarem a influência do envelhecimento através de simulador de mastigação e termociclagem. A retenção foi significativamente influenciada pelo tipo de cimento. O cimento contendo monômeros fosfatados apresentou os maiores valores de resistência de união à tração e não houve diferença significativa entre os outros dois cimentos testados. O jateamento influenciou a retenção independente do tipo de cimento. O envelhecimento dos espécimes foi estatisticamente significativo na redução dos valores de retenção dos espécimes. Segundo os autores esta diminuição pode ser explicada pela fadiga dos materiais como resultado da microinfiltração, mudança de módulo elástico e deformação plástica sobre o tempo de ciclagem térmica e mecânica. Em relação ao tipo de falha, os grupos cimentados com cimento de ionômero de vidro e fosfato de zinco mostraram remanescente de cimento sobre ambos, coroa e dente, ou sobre a coroa. Enquanto nos grupos cimentados com cimento com MDP, mostraram remanescente de cimento principalmente na superfície da coroa.

Outro estudo que concorda com este último é de Wolfart et al. (2007). Estes autores também avaliaram a resistência de união à tração de discos de zircônia cimentados com dois tipos de cimentos resinosos, um com MDP (Panavia), e outro sem MDP (Variolink II), após a zircônia ser tratada com spray ar-água-solução de hidrogenocarbonato ou jateamento com óxido de alumínio de 50 µm. O estudo também comparou o tempo de armazenamento de 3 dias e de 150 dias com termociclagem. Os autores mostraram que os espécimes cimentados com cimento contendo MDP apresentaram os maiores valores de união e foram significativamente diferente dos grupos cimentados com o outro cimento, com todos os tratamentos de superfície. Após a termociclagem, a grande maioria dos espécimes se descolaram espontaneamente, com exceção do grupo cimentado com Panavia e com a zircônia tratada com partículas de óxido de alumínio. Neste grupo a resistência de união diminuiu após a ciclagem, mas não de maneira significativa.

Luthy et al. (2006) avaliaram a resistência de união ao microcisalhamento de diferentes cimentos (Ketac-Cem, Nexus, Rely X Unicem, Superbond C & B, Panavia F e Panavia 21) à zircônia YTZP jateada com óxido de alumínio após termociclagem. Após envelhecimento a resistência de união de Ketac-Cem e Nexus foi muito baixa, contudo quando este último foi combinado com a silicatização (somente utilizada para este cimento) da zircônia, estes produziram altos valores de resistência de união. Os cimentos resinosos Rely X Unicem, Superbond C & B, Panavia F e Panavia 21 obtiveram altos valores de resistência de união, sendo os valores mais altos os do grupo Panavia 21. A termociclagem afetou significativamente a resistência de união dos cimentos Ketac-Cem, Nexus e Superbond C & B, enquanto que a resistência dos cimentos Nexus (com silicatização), Panavia F e Unicem não foram alteradas significativamente. O cimento Panavia 21 foi o único que aumentou a sua resistência de união com a zircônia após o envelhecimento e apresentou somente falhas coesivas. O cimento

Superbond C & B apresentou altos valores de resistência de união antes da ciclagem, que segundo os autores se deve ao grupo anidro do monômero 4-META, o qual tem afinidade química aos óxidos metálicos, contudo diminuiu de forma significativa após a ciclagem. Esta redução foi explicada pela absorção de água pela resina contendo PMMA durante a ciclagem, o qual parece enfraquecer a união química. Os cimentos Panavia F e Panavia 21 apesar de serem da mesma marca comercial e apresentarem os mesmos monômeros fosfatados, após o envelhecimento o primeiro aumentou não significativamente sua resistência ao contrário do segundo que aumentou bastante, de acordo com os autores a diferença de resultado foi atribuída a forma de polimerização, sendo o primeiro de polimerização dual e o segundo autopolimerizável. Em relação às falhas, todas as fraturas ocorreram na interface entre a superfície cerâmica e o cimento ou dentro do cimento. O modo de falha do cimento Ketac-Cem foi quase somente coesiva, o que segundo os autores indica suas pobres propriedades mecânicas.

Liu et al. (2011) avaliaram o comportamento de degradação adesiva de um cimento auto-adesivo (G-CEM) sob simulação das condições orais, pela comparação com o comportamento de três cimentos resinosos convencionais (Linkamx HV, Clearfil Esthetic Cement e SuperBond) os quais foram aplicados sobre a zircônia tratada com os respectivos silanos recomendados pelos fabricantes (Ceramic Primer, Clearfil Ceramic Primer, and Porcelain Liner M). Os mesmos silanos foram utilizados com o cimento auto-adesivo. O cimento G-CEM apresentou significativamente maior sorção de água e solubilidade que os cimentos resinosos convencionais. A resistência de união para todos os grupos silano/cimento foi reduzida significativamente pela ciclagem térmica. A resistência de união do cimento auto-adesivo com os 3 silanos foi diminuída comparando-se os espécimes não ciclados com os ciclados com 10 mil ciclos. Segundo os autores esta maior degradação foi devido as características inerentes dos cimentos modificado por ionômero de

vidro e também devido a presença de um grande número de monômeros funcionais hidrofílicos. Contudo esta resistência parece ser estabilizada com uma degradação não significativa quando os espécimes são ciclados de 10 mil a 30 mil ciclos. Contrário a este comportamento, os cimentos resinosos continuaram a degradar através dos sucessivos ciclos térmicos. A ciclagem com 30 mil ciclos do cimento auto-adesivo não diferiu significativamente dos 3 cimentos convencionais. Assim os autores concluem que este cimento auto-adesivo modificado por ionômero de vidro pode ser uma alternativa prática aos cimentos convencionais para adesão a longo prazo em zircônia silanizada.

### **3 PROPOSIÇÃO**

Avaliar a retenção de coroas de zircônia estabilizada com óxido de ítrio sobre núcleo de resina composta, em função de diferentes tratamentos de superfície interna da cerâmica (silicatização e vitrificação) e diferentes cimentos (resinoso convencional, resinoso químico, a base de ionômero de vidro modificado por resina, auto-adesivo e de fosfato de zinco)

#### **3.1 Hipóteses**

- 1) Os cimentos resinosos adesivos promoverão valores de retenção similares entre si;
- 2) Cimentos resinosos adesivos apresentarão maiores valores de retenção do que os cimentos auto-adesivo, de ionômero de vidro e fosfato de zinco;
- 3) Os tratamentos de superfície interna da cerâmica YTZP aumentarão os valores de retenção independente do cimento.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Delineamento Experimental

Para determinar o número de dentes por grupo, foi realizado o cálculo amostral baseado em 3 outros artigos (Palacios et al., 2006; Johnson et al., 2004; Johnson et al., 1998), onde os autores escolheram 12 amostras por grupo com o objetivo de encontrar diferença estatística. O cálculo amostral foi realizado através de um software\*. Com um poder estatístico de 80%, média de desvio padrão de 1,7 e uma diferença detectável de 2,3 Mpa, foi estabelecido  $n = 12$ , somando um total de 108 dentes divididos em 9 grupos experimentais.

Os 108 dentes foram então numerados e através de um programa de computador\*\* foram randomizados para serem alocados nos 9 grupos do estudo.

Após, uma análise estatística foi realizada para analisar se as médias das distâncias mésio-distal e vestibulo-lingual dos dentes de cada grupo eram semelhantes estatisticamente, para configurar uma distribuição homogênea dos espécimes nos grupos. Caso os grupos não fossem homogêneos, o processo de randomização era repetido.

---

\*Software do site *Java Applets for Power and Sample Size* ([www.stat.uiowa.edu/~rlenth/Power/](http://www.stat.uiowa.edu/~rlenth/Power/)).

\*\*O programa de computador encontra-se no site: [www.randomizer.org](http://www.randomizer.org).

## **4.2 Seleção dos dentes**

Cento e oito (108) molares humanos recentemente extraídos foram limpos imediatamente após serem extraídos e desinfetados com cloramina 1% por 1 semana e posteriormente armazenados em água destilada em baixa temperatura. Os critérios de inclusão dos dentes nesse estudo foram: primeiros, segundos ou terceiros molares hígidos, dentes sem restaurações e dentes sem sinais de fratura.

Este trabalho foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (protocolo: 059/2009-PH/CEP).

## **4.3 Preparo para coroa total**

Inicialmente os dentes foram incluídos em resina acrílica dentro de um dispositivo (Figura 1A) feito especialmente para que a resina acrílica obtivesse um formato adequado para o teste de tração. Para isso, a parte oclusal de cada dente foi colada em uma ponta adaptada fixada a um delineador, de modo que os dentes fossem incluídos perpendiculares em relação ao seu longo eixo e 3 mm aquém da junção amelo-cementária (Figura 1B).

A superfície oclusal de todos os dentes foram cortadas com o auxílio de um disco diamantado montado em uma máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler, EUA), 4 mm aquém da junção amelo-cementária, estabelecendo-se assim a altura do preparo para coroa total. Após, uma caneta de alta rotação fixada a um equipamento adaptado (Figura 1C), com pontas diamantadas tronco-cônicas (KG 3139 e KG 3139FF, KG Sorensen, Cotia, Brasil) paralelas ao longo eixo vertical do dente, criou um ângulo de convergência padronizado para o preparo dos

molares, os quais tiveram a face axial reduzida com profundidade de 1,5 mm (= espessura da ponta diamantada). Para um melhor controle do desgaste, a cada 5 dentes uma ponta diamantada foi utilizada.

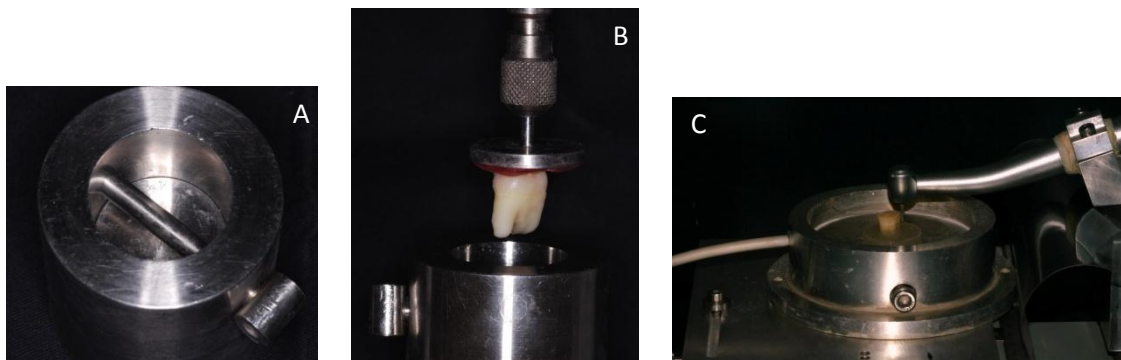


Figura 1 – A) Dispositivo para embutir as raízes; B) dentes no delineador perpendicularmente fixado em relação ao seu longo eixo; C) caneta de alta rotação fixada a um equipamento adaptado, com pontas diamantadas tronco-cônicas paralelas ao longo eixo vertical do dente.

Os 108 dentes receberam um pino de fibra de vidro no interior do canal mais amplo e um núcleo de preenchimento de resina composta. Para tanto, os seguintes procedimentos foram realizados:

- a) Moldagens, troqueis, matrizes plásticas: Inicialmente, utilizando-se moldeiras individuais, cada preparo (Figura 2A) foi moldado com silicona de adição (Elite – Zhermack, Badia Polesine, Italy). Gesso especial tipo IV (Durone) foi manipulado e vazado no molde, conforme as recomendações do fabricante, obtendo-se 1 troquel para cada preparo. Sobre cada troquel foi confeccionada uma matriz de silicone (Figura 2B) em uma plastificadora a vácuo. Assim, cada reconstrução em resina composta assumiu a geometria do preparo correspondente;

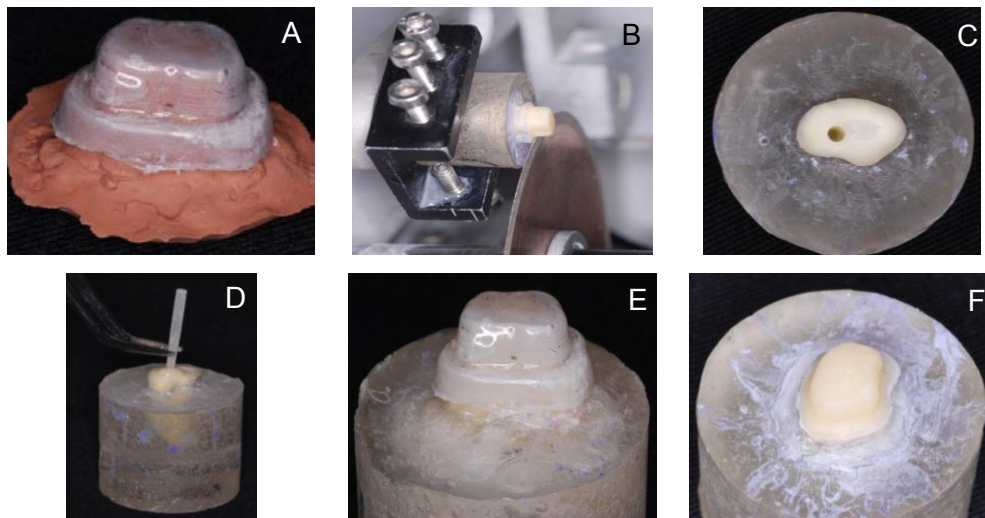


Figura 2 – A) Modelo obtido a partir da moldagem do dente preparado em dentina com a sua matriz de silicone; B) núcleo de dentina sendo cortado; C) dente após remoção do núcleo de dentina; D) cimentação do pino; E) confecção do núcleo de resina composta com a matriz de silicone; F) núcleo de resina composta finalizado.

- b) **Remoção do preparo:** os espécimes foram fixados em uma máquina de corte de precisão (ISOMET 1000\* - Buehler, EUA) onde a parte coronária correspondente ao preparo da dentina foi removida;
- c) **Preparo do canal radicular:** O canal mais amplo de cada molar foi preparado (2/3 do comprimento radicular) com a broca do sistema de pinos # 2 (White Post DC, FGM, Joinville, Brasil). Após a prova do pino dentro do canal, o retentor intra-radicular foi seccionado na região coronária, a fim de permanecer 4 mm de extensão coronária;
- d) **Cimentação dos pinos:** Cada pino foi limpo com algodão embebido em álcool 70% e silanizado (Prosil – FGM, Joinville, Brasil) com auxílio de um micro-brush, aguardado-se 5 minuto para a evaporação do solvente. O interior do canal e a

região coronária da dentina foram condicionados com ácido fosfórico a 37%, após o adesivo Ambar (FGM, Joinville, Brasil) foi aplicado em toda a dentina (interior do canal e remanescente coronário) e polimerizado. O cimento resinoso (AllCem, FGM, Joinville, Brasil) foi manipulado e aplicado no canal conforme as recomendações do fabricante. O pino foi então inserido no canal, os excessos removidos e a fotopolimerização realizada por 40 s (Radii-Cal, SDI, Australia);

- e) **Reconstrução coronária:** Inicialmente uma camada de aproximadamente 1mm de resina composta (Opalis – FGM, Joinville, Brasil) foi aplicada diretamente sobre o pino e dentina, seguida de fotoativação, para garantir o contato entre a resina e o substrato. Então, a resina foi colocada dentro da matriz de silicone previamente obtida, a qual foi posicionada sobre o pino e a superfície do dente. A fotoativação foi executada por 40 s através das superfícies vestibular, lingual, mesial e distal;
- f) **Acabamento do preparo:** com uma broca de acabamento de dentina (3139 FF, KG Sorensen, Cotia, Brasil), foi feita uma finalização superficial da reconstrução, a fim de remover rugosidades e excessos na região de término. Além disso, todos preparos foram limpos com escova de Robinson e pasta de pedra pomes.

#### 4.4 Confeção das coroas

Os preparos dos 108 espécimes foram moldados com material de impressão polivinilssiloxano (sistema Elite HD, Zhermack, Badia Polesine, Itália). O gesso tipo CAM-BASE (Dentona), contendo componentes à base de titânio para auxiliar na digitalização do preparo, foi manipulado e vertido sobre o molde obtido. Os troquéis foram levados ao CEREC IN LAB MC XL (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Alemanha), equipamento de bancada CAD/CAM. Este aparelho funciona conectado a um computador independente, através da sua conexão via cabo ou rede, o qual possui uma câmara de fresagem com dois motores e mandris preparados para duas brocas diamantadas. A imagem do modelo foi tomada através do scanner interno da unidade de captura e transferida para o Software Inlab 3,60.

Uma infraestrutura contendo retenções na superfície oclusal (Figura 3) foi projetada no programa (Software Inlab 3,60) para cada troquel e a máquina de fresagem CEREC IN LAB MC XL (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Alemanha) com duas brocas usinou as infra-estruturas a partir de um bloco cerâmico de VITA In-Ceram 2000 YZ CUBES - YZ-20/19 (15,5 X 19 X 20 mm) (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). A espessura de cimento estabelecida foi 30 µm.



Figura 3- Coroas de zircônia com retenções para posterior embutimento em resina acrílica.

A sinterização da infraestrutura usinada foi realizada em um forno Zircomat (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), conforme as recomendações do fabricante. Após, cada infraestrutura ter sido testada no seu respectivo preparo, todas foram limpas em Ultrassom (Vitasonic – VITA) com água destilada durante 5 min.

#### **4.5 Cimentação das coroas**

Cada infraestrutura foi cimentada utilizando um dispositivo que exerceu uma força de 750 g sobre o conjunto dente embutido/infraestrutura YTZP, de acordo com as estratégias descritas no Quadro 1. A composição dos cimentos utilizados está no Quadro 2.

Quadro 1 – Disposição dos grupos experimentais

<b>Grupos (n=12)</b>	<b>Cimento</b>	<b>Tratamento da cerâmica</b>
MultC	*Cimento Resinoso Quimicamente Ativado (Multilink Automix)	álcool Isopropílico + silanização
MultS		silicatização + silanização
MultV		aplicação de vidro + condicionamento com HF + silanização
RelC	#Cimento Resinoso Convencional Dual (Relyx ARC)	álcool Isopropílico + silanização
RelS		silicatização + silanização
RelV		aplicação de vidro + condicionamento com HF + silanização
Ion	CIV modificado por resina Dual (Relyx Luting)	-
Self	Cimento Resinoso Auto-adesivo Dual (Relyx U100)	-
Zinc	Cimento de Fosfato de Zinco (Cimento de Zinco)	-

\*sistema adesivo do remanescente: auto-condicionante, passo único e quimicamente ativado (Multilink).

#sistema adesivo do remanescente: condicionamento total, passo único e fotopolimerizável (Single Bond).

Quadro 2 – Composição química dos cimentos testados

<b>Cimento</b>	<b>Marca Comercial</b>	<b>Composição</b>
Multilink Automix	Ivoclar/Vivadent	Dimetacrilato, HEMA, partículas de vidro de bário e dióxido de silício, itérbio trifluoreto, catalisadores, estabilizantes e pigmentos.
Relyx ARC	3M ESPE (St Paul, MN, USA)	Dimetacrilato glicerolato Bisfenol-A- (Bis-GMA), dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), polímero, partículas de carga de zircônia e sílica.
Relyx Luting	3M ESPE (St Paul, MN, USA)	Vidro de fluoraluminossilicato, agente de propriedades reduzidas, HEMA, água, agente opacificador, ácido policarboxílico, Bis-GMA, persulfato de potássio, partículas de carga de zircônia e sílica.
Relyx U100	3M ESPE (St Paul, MN, USA)	Pó de vidro, esteres de ácido fosfórico metacrilato, TEGDMA, sílica tratada com silano e perdulfato de sódio.
Cimento de Fosfato de Zinco	SS White	Óxido de zinco, óxido de magnésio, corantes, ácido fosfórico, hidróxido de alumínio, óxido de zinco e água destilada.

#### 4.4.1 Descrição dos grupos

**Tratamento do substrato dos grupos (MultC, MultS, MultV) cimentados com Multilink:** A dentina/resina composta foi submetida ao tratamento com o sistema adesivo químico do cimento Multilink (Primer A + Primer B – Ivoclar Vivadent), com auxílio de um micro-brush, o excesso foi removido com um leve jato de ar.

**Tratamento do substrato dos grupos (RelC, RelS, RelV) cimentados com Relyx ARC:** O sistema adesivo Single Bond foi aplicado na dentina/resina composta de acordo com os procedimentos: 1) condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 37% (Condac 37 – FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15 s; 2) lavagem com água destilada; 3) remoção do excesso de água com papel absorvente; 4) aplicação do

sistema adesivo Single-Bond 2 (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil), usando micro-brushes (Cavibrush – FGM, Joinville, SC, Brasil); 5) fotoativação por 40 s com LED (Radii-Cal, SDI, Australia) (potência: 1200 mW/cm<sup>2</sup>).

**Tratamento da superfície cerâmica dos grupos (MultC, RelC) tratados com álcool:** A região interna da infraestrutura foi limpa com álcool isopropílico e secagem natural com a evaporação do produto. Após, as infraestruturas foram silanizadas com o agente silano (ESPE-Sil - 3M ESPE) aguardado 5 min para evaporação completa.

**Tratamento da superfície cerâmica dos grupos (MultS, RelS) tratados com silicatização:** A região interna da infraestrutura foi jateada com partículas de óxido de alumínio recobertas com partículas de silício 30 µm (Cojet Sand - 3M ESPE). O jateamento foi realizado com o auxílio de um dispositivo adaptado (Amaral et al., 2006) a pressão constante de 2,8 bar, a uma distância de 15 mm da região oclusal da infraestrutura cerâmica, sob movimentos circulares. Após, as infraestruturas foram silanizadas com o agente silano (ESPE-Sil - 3M ESPE) aguardado 5 min para evaporação completa.

**Tratamento da superfície cerâmica dos grupos (MultV, RelV) tratados com vitrificação:** A superfície interna da infraestrutura cerâmica correspondente, recebeu a aplicação de uma única camada de Glaze VITA AKZENT (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) na superfície de cimentação, com o auxílio de um pincel. As infraestruturas foram submetidas ao ciclo de sinterização do vidro de acordo com as instruções do fabricante. Após, a superfície foi condicionada com ácido fluorídrico (HF) por 1 min, lavada com spray ar-água e seca pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em ultra-som (5 min em H<sub>2</sub>O destilada), e então, realizada a silanização da

superfície, aguardando-se 5 min (ESPE-Sil - 3M ESPE, St. Paul., MN, EUA).

**Cimentação dos grupos (MultC, MultS, MultV) com cimento Multilink:**

O cimento resinoso Multilink (Ivoclar Vivadent) foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado no interior da infra-estrutura. Com a ajuda de um delineador adaptado, uma carga de 750 g foi aplicada sobre a infra-estrutura por 5 min, e os excessos foram removidos logo após o assentamento da mesma.

**Cimentação dos grupos (RelC, RelS, RelV) cimentados com Relyx**

**ARC:** O cimento resinoso Rely-X ARC (3M ESPE) foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado no interior da infra-estrutura. Com auxílio de um delineador adaptado, uma carga de 750 g foi aplicada sobre a infra-estrutura por 5 min, e os excessos foram removidos logo após o assentamento da mesma. As 4 faces expostas do dente foram polimerizadas utilizando um fotopolimerizador tipo LED (SmartLite - Dentisply) por 40 s.

Nos grupos Ion, Self e Zinc não foram realizados nenhum tratamento no substrato nem na superfície cerâmica.

**Cimentação do grupo Self:** O cimento resinoso da geração auto-adesivo U100 (3M ESPE) foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado no interior da infra-estrutura. Com auxílio de um delineador adaptado, uma carga de 750 g foi aplicada sobre a infra-estrutura por 5 min, e os excessos foram removidos logo após o assentamento da mesma. As 4 faces expostas do dente foram polimerizadas utilizando um fotopolimerizador tipo LED (SmartLite - Dentisply) por 40 s.

**Cimentação do grupo Ion:** O cimento à base de Ionômero de Vidro modificado por Resina Composta, Rely-X Luting (3M ESPE), foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado no interior da infra-estrutura. Com auxílio de um delineador adaptado, uma carga de 750 g foi aplicada sobre a infra-estrutura por 5 min, e os excessos foram removidos logo após o assentamento da mesma. As 4 faces expostas do dente foram polimerizadas utilizando um fotopolimerizador tipo LED (Radii-Cal, SDI, Australia) por 40 s.

**Cimentação do grupo Zinc:** O cimento à base de fosfato de zinco (Cimento de Zinco - SS White) foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado no interior da infra-estrutura. Com auxílio de um delineador adaptado, uma carga de 750 g foi aplicada sobre a infra-estrutura por 5 min, e os excessos foram removidos logo após o assentamento da mesma.

#### **4.6 Termociclagem**

Após a cimentação, todos os espécimes foram armazenados em água destilada à 37°C (Estufa Bacteriológica) por 24 h e então foram submetidos à ciclagem térmica (Número de ciclos: 6.000; Temperaturas: 5°C – 55°C com 30 s em cada banho e 2 s de transição entre os banhos), segundo Palacios et al. (2006) e Ernst et al. (2005).

#### 4.7 Tração das coroas

Após a termociclagem, as infraestruturas foram embutidas em resina acrílica até total recobrimento as retenções da infraestrutura. Este procedimento foi realizado, seguindo o mesmo eixo do embutimento das raízes, com auxílio de um delineador adaptado (Figuras 4A e 4B). A base inferior do conjunto foi fixada na mesa de uma máquina de ensaio universal (EMIC- DL 1000) e a base superior foi conectada a uma junta universal, ligada a uma célula de carga de 100 N e o teste de tração foi realizado com velocidade de 1 mm/min (Figura 4C).

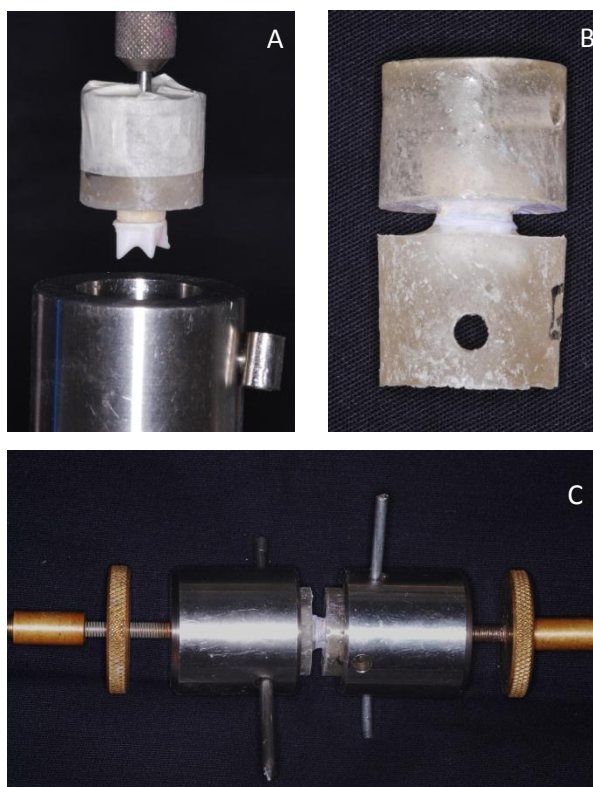


Figura 4 – A) Embutimento da coroa no mesmo eixo do embutimento das raízes, com auxílio de um delineador adaptado; B) dente e coroa embutidos; C) espécime dentro do dispositivo de teste pronto para ser testado.

#### **4.8 Análise das superfícies fraturadas**

Todos os conjuntos fraturados foram analisados em estereomicroscópio (Discovery V20, Carl-Zeiss, Gotingen, Alemanha) para avaliação do tipo de fratura. A classificação foi realizada em função da localização da maior parte de quantidade de cimento: mais de 50% do cimento na coroa; mais de 50% de cimento no substrato e falha catastrófica (soltura do pino). Imagens representativas dos espécimes fraturados serão realizadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

#### **4.9 Análise estatística**

Os valores nominais de retenção à tração em Kgf, foram tabulados em planilhas e analisados por meio de estatísticas descritivas no programa Statistix 8. A normalidade de distribuição foi verificada com o teste de Shapiro-Wilk e a homocedasticidade pela Prova de Levene. Os dados de retenção à tração foram analisados por meio do teste de Kruskal Wallis e teste Dunn.

## 5 RESULTADOS

Os dados apresentaram distribuição não normal e não homogênea (teste de Shapiro-Wilk e Prova de Levene respectivamente), assim o teste não-paramétrico Kruskal Wallis e teste Dunn foram realizados para verificar diferença entre os grupos. Para uma melhor comparação entre os dados, foram realizadas duas análises estatísticas:

- 1) Comparação entre os grupos com cimentos resinosos convencionais (grupos com tratamento de superfície da cerâmica);
- 2) Comparação entre os grupos de cimentos sem tratamento de superfície da cerâmica.

A mediana assim como o máximo, o mínimo, 1º quartil e 3º quartil de todos os grupos estão apresentados no gráfico Box-plot (Figura 5).

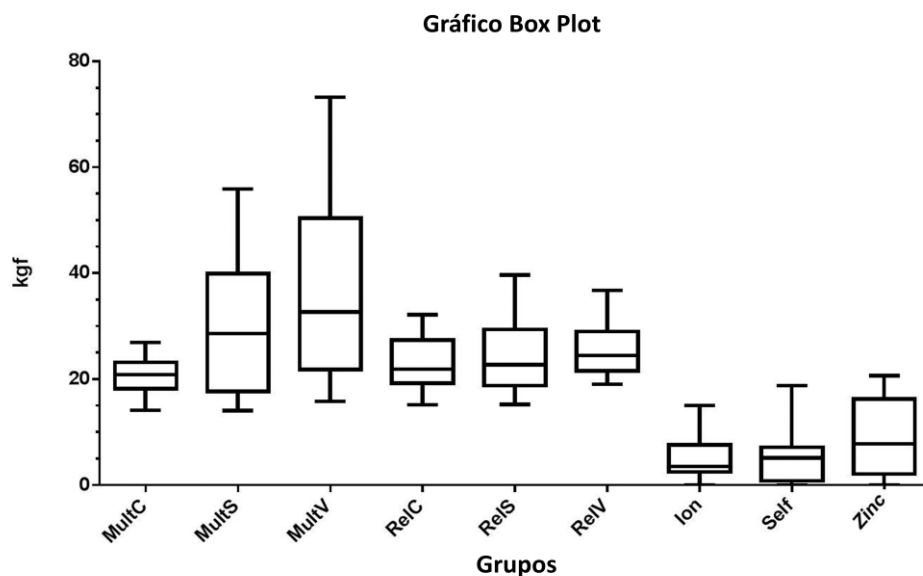


Figura 5 - Gráfico box-plot de todos os grupos, onde as linhas verticais superior e inferior representam o valor de retenção mais alto e o mais baixo respectivamente. As linhas superior e inferior da caixa representam os percentis 75 e 25 respectivamente. A linha horizontal representa a mediana.

As comparações dos grupos cimentados com os cimentos adesivos resinosos podem ser vistas na Tabela 1.

Tabela 1 - Mediana (distância interquartil) dos dados de retenção à tração (kgf)

Trat. Superfície Cimento	Controle	Silicatização	Vitrificação
<b>Multilink</b>	20,0 ± (5,5) Aa	28,5 ± (22,0) ABa	32,5 ± (28,5) Ba
<b>Relyx ARC</b>	21,5 ± (8,5) Aa	22,0 ± (10,0) Aa	24,0 ± (7,3) Aa

Letras maiúsculas diferentes indicam uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os tipos de tratamento de superfície mantendo o mesmo cimento (linha).

Letras minúsculas diferentes indicam uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os cimentos mantendo o mesmo tratamento de superfície (coluna).

O método da vitrificação mostrou valores de retenção significativamente maiores que o grupo controle (sem tratamento de superfície), somente para os grupos cimentados com Multilink.

A Tabela 2 mostra as comparações entre os grupos sem tratamento da superfície interna da cerâmica. Os cimentos a base de Bis-GMA e HEMA mostraram valores de retenção mais altos que os outros grupos.

Tabela 2 - Mediana (distância interquartil) dos dados de retenção à tração (kgf)

Cimentos	Mediana
<b>MultC</b>	20,0 ± (5,5) a
<b>RelC</b>	21,5 ± (8,5) a
<b>Ion</b>	5,1 ± (6,4) b
<b>Self</b>	3,5 ± (5,2) b
<b>Zinc</b>	7,7 ± (14,2) b

Letras diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os tipos de cimento.

A análise de falha indicou que a maioria dos grupos apresentaram maiores porcentagens de cimento remanescente no núcleo de resina composta após o teste de tração, exceto para as coroas cimentadas com o cimento Multilink (Figura 6), o qual a maioria das falhas foram catastróficas e para as coroas cimentadas com cimento de ionômero de vidro modificado por resina (Relyx Luting), o qual todos os espécimes mostraram que a maior parte do cimento remanescente permaneceu na coroa. Imagens representativas são mostradas na Figura 7.

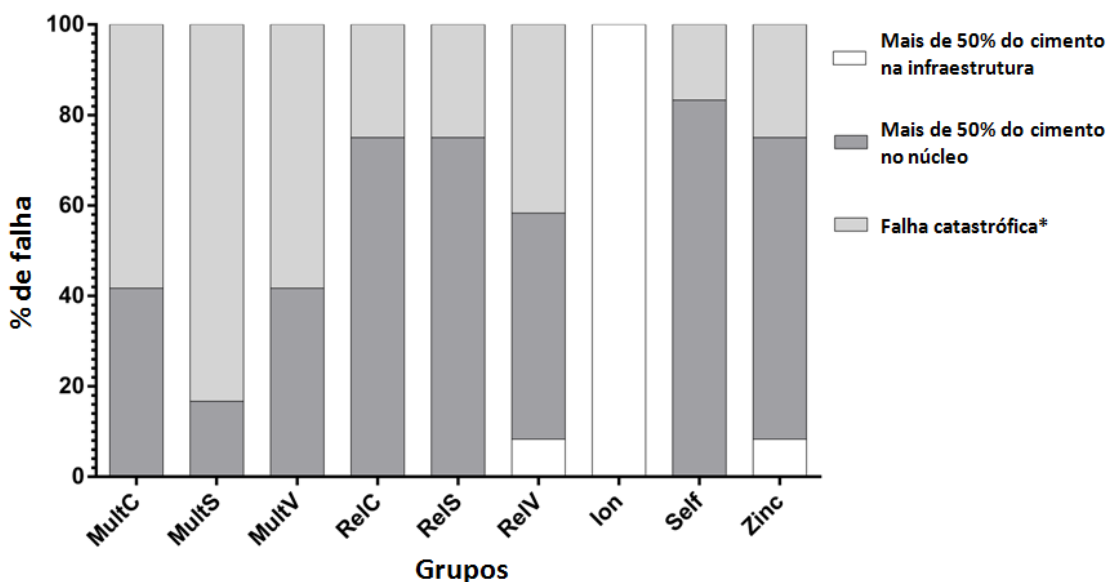


Figura 6 - Porcentagens dos tipos de falha para cada cimento. Falha catastrófica\*: descimentação do pino.

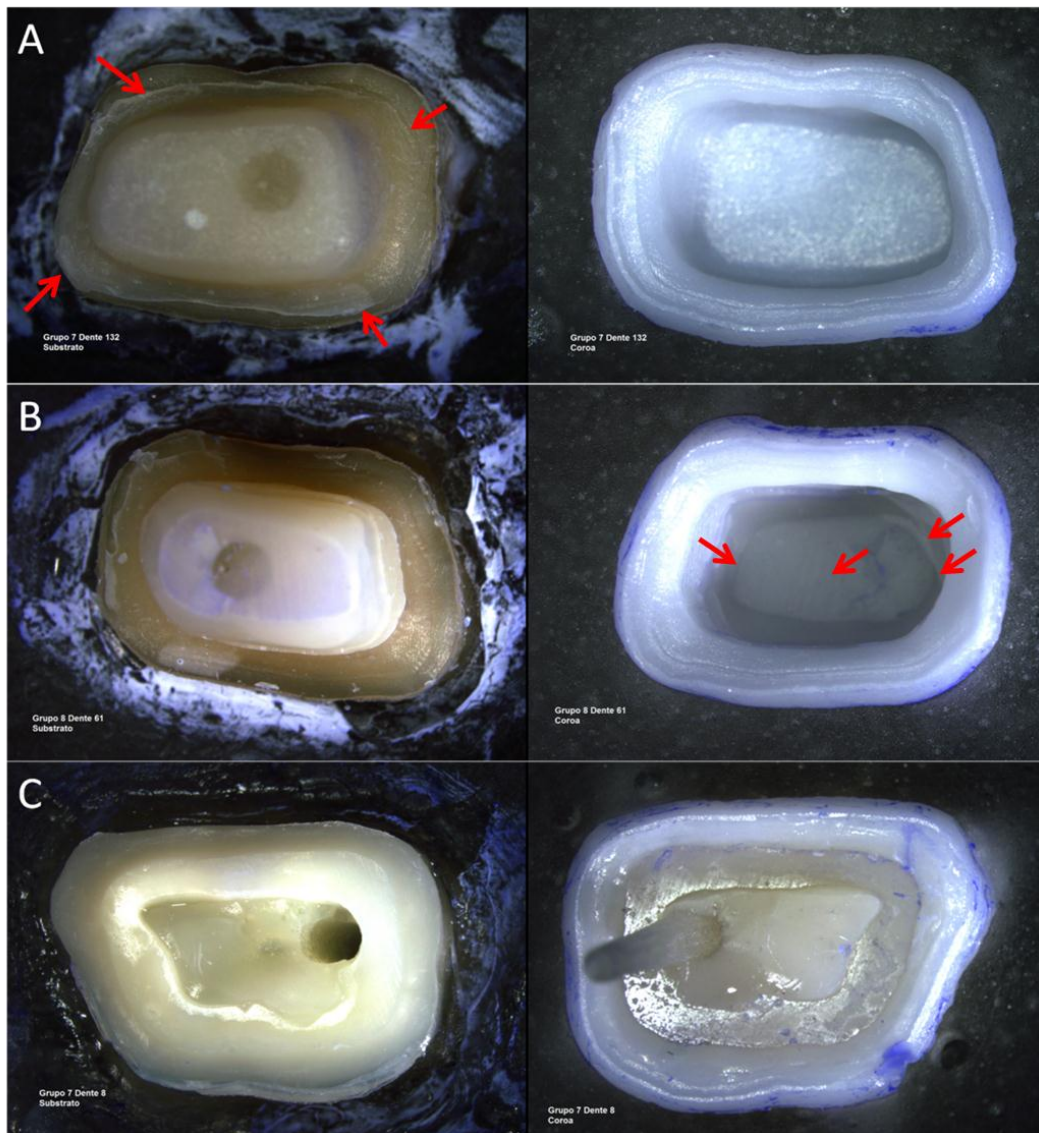


Figura 7 - Fotos do estereomicroscópio dos tipos de falha. A) mais de 50% de cimento sobre o núcleo de resina composta; B) mais de 50% do cimento na superfície interna da coroa; C) falha catastrófica.

Imagens representativas da superfície da zircônia tratada realizadas em MEV podem ser vistas na Figura 8. Mudanças relevantes podem ser observadas nos discos onde foram realizados tratamentos de superfície, quando comparados com aqueles os quais a superfície não foi tratada (Figura 8A). Partículas de cerâmica YTZP densamente sinterizada e os limites dos grãos podem ser vistos no disco jateado com partículas de óxido de alumínio de 30  $\mu\text{m}$  cobertas por sílica (Figura 8B).

Depressões e microretenções causadas pelo condicionamento da superfície vitrificada com ácido fluorídrico podem ser vistas na Figura 8C.

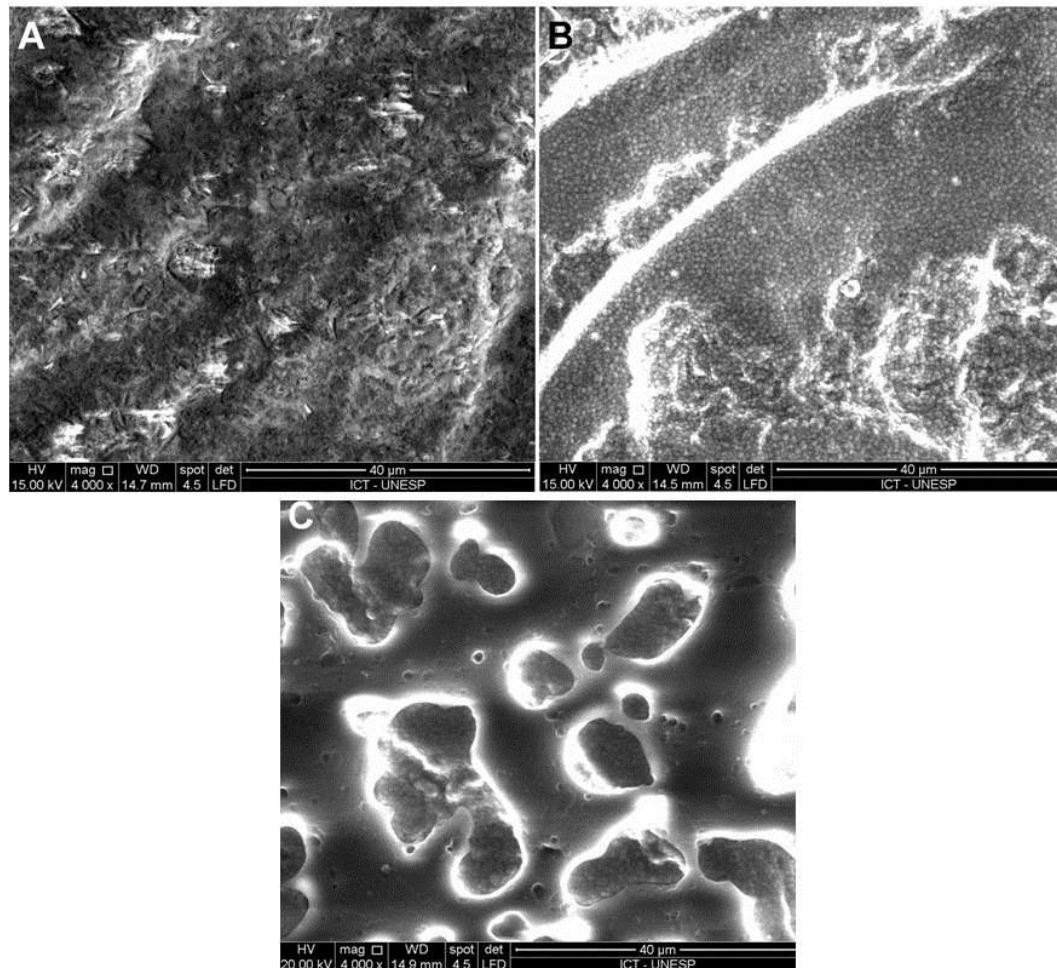


Figura 8 - Imagens representativas do MEV da superfície da cerâmica YTZP. A) Zircônia sem tratamento de superfície; B) zircônia jateada com partículas de óxido de alumínio de 30 µm recobertas por sílica; C) zircônia vitrificada e condicionada com ácido fluorídrico.

## 6 DISCUSSÃO

Os valores de retenção obtidos para ambos cimentos resinosos, Multilink e Relyx ARC, não foram estatisticamente diferentes um do outro. Assim, a primeira hipótese do estudo foi aceita. O cimento Multilink Automix contém moléculas HEMA, as quais possuem radicais hidroxil, o que aumenta a estabilidade do monômero sob água e em condições ácidas (Mirmohammadi et al., 2010). Além disso este cimento é quimicamente ativado o que minimiza a contração de polimerização devido a uma reação mais lenta de polimerização.

É importante notar contudo, que os três grupos cimentados com Multilink mostraram altas porcentagens de falhas catastróficas, especialmente o grupo MultS. Assim, pode-se inferir que a descimentação do pino da dentina intracanal antes da descimentação da coroa, indica que a resistência de união entre pino e dentina intrarradicular foi menor que a entre coroa e resina composta, o que leva a supor que se o pino não tivesse descimentado, os valores de retenção destes grupos apresentariam maiores valores de retenção. Esta observação é confirmada através dos resultados obtidos por Palacios et al. (2006), os quais mostraram que os valores de retenção à tração de alguns grupos experimentais foram influenciados pelas falhas coesivas da infraestrutura da zircônia e dos dentes, subestimando os reais valores de retenção. Além disso, no presente estudo, os espécimes cimentados com Multilink apresentaram maiores valores de falhas catastróficas do que o cimento Relyx ARC, o que nos leva a inferir que o cimento Multilink poderia talvez promover maiores valores do que o último, se os pinos não tivessem descimentados. De acordo com Luthy et al. (2006), Relyx ARC é um cimento resinoso convencional dual a base de Bis-GMA que não

possui monômeros funcionais na sua composição, o que não facilita qualquer tipo de união química à coroa de zircônia ou ao núcleo de resina composta.

Considerando o fator —~~tratamento~~ "tratamento de superfície", este somente foi significativo para o cimento Multilink, assim a segunda hipótese foi rejeitada. A silicatização não aumentou os valores de retenção das coroas cimentadas com os cimentos Multilink e Relyx ARC em relação aos respectivos grupos controles. Este achado pode estar relacionado à dificuldade de aplicação da camada de sílica sobre a superfície da zircônia, já que a cerâmica YTZP possui uma dureza e tenacidade à fratura muito altas. Ntala et al. (2010) mostraram que este tratamento de superfície não cria uma retenção micromecânica eficiente para a união adesiva, o que confirma o achado do presente estudo. Além disso, de acordo com Borges et al. (2003) e Oyague et al. (2009), jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm tem pouco efeito na morfologia da superfície de zircônias e não resulta em uma profunda modificação da superfície. Além disso, no presente estudo, partículas ainda menores foram usadas (30 µm) e isto provavelmente diminuiu ainda mais a provável modificação da superfície. Talvez essa seja a razão porque o grupo cimentado com a zircônia silicatizada e com o cimento Relyx ARC mostrou uma grande quantidade de cimento remanescente sobre a superfície do núcleo e não sobre a superfície da coroa.

O processo de vitrificação usado foi eficiente somente para o cimento Multilink, já que o grupo MultV apresentou valores de retenção maiores que os grupos controles. Contudo para este grupo a maioria das falhas foram também catastróficas ou com falha entre coroa e cimento, já que grandes quantidades de cimento permaneceram sobre a superfície do núcleo. Como previamente mencionado, se os espécimes que fraturaram catastróficamente pudessem ser testados, as falhas provavelmente teriam ocorrido entre coroa e cimento, já que este grupo

não apresentou falhas entre núcleo e cimento.

Assim, é provável que a camada de vidro sobre a superfície interna da coroa tenha causado um aumento de fricção entre coroa e as paredes do preparo, levando a um aumento dos valores de retenção, já que segundo Vanderlei et al. (2013), esta camada possui aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  de espessura. Além disso, estes autores mostraram que uma das limitações da técnica da vitrificação é a dificuldade em padronizar a aplicação do glaze dentro da infraestrutura da cerâmica, porque a camada vítrea formada possui uma espessura suficiente para interferir no assentamento da infraestrutura sobre o núcleo. Assim, o aperfeiçoamento da técnica de aplicação da camada vítrea necessita ser mais estudada para reduzir seu efeito sobre a adaptação marginal.

Quando todos os cimentos sem tratamento da superfície foram comparados, os grupos que apresentaram os maiores valores de retenção foram os a base de Bis-GMA e a base de HEMA. Assim, a terceira hipótese deste estudo foi aceita. Considerando o cimento Relyx U100, o qual possui em sua composição química ésteres fosfóricos metacrilatos, este cimento tem mostrado que estes monômeros podem unir-se a superfície cerâmica por meio do mesmo mecanismo descrito para o monômero MDP (também um éster de ácido fosfórico metacrilato) (Miragaya et al., 2011). Além disso, Yap et al. (2002) reportaram que o mecanismo de união do Relyx Unicem lembra o mecanismo dos cimentos auto-adesivos de ionômero de vidro e uma possível melhora na resistência de união pode ocorrer depois da maturação do cimento com o tempo. Contudo de acordo com a análise de falha, a qual mostrou uma grande quantidade de cimento remanescente incrustado no núcleo de resina composta, podemos concluir que a falha de união ocorreu entre cimento e zircônia.

Fabricantes dos cimentos de ionômero de vidro reforçado por resina reportam que embora este material possua afinidade química

com a hidroxiapatita da dentina, talvez este cimento possua pouca afinidade com a resina composta, o que explicaria seu baixo desempenho em termos de valores de retenção e seu modo de falha, o qual foi entre cimento e núcleo de resina composta para todos os espécimes.

Neste estudo, o cimento de fosfato de zinco foi usado como controle, já que os fabricantes de zircônia também recomendam este cimento para a cimentação destas coroas. É interessante notar que este cimento foi estatisticamente similar aos valores de retenção dos cimentos auto-adesivos, e de ionômero de vidro. O bom comportamento de retenção do cimento de fosfato de zinco pode ser atribuído ao alto coeficiente de fricção entre a coroa e as paredes do núcleo de resina composta, já que este cimento não se une nem à cerâmica nem a resina composta (Hill, Lott, 2011). Além disso, os resultados encontrados para este grupo confirmam que a retenção por fricção foi muito baixa no presente estudo, mostrando que a pouca conicidade do preparo não influenciou os valores de retenção. Os grupos cimentados com os cimentos resinosos somente com a superfície da cerâmica tratada com silano apresentaram valores estatisticamente maiores que o cimento de fosfato de zinco, no qual o único responsável pela retenção foi a fricção.

Uma das limitações deste estudo foi a não mensuração da área adesiva dos preparos para o cálculo da resistência à tração das coroas. Contudo, acredita-se que os valores de força de retenção usados no presente estudo foram confiáveis o suficiente, já que os dentes foram randomizados e os preparos padronizados. Palacios et al. (2006) compararam a resistência à tração (em Mpa) e a carga para a tração de coroas de zircônia (retenção à tração em kgf) e mostraram resultados similares para ambas unidades, devido a homogeneidade do total das áreas preparadas. Estes autores também calcularam a média da área total dos preparos para cada grupo experimental e mostraram que as áreas adesivas foram similares para os diferentes grupos testados.

A relevância clínica deste estudo reside no fato de que os

diferentes protocolos de cimentação das coroas YTZP simulados em um estudo *in vitro* tentam simular uma coroa cimentada sobre um dente reconstruído com pino e núcleo de resina composta. Além disso, o tipo de teste deve ser levado em consideração, quando uma coroa é cimentada em um dente, existem duas interfaces, uma entre o dente e cimento, e outra entre o cimento e coroa, assim quando testes de união são executados nem sempre essas duas interfaces de união são testadas ao mesmo tempo, contudo devem ser levadas em consideração conjuntamente, porque se uma delas for muito fraca (substrato/cimento), por mais que a outra interface seja muito forte (cimento/coróa), o conjunto dente coroa falha. Por isso é importante interpretar com muito cuidado os estudos *in vitro*. Neste estudo foi utilizado o teste de tração justamente para se tentar sugerir um protocolo de cimentação de coroas de zircônia cimentada em resina composta, já que quando existe pouco remanescente dentário, em geral há necessidade de uma ancoragem intrarradicular e reconstrução coronária com finalidade protética, a qual pode ser com pino metálico fundido ou pino de fibra de vidro.

Assim estudos devem ser conduzidos para investigar outros fatores envolvidos na retenção de coroas YTZP, tais como teste de fadiga longitudinal, avaliação de diferentes estratégias de cimentação e outros tratamentos da superfície interna de infraestruturas YTZP.

## 7 CONCLUSÃO

- a) O tipo de cimento resinoso (a base de Bis-GMA e HEMA) apresentaram os valores de retenção das coroas similares;
- b) O tratamento de superfície da cerâmica vitrificação somente foi capaz de melhorar os valores de retenção para o cimento a base de HEMA;
- c) Para superfícies cerâmicas não tratadas, os cimentos resinosos mostraram significativamente maiores valores de retenção do que aqueles obtidos para cimentos auto-adesivos, de inonômero de vidro e de fosfato de zinco.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dental Materials*. 2008;24(9):1268–72.

Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):283-90.

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 Jun;95(6):430-6.

Beuer F, Edelhoff D, Gernet W, Sorensen JA. Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs). *Clin Oral Investig*. 2009;13:445-51.

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

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

Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005;18(1):60-5.

Bottino MA, Baldissara P, Valandro LF, Galhano GA, Scotti R. Effects of mechanical cycling on the bonding of zirconia and fiber posts to human root dentin. *J Adhes Dent*. 2007;9(3):327-31.

---

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

Bottino MA, Bergoli C, Guerra E, Salazar-Marochó SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of y-tzp to dentin: effects of surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent*. 2014;39-32. (accept for publication, doi: 10.2341/12-235-l).

Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: A critical review of "macro" test methods. *Dent Mater*. 2010;26:e38–e49.

Burke FJ. Practice problems, adhesive solutions. *Dental Update*. 2002;29(8):369-71.

Cales B, Stefani Y, Lilley E. Long-term in vivo and in vitro aging of a zirconia ceramic used in orthopaedy. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 1994;28:619–24.

Cattell MJ, Chadwick TC, Knowlesb JC, Clarkec RL. The development and testing of glaze materials for application to the fit surface of dental ceramic restorations. *Dent Mater*. 2009;25(4):431–41.

Christel P, Meunier A, Dorlot J-M, Crolet J-M, Witvoet J, Sedel L, et al. Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopaedic surgery. *Bioceramics: material characteristics versus in vivo behavior*. *Ann NY Acad Sci*. 1988;523:234–56.

Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res*. 1989;23(1):45–61.

Christensen RP, Ploeger BJ. A clinical comparison of zirconia, metal and alumina fixed-prosthesis frameworks veneered with layered or pressed ceramic: a three-year report. *J Am Dent Assoc*. 2010 Nov;141(11):1317-29.

Cura C, Özcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J Adhes Dent*. 2012 Feb;14(1):75-82.

De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*. 2002 Feb;23(3):937-45.

Ernst CP, Cohnen U, Sternder E, Willershausen B. In vitro retentive strenght of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent*. 2005;93(2):551-8.

Ferraris M, Verne E, Appendino P, Moisescu C, Krajewski A, Ravaglioli A, et al. Coatings on zirconia for medical applications. *Biomater.* 2000;21:765–73.

Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature* 1975;258:703-4.

Gupta TK, Bechtold JH, Kuznickie RC, Cado LH, Rossing BR. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mater Sci.* 1978;13:1464–70.

Helmer JD, Driskell TD. Research on bioceramics. Symposium on use of ceramics as surgical implants. Clemson, South Carolina: Clemson University; 1969.

Hill EE, Lott J. A clinically focused discussion of luting materials. *Aust Dent J.* 2011;56(1):67-76.

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

Johnson GH, Hazelton LR, Bales DJ, Lepe X. The effect of a resin-based sealer on crown retention for three types of cement. *J Prosthet Dent.* 2004;91:428-35.

Johnson GH, Lepe X, Bales DJ. Crown retention with use of a 5% glutaraldehyde sealer on prepared dentin. *J Prosthet Dent.* 1998;79:671-6.

Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1991;106:605–11.

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

Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011;105:177-84.

Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006 Feb;22(2):195-200.

Manso AP, Silva NRFA, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and Adhesives for All-Ceramic Restorations. *Dent Clin N Am*. 2011;55:311–32.

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

Meyenberg KH, Luthy H, Scharer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent*. 1995;7:73–80.

Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, de Goes MF, da Silva EM. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. *J Adhes Dent*. 2011;13(5):473-80.

Mirmohammadi H, Abousheliba MNM, Salamehd Z, Feilzera AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dent Mater*. 2010;26(8):786-92.

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

Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, Oka M, Yoshihara K, Minagi S, et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mater J*. 2008 Nov;27(6):842-8.

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

Özcan M, Kerkdijk S, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Invest*. 2008;12(3):279–82.

Oyagüe 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 Feb;25(2):172-79.

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

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 Nov-Dec;35(6):689-96.

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

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomater*. 1999;20(1):1-25.

Potiket N, Chiche G, Finger IM. In vitro fracture strength of teeth restored with different all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2004;92:491-5.

Prestipino V, Ingber A. Esthetic high-strength implant abutments: Part 1. *J Esthet Dent*. 1993;5:29-36.

Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010 Apr;103(4):210-20.

Raigrodski AJ, Yu A, Chiche GJ, Hochstedler JL, Mancl LA, Mohamed SE. Clinical efficacy of veneered zirconium dioxide-based posterior partial fixed dental prostheses: five-year results. *J Prosthet Dent*. 2012 Oct;108(4):214-22.

Reed JL, Lejus AM. Effect of grinding and polishing on near surface phase transformations in zirconia. *Mat Res Bull*. 1977;12:949-54.

Rieth PH, Reed JS, Naumann AW. Fabrication and flexural strength of ultra-fine grained yttria-stabilised zirconia. *Bull Am Ceram Soc*. 1976;55:717.

Roediger M, Gersdorff N, Huels A, Rinke S. Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: four-year clinical results. *Int J Prosthodont*. 2010;23:141-8.

Ruff O, Ebert F, Stephen E. Contributions to the ceramics of highly refractory materials: II. System zirconia - lime. *Z anorg Allg Chem*. 1929;180(1):215-24.

Sabrah AH, Cook NB, Luangruangrong P, Hara AT, Bottino MC. Full-contour Y-TZP ceramic surface roughness effect on synthetic hydroxyapatite wear. *Dent Mater*. 2013 Jun;29(6):666-73.

Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007 Jul-Aug;20(4):383-8.

Schmitter M, Mussotter K, Rammelsberg P, Stober T, Ohlmann B, Gabbert O. Clinical performance of extended zirconia frameworks for fixed dental prostheses: two-year results. *J Oral Rehabil.* 2009;36:610-5.

Shahin R, Kern M. Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. *Dent Mater.* 2010 Sep;26(9):922-8.

Sturzenegger B, Feher A, Luthy I-I, Schumacher M, Loeffel O, Filser F, et al. Clinical study of zirconium oxide bridges in the posterior segments fabricated with the dcm system. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 2000;110:131-9.

Subbarao EC. Zirconia — an overview. *Adv Ceram.* 1981;3:1-24.

Swift Jr EJ, LeValley BD, Boyer DB. Evaluation of new methods for composite repair. *Dent Mater.* 1992 Nov;8(6):362-5.

Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of Phosphate Monomer and Silica Modification on Zirconia. *J Dent Res.* 2008;87(7):666-70.

Teixeira EC, Bayne SC, Thompson JY, Ritter AV, Swift EJ. Shear bond strength of self-etching bonding systems in combination with various composites used for repairing aged composites. *J Adhes Dent.* 2005 Summer;7(2):159-64.

Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater.* 2011;27:71-82.

Tinschert J, Schulze KA, Natt G, Latzke P, Heussen N, Spiekermann H. Clinical behavior of zirconia-based fixed partial dentures made of DC-Zirkon: 3-year results. *Int J Prosthodont.* 2008 May-Jun;21(3):217-22.

Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LVJ, Vallittu PK. Effects of Dental Adhesive Cement and Surface Treatment on Bond Strength and Leakage of Zirconium Oxide Ceramics. *Dent Mater J.* 2008;27(2):159-71.

Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced

ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent.* 2006 Jun;8(3):175-81.

Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont.* 2007 Jan-Feb;20(1):70-2.

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 Mar-Apr;37(2):181-7.

Vanderlei A, Bottino M, Valandro L. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent.* 2013 Apr; 15. Epub ahead of print.

Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent.* 2000;2(2):139-47.

Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. *Int J Prosthodont.* 2002 May-Jun;15(3):267-72.

White SN, Yu Z, Tom JF, Sangsurasak S. In vivo microleakage of luting cements for cast crowns. *J Prosthet Dent.* 1994;71(4):333-8.

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

Wolfart S, Harder S, Eschbach S, Lehmann F, Kern M. Four-year clinical results of fixed dental prostheses with zirconia substructures (Cercon): end abutments vs. cantilever design. *Eur J Oral Sci.* 2009;117:741-9.

Yap AUJ, Cheang PHN, Chay PL. Mechanical properties of two restorative reinforced glass-ionomer cements. *J Oral Rehabil.* 2002;29(7):682-8.

Yesil ZD. Microtensile bond strength testing of resin cements. *Inter Journal Adhes Adhes.* 2009;29:352-5.

## ANEXO – Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA**  
 Av. Eng. Francisco José Lorgis, 777 – Jd. São Dimas  
 CEP 12201-970 – F. 1121 3947-5023  
 Fax 1121 3947-5010 / janete@fosjc.unesp.br

**CERTIFICADO**  
**Comitê de Ética em Pesquisa**  
**Com Seres Humanos**

**CERTIFICAMOS**, que o protocolo nº **059/2009-PH/CEP**, sobre **“Avaliação da resistência à tração de coroas totalmente cerâmicas sobre diferentes substratos e agentes cimentantes após ciclagem térmica”**, sob a responsabilidade de **REGINA AMARAL DOS SANTOS**, tendo como orientador o Prof. Titular Marco Antonio Bottino,, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisa, com seres humanos, conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado por este Comitê de Ética em Pesquisa.

São José dos Campos, 04 de setembro de 2009.


---

**Profa. Adjunta JANETE DIAS ALMEIDA**  
**Coordenadora**

27 de 09  


UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS  
INSTITUTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Av. Eng. Francisco José Longo, 777 – Jd. São Dimas  
CEP 12201-970 – F. (12) 3947-9028 / 9078  
Fax: (12) 3947-9010 / guedes@fosjc.unesp.br / janete@fosjc.unesp.br

---



**Comitê de Ética em Pesquisa  
Envolvendo Seres Humanos**

**ADENDO  
AO CERTIFICADO 059/2009-PH/CEP  
DE 04/09/2009**

De acordo com o parecer deste Comitê de Ética de 11/02/2014, o projeto intitulado "Influência do tratamento de superfície e do tipo na retenção de coroa YTZP" sob responsabilidade de Marília Piveta Rippe, faz parte integrante do projeto "Avaliação da resistência à tração de coroas totalmente cerâmicas sobre diferentes substratos e agentes cimentantes após ciclagem térmica" – Certificado nº 059/2009-PH/CEP de 04/09/2009, sob responsabilidade de Regina Amaral dos Santos. Fica convalidado o presente Certificado com o presente adendo.

São José dos Campos, 11 de fevereiro de 2014

  
DENISE NICODEMO

Vice-Coordenadora no exercício da Coordenação