



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**"JULIO DE MESQUITA FILHO"**  
Campus de São José dos Campos  
Faculdade de Odontologia

**ALESKA DIAS VANDERLEI**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO E DISCREPÂNCIA**  
**MARGINAL ABSOLUTA DE INFRAESTRUTURAS FEITAS**  
**EM CERÂMICA Y-TZP:** influência de novos métodos de  
tratamento de superfície



**2011**

ALESKA DIAS VANDERLEI

RESISTÊNCIA DE UNIÃO E DISCREPÂNCIA MARGINAL  
ABSOLUTA DE INFRAESTRUTURAS FEITAS EM CERÂMICA Y-TZP:  
influência de novos métodos de tratamento de superfície

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro  
Co-orientador: Prof. Fernando Eidi Takahashi

São José dos Campos

2011

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:  
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para  
Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos  
Campos: FOSJC/UNESP; 2010

V543r	<p>Vanderlei, Aleska Dias. Resistência de união e discrepância marginal absoluta de infraestruturas feitas em cerâmica Y-TZP: influência de novos métodos de tratamento de superfície / Aleska Dias Vanderlei __ São José dos Campos, 2011. 123p. : il.</p> <p>Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2011. Orientador: Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro Co-orientador: Prof. Fernando Eidi Takahashi</p> <p>1. Y-TZP. 2. Adesão. 3. Vitrificação. I. Luiz Felipe Valandro. II. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos. III. Título</p> <p>tD15</p>
-------	--

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos – UNESP

## AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 2 de julho de 2011

Assinatura:

E-mail: aleskavanderlei@hotmail.com

BANCA EXAMINADORA

**Prof. Adjunto Luiz Felipe Valandro (Orientador)**

Faculdade de Odontologia  
Universidade Federal de Santa Maria - UFSM.

**Prof. Titular Marco Antonio Bottino**

Faculdade de Odontologia  
UNESP - Univ Estadual Paulista

**Profa. Renata Marques Melo**

Faculdade de Odontologia  
UNESP - Univ Estadual Paulista

**Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**

Faculdade de Odontologia  
Universidade Estadual de São Paulo - USP

**Prof. Dr. Marcelo Giannini**

Faculdade de Odontologia  
Campus de Piracicaba - UNICAMP

São José dos Campos, 2 de junho de 2011.

## **DEDICATÓRIA**

A Deus, por me abençoar com a vida e por tudo que nela realizo. Obrigada pela luz que me guiou nesses anos de estudo que direcionaram a obtenção deste título.

Aos meus pais, Pedro Medeiros Vanderlei e Maria de Lourdes Dias Vanderlei, meus primeiros e mais importantes MESTRES que me ensinaram a lutar pela VIDA.

As minhas irmãs Karine e Mirna Dias Vanderlei, cujo incentivo e ajuda constante foi essencial nessa caminhada. Obrigada por tudo.

Ao meu irmão Romel Dias Vanderlei, cujo exemplo de ser humano, docente e pesquisador me guiou durante essa trajetória.

Aos meus sobrinhos Mila, Pedrinho, Bibi, Caio e Letícia por serem fonte constante de alegria.

A minha prima-irmã Laís Mamede Dias Lima. Lala essa conquista também é sua, sem você não conseguiria superar todas as dificuldades durante esse período de pós-graduação. Te dizer obrigada é muito pouco. Você foi essencial.

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Aos meus cunhados Felipe Coimbra, Paulo Castro e Paula Sardeiro por acreditarem nos meus objetivos e me ajudarem sempre que precisei.

Aos meus primos Cecília Dias e Daniel Pietro pelo companheirismo constante e pela ajuda fundamental nessa caminhada. Obrigada por tudo.

Ao Marco Antônio de Araújo, pelo amor, carinho, incentivo e compreensão.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro cujo apoio, dedicação e objetividade científica foram essenciais para atingirmos o objetivo proposto. Sua dedicação a pesquisa é um exemplo para mim.

Ao Prof. Dr. Marco Antonio Bottino pelos seis anos de convivência, tempo que generosamente transmitiu valiosos ensinamentos profissionais e pessoais, com paciência, lucidez e confiança. Muito obrigada.

Aos amigos e Profs. Jorge Gonçalves, Evandro Marroquim, Walter Murta e Isaac Batinga por ter confiado em meu trabalho e me ensinado a dar os primeiros passos da minha vida profissional. Meus sinceros agradecimentos.

Aos meus amigos Sheila Pestana, Celina Wanderley, Rodrigo Othávio, Sandra Zamboni, Silvia Massae, Diana Barca, José Renato Queiroz, Lucas Zogheib e Fabíola Leite pela amizade construída e pelos bons momentos compartilhados.

Ao Movimento dos Focolares, por sempre me acolher e ser fonte de incentivo, essencial para prosseguir nessa caminhada.

Às minhas amigas Tereza Raquel, Maria Angélica, Raquel Bueno e Tatiana Franco pelos excelentes momentos compartilhados neste período.

## AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, através de seu Diretor, Prof. José Roberto Rodrigues.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pela Professora Márcia Carneiro Valera, pela oportunidade concedida.

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

Ao chefe do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, Prof. Dr. Lafayette Nogueira Jr.

Ao Prof. Paulo Francisco Cesar, pelo apoio na execução do trabalho no laboratório de Materiais Dentários da USP – SP.

Aos professores da Disciplina de Materiais Odontológicos, Prof. Estevão Tomomitsu Kimpara, Prof. Sigmar de Mello Rode, Prof. Alexandre Luiz Souto Borges e Prof. Rubens Nisie Tango pelos ensinamentos transmitidos.

Aos Professores Fernando Eidi Takahashi, Tarcísio José Arruda Paes-Júnior e Renato Sussumo Nishioka, da Disciplina de Prótese Parcial Fixa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP pelos ensinamentos transmitidos.

Às secretárias da secção de Pós-Graduação, Rosemary de Fátima Salgado Pereira e Erena Michie Hasegawa pelas informações e atenção prestadas.

Às secretárias Clélia Martins e Eliane Wenzel, do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pela atenção dispensada neste período.

Aos técnicos de laboratório, Maria Inês Moreira dos Santos e Fernando Carlos Fontes pelo suporte nos trabalhos realizados.

Ao Prof. Ivan Balducci, pela atenção dispensada e pela disponibilidade na realização da parte estatística deste trabalho.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação, Gustavo Vasconcelos, Regina Amaral, Susana Salazar, Luis Guilherme Macedo, Liliana Gressler, Renata Melo, Priscila Cristoforides, Humberto Castro, Lucas Hian, Lilian Anami, Vanessa Cruz, Marina Amaral, Sabrina Feitosa e Flávia Zardo pelos momentos compartilhados.

À Diretora Técnica dos Serviços de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e muita dedicação.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese pela ajuda na execução de todas as tarefas.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio financeiro concedido (Auxílio Pesquisa Processo nº. 2009/53585-0 e Bolsa Processo nº. 2008/58002).

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Microjateador posicionado no dispositivo metálico para padronização dos procedimentos de jateamento.....	54
Figura 2 - A) Glaze Spray VITA AKZENT; (B) vitrificação 1.....	54
Figura 3 - A) Glaze Spray VITA AKZENT; (B) vitrificação 2.....	55
Figura 4 - A) Blocos Y-TZP incluído em resina acrílica ativada quimicamente; B) Cimentação.....	58
Figura 5 - Dispositivo utilizado para o ensaio de cisalhamento.....	59
Figura 6 - Troquel metálico .....	62
Figura 7 - A) Molde em silicone de adição do troquel metálico; B) Modelo obtido após preenchimento do molde com gesso .....	65
Figura 8 - Infraestruturas em Y-TZP, distribuídas por grupos.....	67
Figura 9 - Vitrificação na infraestrutura de Y-TZP; (A) Vitrificação 1, (B) Vitrificação 2.....	68
Figura 10 - Dispositivo para fixação da coroa cerâmica no conjunto troquel metálico, base cilíndrica metálica, troquel metálico, coroa cerâmica, parafusos laterais de fixação do êmbolo e êmbolo.....	69

Figura 11 - Gráfico de colunas (média± desvio padrão) dos valores de resistência adesiva (MPa) obtidos em 12 condições experimentais estabelecidas pelos dois fatores em estudo: Tratamento de Superfície (seis tipos) e Condições de Armazenagem (S: seco e TC).....	74
Figura 12 - Gráfico das médias (MPa), considerando os 2 fatores do estudo (Tratamento de superfície em 6 níveis e condição de armazenagem em 2 níveis) .....	75
Figura 13 - Micrografias representativas das fraturas mista dos cp após o ensaio de cisalhamento (MEV – 400x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.....	78
Figura 14 - Micrografias representativas das fraturas adesivas dos cp após o ensaio de cisalhamento (MEV – 400x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.....	77
Figura 15 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G1 - Controle).....	79
Figura 16 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G2 - Cojet).....	79
Figura 17- Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G3 - vitrificação 1 + condicionamento ácido).....	79

Figura 18 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G4 - vitrificação 1+ Cojet).....	80
Figura 19 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G5 - vitrificação 2 + condicionamento ácido).....	80
Figura 20 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G6 - vitrificação 2 + Cojet).....	80
Figura 21 - Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT). (A) Micrografias evidenciando a espessura (perfil); (B) microscopia da superfície glazeada.....	81
Figura 22 - Vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT). (A) Micrografias evidenciando a espessura (perfil); (B) microscopia da superfície glazeada (1000x); (C) análise de perfilometria da superfície glazeada.....	82
Figura 23 - Representação gráfica (média/desvio padrão) dos valores de discrepância marginal vertical (obtidos em 10 infraestruturas cerâmicas, segundo as condições experimentais estabelecidas pela variável tratamento de superfície).....	83
Figura 24 - Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região oclusal (1000x).....	84
Figura 25 - Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região axial (1000x).....	84

Figura 26 - Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região cervical (1000x).....	84
Figura 27 - Vitrificação 2 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região oclusal (1000x).....	85
Figura 28 - Vitrificação 2 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região axial (1000x).....	85
Figura 29 - Vitrificação 2 (Glaze Spray VITA AKZENT). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região cervical (1000x).....	85

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Tabela 1 - Descrição do nome comercial, fabricante e lote dos materiais utilizados.....	51
Quadro 1 - Ciclo de sinterização da cerâmica Y-TZP e dos glazes (Akzent glaze Spray e Akzent glaze).....	52
Quadro 2 - Distribuição das amostras conforme o tratamento de superfície.....	57
Quadro 3 - Grupos de estudo para avaliação da discrepância marginal, conforme o tratamento de superfície.....	68
Tabela 2 - Número (N) e porcentagem (%) de espécimes (sp) que sofreram falhas pré-teste (FPT) durante armazenagem/termociclagem (TC) e o N total de sp submetidos ao teste de cisalhamento (SBS).....	71
Tabela 3 - ANOVA (1-fator) para os dados de resistência de união (MPa), Condição de armazenagem SECO (*p<0.05).....	72
Tabela 4 - ANOVA (1-fator) para os dados de resistência de união (MPa), Condição de armazenagem TC (*p<0.05).....	72

Tabela 5 - Médias ( $\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa), considerando os dois fatores do estudo (condição de armazenagem, tratamento de superfície).....	82
Tabela 6 - Análise estatística do teste t de Student, comparando os grupos de mesmo tratamento de superfície em diferentes condições de armazenagem.....	83
Tabela 7 - Número de espécimes (sp) testados por grupo e incidência do modo de falha em % após teste de cisalhamento.....	85
Tabela 8 - Dados de rugosidade ( $R_a$ ) para os diversos tratamentos de superfície .....	87
Tabela 9 - Composição atômica das superfícies cerâmicas dos diferentes grupos (%). Dados fornecidos pela análise em EDS.....	87
Tabela10 - Estatística descritiva dos dados de desadaptação marginal ( $\mu$ m) obtidos segundo os grupos. Formação de grupos homogêneos quanto à desadaptação marginal, segundo o teste de Dunn ( $\alpha= 5\%$ ) para as condições experimentais de discrepância marginal vertical.....	92

Vanderlei AD. Resistência de união e discrepância marginal absoluta de infraestruturas feitas em cerâmica Y-TZP: influência de novos métodos de tratamento de superfície [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2011.

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na resistência de união, durabilidade e discrepância marginal. Para os testes de resistência adesiva, foram obtidos 144 corpos de prova (cp) da cerâmica VITA In-Ceram YZ for InLab (5,25 x 3,75 x 4,5 mm), que foram divididos em 6 grupos (G) (n=24), conforme o tratamento de superfície: G1: sem tratamento (controle); G2: jateamento com partículas de alumínio revestidas por sílica (CoJet<sup>®</sup>-Sand, 3M ESPE AG) (silicatização); G3: vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), condicionamento com ácido fluorídrico (HF) (1 min); G4: vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), silicatização; G5: vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT), condicionamento com HF (1 min); G6: vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT), silicatização. Após todos os tratamentos, as superfícies foram silanizadas por 5 min (ESPE-SIL) e a cimentação com Panavia F (Kuraray) foi realizada. Metade dos espécimes de cada tratamento foi ensaiada 24h após cimentação (SECO), a outra metade foi submetida à armazenagem (150 dias) e termociclagem (12.000x) (TC), e então realizado o ensaio de cisalhamento (1 mm/min). G7: G1+TC; G8: G2+TC; G9: G3+TC; G10: G4+TC; G11: G5+TC; G12: G6+TC. Superfícies tratadas foram analisadas por perfilometria óptica 3D para obtenção dos dados de rugosidade (Ra) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) (1000x). Análise por energia dispersiva de raio-X (EDS) foi realizada para determinar os elementos químicos presentes na superfície de cada grupo. Para a análise de adaptação marginal foram confeccionadas 60 infraestruturas (adaptadas em um troquel metálico) nas quais foram realizados os mesmos tratamentos de superfície. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente. Constata-se que tanto na condição Seco como na condição TC os grupos que receberam tratamento de superfície via vitrificação (vitrificação 1 e vitrificação 2) apresentaram mais alta resistência de união comparada ao grupo controle. As maiores discrepâncias marginais foram observadas nos grupos que receberam Vitrificação (117,36±29.61 a 105.78±12,23) µm comparados aos demais

grupos ( $55,29 \pm 8,71$  e  $55,04 \pm 8,55$ ). O novo tratamento de superfície proposto modificou a morfologia da cerâmica Y-TZP melhorando sua adesão ao cimento resinoso. A discrepância marginal aumentou com o novo tratamento de superfície.

Palavras-chave: Y-TZP. Adesão. Vitrificação. Discrepância marginal.

Vanderlei AD. *New approach for surface modification of a Y-TZP ceramic: resin bond strength quality, surface micro-morphological evaluations and marginal fit of Y-TZP frameworks [thesis]*. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP - Universidade Estadual Paulista; 2011.

### ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different surface treatments of Y-TZP ceramic on bond durability and marginal fit. 144 specimens of VITA In-Ceram YZ for InLab ceramic (5.25 x 3.75 x 4.5 mm) were obtained and divided into 6 groups (n=24) according to the surface treatment: G1: no treatment (control); G2: chairside tribochemical silica coating system (CoJet<sup>®</sup>-Sand, 3M ESPE AG) (Cojet); G3: vitrification 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), conditioning with hydrofluoric acid (HF) (1 minute); G4: vitrification 1 (Glaze Spray VITA AKZENT), Cojet; G5: vitrification 2 (Glaze VITA AKZENT), conditioning with HF (1 minute); G6: vitrification 2 (Glaze VITA AKZENT), Cojet. Then, the ceramic surfaces were silanized and the cement Panavia F (Kuraray) was applied. Half of the specimens from each treatment was tested 24 hours after cementation (DRY), the remaining specimens were stored in distilled water for 150 days, thermocycled (12,000x) (AGING) and then the shear test was performed (1mm/minute). Conditioned surfaces were evaluated by 3D optical profilometry in order to obtain roughness data (Ra) and analysed by scan electronic microscopy (SEM) (1000x). Analysis by energy x-ray dispersive (EDS) was performed to determine the chemical elements present in each surface group. For analysis of marginal adaptation 60 crowns were produced (adapted into a metal die) and the same surface treatments were carried out on the internal surface of the crowns. The data were analysed using. The results suggest the vitrification 1 and vitrification 2 groups showed the highest bond strength compared to the control group. The highest marginal discrepancies were observed in the vitrification groups (117.36±29.61 to 105.78±12.23) comparing with the other groups (55.29±8.71 and 55.04±8.55). The proposed new surface treatment changed the Y-TZP ceramic morphology improving its adhesion to the resin cement. The new surface treatment increased the marginal discrepancy. Further studies should be conducted.

*Keywords: Bond strength. Y-TZP. Surface treatment. Marginal fit.*

## SUMÁRIO

RESUMO .....	17
ABSTRACT.....	19
1 INTRODUÇÃO.....	22
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	26
2.1 Zircônia VS Resistência de União .....	26
2.2 Adaptação marginal (CAD/CAM).....	41
3 PROPOSIÇÃO.....	50
4 MATERIAL E MÉTODO.....	51
4.1 Análise da superfície cerâmica .....	52
4.1.1 Obtenção dos blocos cerâmicos .....	52
4.1.2 Tratamento de superfície .....	53
4.1.3 Análise micro morfológica em MEV e Perfilometria .....	55
4.1.4 Análise de EDS.....	56
4.2 Teste de resistência adesiva (cisalhamento) . .....	56
4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos .....	56
4.2.2 Tratamento de superfície.....	57
4.2.3 Silanização e cimentação.....	57
4.2.4 Armazenagem / Ciclagem térmica.....	58
4.2.5 Ensaio de cisalhamento .....	59
4.2.6 Avaliação do modo de falha .....	60
4.2.7 Análise estatística .....	61
4.3 Teste de adaptação marginal .....	61
4.3.1 Confeção do troquel metálico.....	62
4.3.2 Moldagem do troquel metálico.....	63
4.3.3 Obtenção do troquel de gesso.....	64
4.3.4 Impressão óptica .....	65

4.3.5	Confecção das infraestruturas de Y-TZP.....	66
4.3.6	Tratamento de superfície .....	68
4.3.7	Análise da discrepância marginal vertical.....	69
4.3.8	Análise estatística.....	70
5	RESULTADOS.....	71
6	DISCUSSÃO.....	86
7	CONCLUSÃO.....	93
8	REFERÊNCIA.....	94

## 1 INTRODUÇÃO

Cerâmicas compostas por óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) possuem propriedades excelentes, tais como estética, biocompatibilidade, baixa condutividade térmica e elevada resistência mecânica. A zircônia pura apresenta três fases: monoclinica, estável até cerca de  $1170^\circ C$ ; tetragonal, estável entre  $1170$  e  $2370^\circ C$ ; e a fase cúbica de  $2370^\circ C$  até a temperatura de fusão ( $2680^\circ C$ ). No resfriamento, a fase tetragonal transforma-se na fase monoclinica acompanhada por uma variação de volume (3 a 5%), que é suficiente para fraturar um corpo sinterizado. Assim, corpos sinterizados de cerâmicas de zircônia são produzidos com aditivos que estabilizam as fases de alta temperatura (tetragonal e cúbica). Os principais tipos de cerâmicas de zircônia são: zircônia tetragonal policristalina (TZP), zircônia totalmente estabilizada (FSZ, geralmente fase cúbica) e zircônia parcialmente estabilizada (PSZ), que pode conter duas ou três fases polimórficas (Kisi & Howard, 1963; Florio, 1998). Os principais aditivos estabilizadores utilizados na zircônia são  $MgO$ ,  $Y_2O_3$  e  $CaO$  (Nasar, 1994; Shiavon et al., 2002). VITA In-Ceram YZ for inLab são blocos cerâmicos de zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítrio (Y-TZP). A indicação desses blocos, que são usinados com auxílio da unidade fresadora Sirona inLab, é confeccionar infraestrutura de coroas e pontes com até 2 pânticos anterior e posterior.

Para a cimentação das coroas confeccionadas com Y-TZP, os fabricantes recomendam cimentos convencionais (fosfato de zinco e de ionômero de vidro) (Ernst et al., 2005), no entanto, quando o procedimento de cimentação for do tipo adesiva, pode-se aumentar a retenção da prótese (Rosenstiel et al., 1998; Blatz et al., 2003), em função da otimização da adesão entre os substratos envolvidos: condicionamento ácido dos tecidos duros dentais e condicionamento da superfície cerâmica. Esse tipo de cimentação também reduz a microinfiltração comparada aos cimentos convencionais (White et al., 1994).

Entretanto, quando se trata de cimentação adesiva de restaurações feitas de infraestrutura YTZP, existe um desafio em termos de condicionamento de sua superfície para que se possa torná-la microrretentiva e/ou reativa quimicamente, em

função de serem materiais altamente cristalinos (livres de fase vítrea) (Derand et al., 2000; Ozcan et al., 2003), diferente das cerâmicas feldspáticas (ricas em óxidos de silício), que apresentam mecanismos de união mais consolidados cientificamente (Debnath et al., 2003; Özcan, Vallittu, 2003; Leite et al., 2006). A união bem sucedida entre a cerâmica feldspática e cimento resinoso é obtida através da formação de ligações químicas e micromecânicas entre eles (Brentel et al., 2007). Essa união é bem estabelecida para cerâmicas com alto conteúdo de sílica que, quando exposta ao ácido fluorídrico sofre condicionamento seletivo da fase vítrea, aumenta a área e rugosidade de superfície, melhora a molhabilidade / energia livre de superfície e expõe maior quantidade de óxidos de silício (Debnath et al., 2003). A aplicação de agentes de união a base de metacriloxipropiltrimetoxi-silanos, produz aumento da molhabilidade, diminui a tensão superficial e forma ligações siloxanas entre a sílica contida na cerâmica e a matriz orgânica do cimento resinoso (Stangel et al., 1987; Phoenix, Shen, 1995). Devido à ausência da fase vítrea na cerâmica Y-TZP, o condicionamento com ácido fluorídrico não gera uma superfície suficientemente áspera, não promove retenção micromecânica, assim como não torna a superfície reativa quimicamente (Derand et al., 2000; Ozcan et al., 2003).

Para superar este problema, pré-tratamentos de superfície para cerâmica Y-TZP têm sido sugeridos (Matinlina et al., 2006; Ozcan et al., 2008; Abousheilb et al., 2009; Cattell et al., 2009; Kitayama et al., 2009; Piascik et al., 2009). O jateamento com partículas de óxido de alumínio ou partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (Cojet) associado ao emprego de silano e cimento resinoso com MDP foram avaliados e os resultados obtidos foram contraditórios. (Nishigawa et al., 2008; May et al., 2010; Passos et al., 2010) encontraram melhores resultados de resistência de união, quando a superfície foi submetida ao jateamento de partículas de óxido de silício e silanizada, no entanto, (Matinlinna et al., 2006; Ozcan et al., 2008) encontraram baixos e instáveis resultados de resistência adesiva utilizando também como tratamento de superfície a silicatização. Outro aspecto discutível e conflitante atualmente diz respeito ao forte impacto que as partículas do jateamento possam causar na superfície da Y-TZP. Alguns estudos (Zhang et al., 2004; Curtis et al., 2006b; Zhang et al., 2006) observaram efeitos deletérios do jateamento na resistência mecânica de cerâmicas Y-TZP, em função do desenvolvimento de microtrincas prematuras podendo provocar possíveis fraturas catastróficas das restaurações. No entanto, outros estudos relatam um aumento da resistência

mecânica dessas cerâmicas após jateamento (Guazzato et al., 2004a; Guazzato et al., 2004b; Guazzato et al., 2005; Curtis et al., 2006; Papanagiotou et al., 2006; Sato et al., 2008; Souza et al., 2008).

Por outro lado, a utilização de promotores de adesão (primers) experimentais para zircônia tem sido considerada como um protocolo alternativo para promover esta união, no entanto ainda apresentam baixos resultados de resistência adesiva (Matinlina et al., 2006; Matinlina et al., 2007) ficando aquém dos obtidos na cimentação de cerâmicas feldspáticas (Kern et al., 1998; Ozcan et al., 2003). Um outro tratamento que tem sido experimentado é a modificação da superfície da cerâmica Y-TZP via vitrificação, tornando-a rica em óxidos de silício - este filme poderia ser seletivamente condicionado ou totalmente removido, para tornar a superfície microrretentiva e reativa quimicamente, semelhante aos mecanismos de união da cerâmica feldspática (Abousheilib et al., 2007; Abousheilib et al., 2008; Abousheilib et al., 2009; Cattell et al., 2009; Kitayama et al., 2009; Piascik et al., 2009; Abousheilib et al., 2010; Ntala et al., 2010; Abousheilib et al., 2011). Resultados promissores de resistência de união Y-TZP / cimento resinoso foram observados, após a superfície cerâmica ter sido vitrificada e submetida ao jateamento com óxido de alumínio e silanizada (Kitayama et al., 2009; Piascik et al., 2009) ou condicionada com ácido fluorídrico (Abousheilib et al., 2009; Abousheilib et al., 2010; Ntala et al., 2010). Entretanto, uma questão controversa ainda requer uma resposta: qual durabilidade da união promovida por esses métodos inovadores? Além deste questionamento, ainda não existe, até o presente momento, nenhuma evidência quanto à influência da aplicação desse filme a base de óxido de silício na superfície interna de infraestruturas feitas em Y-TZP sobre a adaptação marginal.

Segundo Denissen et al., 2000 e Kokubo et al., 2005 o sucesso clínico das restaurações depende de múltiplos fatores, como a adaptação marginal e interna da coroa cerâmica em relação ao dente preparado. Discrepâncias marginais acentuadas entre a restauração e o preparo dentário interferem na longevidade do tratamento restaurador. O cimento exposto ao meio bucal é um ponto fraco entre a restauração e o dente preparado (Lim; Ironside, 1997). A adaptação marginal em infraestruturas feitas em Y-TZP foi avaliada por Att et al. 2009 e encontraram valores entre 64 e 78  $\mu\text{m}$ , sabendo-se que um desajuste cervical clinicamente aceitável é considerado até 119  $\mu\text{m}$  (Christensen, 1966; Abbate et al., 1989; McLean, 1971; von Fraunhofer, 1971; Boening et al., 2000; Yeo et al., 2003) é importante observar qual

o efeito causado pela vitrificação na adaptação marginal das infraestruturas de Y-TZP.

Dentro deste contexto, este estudo propôs estudar uma nova técnica de tratamento da superfície de cimentação da cerâmica Y-TZP (vitrificação), comparada com métodos já apresentados na literatura. A adaptação marginal de infraestruturas feitas de cerâmica Y-TZP, submetidas a diferentes condicionamentos, também foi avaliada para analisar preliminarmente se essa técnica poderia ter viabilidade clínica.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Zircônia VS Resistência de União

Ernst et al. (2005) avaliaram a resistência a tração de coroas de zircônia cimentadas em dentes humanos utilizando diferentes sistemas de união. Cento e vinte dentes humanos foram preparados de forma padronizada (expulsividade de 5<sup>o</sup> e 3 mm de altura oclusogengival) e divididos aleatoriamente em 12 grupos (n=10). Foi confeccionada uma coroa cerâmica (Lava) para cada dente. Os protocolos de cimentação foram realizados de acordo com os fabricantes de cada cimento: (1) CO, Compolute / EBS Multi; (2) CO / TR, Compolute / EBS Multi / Rocatec; (3) CB, Superbond C&B; (4) CB / RT, Superbond C&B / Rocatec; (5) CB / PL, Superbond C&B / Porcelain Liner M; (6) PA, Panavia F; (7) DC, Dyract Cem Plus / Xenon III; (8) CH / PL, Chemiace II / Porcelain Liner M; (9) RL, RelyX Luting; (10) K / C, Ketac Cem / Condicionador Ketac ; (11) K , Cem Ketac e (12) RU, RelyX Unicem. Após a ciclagem térmica (5000 ciclos, 5° C, 55 graus C), as superfícies externas das coroas foram tratadas (Rocatec) para melhorar a adesão a resina em que foi incluída (Paladur). O conjunto coroa/dente foi posicionado na máquina de ensaio universal e tracionadas ao longo da sua trajetória de inserção. As análises estatísticas foram realizadas utilizando o teste de Wilcoxon ( $\alpha = .05$ ) e uma correção de Bonferroni ( $\alpha = .001$ ). A mediana (mínimo / máximo) dos valores de resistência retentiva (MPa) foram: CO, 1,7 ( 0.6/4.3 ); CO / RT, 3.0 ( 1.3/5.4 ), CB, 4.8 ( 3.7/7.9 ), CB / RT , 8.1 ( 4.2/12.7 ); CB PL / 5.3 (3.7/10.2); PA, 4.0 (3.3/5.1); DC, 3.3 (2.1/5.6), PL / CH , 4.0 (1.3/6.3); RL , 4.7 (2.8/6.6), C / K, 1.8 (0.6/2.3), K , 1,9 RU (0.2/4.5) e, 4.8 (2.5/6.7). O protocolo Superbond C & B + Rocatec das amostras mostrou maior média de resistência adesiva, mas não foi significativamente diferente do Superbond C&B sem o pré-tratamento interno com Rocatec. Dentro dos materiais utilizados, sem pré-tratamento da cerâmica, Superbond C&B, Panavia, Dyract Cem Plus, RelyX Luting e RelyX Unicem apresentaram as maiores médias de valores de resistência retentiva e não foram significativamente diferentes.

Valandro et al. (2005) avaliaram duas hipóteses: (1) a deposição de sílica afeta a resistência adesiva entre cerâmicas e cimento resinoso; (2) a resistência adesiva é afetada pelo tipo de cerâmica. Dez blocos (5 x 6 x 8 mm) das cerâmicas In-Ceram Zircônia (ZR) e Procera AllCeram (PR) foram confeccionados e duplicados em resina composta. Cinco blocos de cada cerâmica foram assim tratados: (1) ZR + GB (jateamento com partículas de  $Al_2O_3$ ) + silano; (2) ZR + SC (deposição de sílica/silanização – Sistema CoJet); (3) PR + GB; (4) PR + SC. Os blocos de cerâmica-compósito foram cimentados com Panavia F e armazenados em água destilada (37°C / 7 dias). Eles foram então cortados para obter corpos-de-prova em forma de barras (n=30) com uma área adesiva de  $0,6 \pm 0,1 mm^2$ . Os cp foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina de ensaio universal (1mm.min<sup>-1</sup>). Os valores de resistência adesiva ( $\bar{\sigma}$ ) foram submetidos à análise de variância (2 fatores) e ao teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). As médias de  $\sigma$  (MPa) e os desvios padrão foram: 1) 15,1 (5,3); 2) 26,8 (7,4); 3) 12,7 (2,6); 4) 18,5 (4,7). A deposição de sílica na superfície cerâmica apresentou maior que o mesmo substrato tratado com GB. Além disso, ZR (com fase vítrea) apresentou maior  $\sigma$  que PR (sem fase vítrea).

Matinlinna et al. (2006) avaliaram e compararam o efeito de três silanos sobre a resistência adesiva de duas resinas (uma experimental a base de Bis-GMA e o cimento resinoso Relyx ACR) a uma cerâmica de zircônia ( Procera AllZircon, Nobel Biocare , Göteborg, Suécia). Seis amostras de zircônia em forma de quadrados foram utilizadas para cada grupo testado, num total de 72 espécimes. Os cp foram jateados com óxido de alumínio 110  $\mu m$ , pressão de 380 kPa, a uma distância de 10 mm por 2x13 s. Após, foi realizado banho sônico por 10 min. Os cp foram jateados com Rocatec Plus 110  $\mu m$  (3M ESPE, Seefeld), pressão de 380 kPa, a uma distância de 10 mm por 2x13 s e novamente realizado banho sônico por 10 min. Os três silanos experimentais (a 1 % vol de 3 ethacryloyloxypropyltrimethoxysilane, 3 acryloyloxypropyltrimethoxysilane, ou 3 isocyanatopropyltriethoxysilane) foram preparados, hidrolisados 1h antes da silanização e então aplicado na superfície da cerâmica onde ficou reagindo por 3 min. Foi realizada a cimentação utilizando um molde transparente de polietileno para permitir a fotoativação do cimento resinoso. Metade dos cp foi ensaiado 24 h após a cimentação e a outra metade foi termociclada (6000x, 5 e 55°C). O ensaio de cisalhamento foi realizado utilizando uma máquina de ensaio universal (velocidade de 1 mm / min). Na condição seco, a

maior resistência ao cisalhamento foi de  $9,7 \pm 3,3$  MPa e para as amostras termocicladas foi de  $7,4 \pm 2,4$  MPa, todas encontradas quando foi utilizado o cimento RelyX ARC com silano 3 methacryloyloxypropyltrimethoxysilane. Em geral, a ciclagem térmica diminuiu a resistência adesiva significativamente para a resina Bis - GMA (ANOVA,  $p < 0,005$ ). Os fatores resina, cimento e silanos diferiram significativamente (ANOVA,  $p < 0,005$ ).

Aboushelib et al. (2007) avaliaram a resistência de união e a durabilidade entre três cimentos resinosos e uma cerâmica a base de zircônia (Y-TZP), utilizando uma nova técnica de tratamento de superfície. Setenta e dois discos de Y-TZP (19,5 mm x 3 mm) foram confeccionados e divididos aleatoriamente em 4 grupos (n=18). Três grupos receberam tratamento superficial com jateamento de partículas de óxido de alumínio 110  $\mu$ m. O outro grupo teve a superfície da cerâmica recoberta com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1% de Rb, 1% de Mg e o restante de O<sub>2</sub>). Após, os espécimes foram aquecidos até 750°C para sinterização e posteriormente condicionados com ácido fluorídrico 5% por 15 min. Foi realizado MEV e EDS nessa superfície. Três cimentos resinosos (Panavia F 2.0, RelyX ARC e Bistite II DC ) foram usados para unir as amostras de zircônia aos discos de resina composta (Filtek Z250). O tratamento de superfície em que foi utilizado o recobrimento com vidro recebeu apenas cimentação com Panavia F. As amostras foram cortadas em microbarras (6 x 1 x 1 mm), e ensaiadas no teste de microtração (MTBS) imediatamente, após uma semana, duas semanas, três semanas e após um mês de armazenamento em água. Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para examinar as micro barras fraturadas. Foi realizado o teste de resistência a flexão de 4 pontos para analisar a influência desses tratamentos de superfície na estrutura da cerâmica Y-TZP. Houve diferença significativa nos valores iniciais de MTBS (MPa) entre as técnicas de adesão ( $P < 0,001$  ). As amostras jateadas cimentadas com Panavia F 2.0, RelyX ARC, ou II DC Bistite resultaram em uma média (DP) de resistência de união de 23,3 (2,4) , 33,4 (2,1) , 31,3 (2,8) MPa , respectivamente, enquanto a maior resistência de união de 49,8 (2,7) MPa foi obtida para as amostras em que foi realizado o recobrimento com vidro e cimentada com Panavia F 2.0. Houve uma interação significativa entre o tempo de armazenamento de água e a técnica de colagem ( $P < 0,001$ ), com redução nos valores de resistência adesiva com o tempo, exceto para as amostras cimentadas com Panavia F2.0 (recoberta com vidro). Além disso, o modo de falha observado foi essencialmente

coesiva quando foi realizado o recobrimento com vidro da superfície da cerâmica, em contraste com os outros grupos, que mostraram principalmente falha adesiva. Para os materiais utilizados neste estudo o recobrimento de vidro na superfície cerâmica é um método confiável para estabelecer uma união forte e durável com materiais à base de zircônia.

O desenvolvimento de materiais cerâmicos, com dissilicato de lítio, óxido de alumínio e óxido de zircônio têm permitido uma aplicação mais generalizada das restaurações em cerâmica ao longo dos últimos 10 anos. Com uma infinidade de materiais cerâmicos e sistemas atualmente disponíveis, uma síntese da literatura científica sobre a eficácia desta terapia foi realizada por Conrad et al. (2007). Este artigo revisa a literatura atual que abrange todos os materiais e sistemas cerâmicos, no que diz respeito à longevidade, propriedades dos materiais, adaptação marginal e interna, cimentação, cor e estética, e oferece recomendações clínicas para sua utilização. Uma ampla revisão da literatura foi realizada em busca de evidências para o tratamento de restaurações feitas em cerâmica pura. Uma pesquisa foi realizada utilizando PubMed e MEDLINE, com foco em artigos de pesquisa publicados entre 1996 e 2006. Estudos randomizados e controlados, não randomizados e controlados longitudinal experimental, estudos clínicos, estudos longitudinais prospectivos e longitudinais retrospectivos foram revisados. A última pesquisa foi realizada em 12 de junho de 2007. Os dados que suportam a aplicação clínica de todos os materiais em cerâmica foram analisadas. A literatura mostra que vários materiais e sistemas cerâmicos estão atualmente disponíveis para uso clínico e não há um único material ou sistema universal para todas as situações clínicas. A aplicação bem sucedida depende do profissional para combinar os materiais, as técnicas de fabricação, os procedimentos de cimentação ou soldagem com a situação clínica individual. No âmbito desta revisão sistemática, não há nenhuma evidência para apoiar a aplicação universal de um único material ou sistema cerâmico para todas as situações clínicas. São necessários estudos clínicos longitudinais adicionais para avançar no desenvolvimento de materiais e sistemas cerâmicos.

Mantlinlinna et al. (2007) avaliaram o efeito de dois agentes silanos e suas misturas com cross-linker silano na resistência adesiva de um cimento resinoso a uma cerâmica de zircônia. Um total de 40 amostras de zircônia (10x10x5 mm) foram confeccionadas e divididas em 8 grupos. Os cp foram jateados com óxido de

alumínio 50 µm, pressão de 300 kPa, a uma distância de 10 mm por 2x15 s. Após, foi realizado banho sônico por 10 min. Em seguida os cp foram jateados com Rocatec Plus 110 µm (3M ESPE, Seefeld), pressão de 300 kPa, a uma distância de 10 mm por 3x15 s e novamente realizado banho sônico por 10 min. Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos, segundo os tratamentos de superfície: 1,0% vol 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane ou 1,0% vol 3-mercaptopropiltrimetoxissilano ou suas misturas com 1,0 % vol 1,2-bis (trietoxissilil). Os silanos foram hidrolisados 1 h antes da silanização e então aplicados na superfície da cerâmica onde ficou reagindo por 3 min. Foi realizada a cimentação com auxílio de um molde e realizada a polimerização. Quatro grupos experimentais foram testados sem armazenamento em água e 4 foram termociclados por 6000 ciclos (5°C / 55°C). Foi realizado o ensaio de cisalhamento utilizando uma máquina de ensaio universal com velocidade de 1 mm / min. Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para geração de imagens da superfície de zircônia. O modo de falha foi avaliado. A análise química da superfície foi realizada com o sistema EDXA. A maior resistência adesiva para os grupos secos foi de 21,9±8,7 MPa, obtidos com uma mistura de 3 mercaptopropiltrimetoxissilano + 1,2- bis-(trietoxissilil) etano e com termociclagem o maior valor foi de 16,0±1,5 MPa, com 3 methacryloyloxypropyltrimethoxysilane. A ciclagem térmica diminuiu a resistência adesiva significativamente (ANOVA,  $p < 0,01$ ) e os silanos diferiram entre si ( $p < 0,005$ ). Alguns espécimes sofreram descolamento espontâneo durante a ciclagem térmica.

Ozcan et al. (2007) avaliaram a resistência adesiva de quatro cimentos resinosos com diferentes composições química a uma cerâmica zircônia (LAVA) seguindo apenas as instruções do fabricante. Também avaliou a durabilidade de união nas condições seca e com armazenagem/termociclagem TC (x6000, 5-55° C). Os cimentos resinosos utilizados foram: Panavia F 2.0, Multilink, SuperBond e Quadrante Posterior Dense. Foram confeccionados discos (15 mm x 2 mm) de zircônia (LAVA, 3M ESPE) que foram polidos e realizado o banho sônico por 5 min e então realizada a cimentação. Após, foram aleatoriamente divididos em dois grupos de acordo com a condição de armazenagem e submetidos ao teste de cisalhamento utilizando uma máquina de ensaio universal (1 mm/min). Tanto a condição de armazenagem ( $p < 0,001$ ) como o tipo de cimento resinoso ( $p < 0,001$ ; análise de variância) influenciaram na resistência adesiva do cimento resinoso a

cerâmica Y-TZP. O cimento resinoso Panavia F 2.0 mostrou os maiores resultados de resistência de união ( $9,6 \pm 4,1$  MPa). Seguindo as recomendações do fabricante não teve adesão (0 MPa) em todos os grupos após armazenagem/termociclagem, inclusive com Panavia F 2.0.

Aboushelib et al. (2008) avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso (Panavia F 2.0) e uma cerâmica a base de Zircônia (Procera Zircônia, NobelBiocare). Foram confeccionados discos de zircônia (19,5 mm x 3 mm) e divididos em duas condições experimentais: (1) controle “verdes”; (2) a superfície da cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1% de Rb, 1% de Mg e o restante de  $O_2$ ). Após, os espécimes foram aquecidos até  $750^{\circ}C$  para sinterização; Posteriormente, foram condicionados com ácido fluorídrico 5% por 15 min. As superfícies de zircônia foram cobertas com um dos cinco primers experimentais especialmente feitos para zircônia, os quais ficaram reagindo na superfície por 3 min. Após, discos de resina (Tetric Ivo Ceram, Ivoclar Vivadent) foram cimentados na superfície cerâmica tratada utilizando cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2,0) e foi exercida uma carga de 20 N. Os conjuntos foram armazenados em água, em temperatura ambiente, por 24 h e, após, cortados sob refrigeração com auxílio da máquina Isomet 1000. Foi realizado o ensaio de microtração (Instron 6022). Os espécimes fraturados foram submetidos ao banho sônico e então avaliados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). A combinação entre cobertura com vidro / condicionamento ácido e os primers experimentais de zircônia teve significativo aumento nos resultados de resistência de união (Primer 1:  $31,2 \pm 4,4$ ; Primer 2:  $32,4 \pm 3,9$ ; Primer 3:  $28 \pm 2,2$ ; Primer 4:  $40,6 \pm 5,8$ ; Primer 5:  $32,6 \pm 2,9$  MPa,  $P < 0,0001$ ) comparado com os grupos “verde” usando os mesmos primers (Primer 1:  $3,1 \pm 2,4$ ; Primer 2:  $2,9 \pm 2,8$ ; Primer 3:  $2,8 \pm 2,7$ ; Primer 4:  $2,6 \pm 3,1$ ; Primer 5:  $2,9 \pm 3,1$  MPa,  $P < 0,0001$ ). Análises em MEV revelaram que os tratamentos de cobertura com vidro / condicionamento ácido apresentaram nano-retenções na superfície onde o primer experimental para zircônia penetrou, nesses grupos tivemos maiores resultados de resistência de união.

Nishigawa et al. (2008) avaliaram o efeito da limpeza sônica da superfície cerâmica recoberta por óxido de sílica na resistência adesiva a um cimento resinoso. Quarenta amostras (6 x 6 mm) de zircônia (Lava, 3M ESPE) foram divididos em quatro grupos: (1) abrasão com óxido de alumínio 50  $\mu m$  a uma pressão de 2,8 Pa, por 10 s e uma distância de 1 cm, após foi realizado banho

sônico por 5 min (controle); (2) abrasão com óxido de alumínio revestido por sílica (Rocatec Plus, 3M ESPE) a uma pressão de 2,8 Pa, por 10 s e uma distância de 1 cm, após foi realizado banho sônico por 1 min; (3) abrasão com óxido de alumínio revestido por sílica (Rocatec Plus, 3M ESPE) a uma pressão de 2,8 Pa, por 10 s e uma distância de 1 cm, após foi realizado banho sônico por 5 min e (4) abrasão com óxido de alumínio revestido por sílica (Rocatec Plus, 3M ESPE) a uma pressão de 2,8 Pa, por 10 s e uma distância de 1 cm, não foi realizado banho sônico. Foi feita a Silanização (ESPE Sil, 3M ESPE) exceto no grupo controle. Para cimentação foi utilizado o cimento resinoso Panavia F 2.0 (Kuraray). Após armazenamento em água por 24 h, as amostras foram submetidas ao teste de resistência de união, cisalhamento. A resistência ao cisalhamento do grupo revestido por sílica, sem limpeza, foi significativamente superior aos outros grupos, mas não houve diferença significativa entre os outros três grupos. MEV sugerem diferenças visíveis entre os métodos de tratamento. Com a análise em EDS foi revelado que a limpeza ultra-sônica diminuiu o teor de sílica sobre a superfície tratada. Portanto, os resultados mostraram que a limpeza ultra-sônica da superfície da cerâmica zircônia revestida por sílica reduziu a eficácia de adesão ao material resinoso.

Ozcan et al. (2008) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na cerâmica Y-TZP (Lava, 3M ESPE) na resistência adesiva a um cimento resinoso dual contendo MDP após termociclagem. Discos de Y-TZP (15 mm x 2 mm) foram confeccionados, polidos em lixas d'água e submetidos ao banho sônico por 3 min. Após, foram divididos aleatoriamente em 4 grupos (n=10) de acordo com o tratamento de superfície: (1) jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 µm + Alloy Primer (Kuraray); (2) jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 µm + Cesead II Opaque Primer (Kuraray); (3) jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 µm + Silano-Pen + Haftvermittler (Bredent); (4) jateamento com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica 110 µm (Rocatec) + ESPE-Sil. O cimento resinoso foi manipulado e realizada a inserção com auxílio de um molde de polietileno. A fotopolimerização foi realizada por 40 s, o molde foi retirado e realizada a aplicação do Oxyguard II (Kuraray) em toda margem por 3 min. Todos os espécimes foram termociclados (5 - 55<sup>o</sup> C, 6.000 ciclos) e submetidos a teste de resistência de união cisalhamento (1 mm/min) em uma máquina de ensaio universal. Os dados foram analisados estatisticamente (ANOVA 1-fator,  $\alpha = 0,05$ ), segundo a qual não foram encontradas diferenças significativas entre os quatro grupos (8,43 ±

1,3; 8,98  $\pm$ 3,6; 12,02  $\pm$ 6,7 e 8,23  $\pm$ 3,8 MPa) ( $p = 0,1357$ ). Portanto, o desempenho dos métodos utilizados em laboratório (Rocatec) e os métodos utilizados em consultório (jateamento com óxido de alumínio) não tiveram diferença após termociclagem.

Aboushelib et al. (2009) avaliaram o efeito do envelhecimento sobre a estabilidade química da ligação estabelecida pelos primers experimentais tentando compreender o seu mecanismo de ativação. Foram confeccionados 40 discos de zircônia (19,5 mm x 3 mm), a superfície da cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1% de Rb, 1% de Mg e o restante de O<sub>2</sub>). Após os espécimes foram aquecidos até 750<sup>0</sup>C para sinterização; Posteriormente, foram condicionados com ácido fluorídrico 5% por 15 min. As superfícies de zircônia foram cobertas com um dos quatro primers experimentais especialmente feitos para zircônia, os quais ficaram reagindo na superfície por 3 min. Após, discos de resina (Tetric Ivo Ceram, IvoclarVivadent) foram cimentados na superfície cerâmica tratada utilizando cimento resinoso contendo MDP (Panavia F 2,0). O FTIR foi realizado para examinar a ativação química do primers zircônia desde o início da mistura até 60min. As amostras foram cortadas em microbarras 1mm<sup>2</sup> e realizado o ensaio de microtração imediatamente e após 90 dias de armazenamento em água a 37<sup>0</sup>C. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usada para analisar a superfície de fratura. Houve uma queda significativa nos valores MTBS após 90 dias de armazenamento em água para todos os primers testados (28- 41 MPa para 15- 18MPa) após a conclusão do envelhecimento. SEM revelou aumento no percentual de falha interfacial após o armazenamento de água. O FTIR sugere que a ativação adequada dos primers zircônia experimental ocorre 1h após o tempo de mistura. Os primers zircônia produziram inicialmente um aumento na resistência de união, no entanto foram reduzidos significativamente após o armazenamento em água, pois são moléculas hidrofílicas.

Cattell et al. (2009) avaliaram a modificação da superfície de cimentação da cerâmica a base de leucita com overglaze, foram analisadas a resistência de união e a resistência flexural. Três vidros experimentais em pó foram desenvolvidos (90%P25 + 10% P54 - P25/P54; 90%P54 + 10%P25 - P54/P25 e 90%P25 + 10% de um vidro experimental - P25/frit). Quarenta discos cerâmicos a base de leucita (14 mm x 2 mm) foram produzidos e divididos em 4 grupos (n=10). (1) controle, jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu$ m; (2) cobertura com P25/frit dissolvido em

água destilada; (3) cobertura com P25/P54 dissolvido em água destilada e (4) cobertura com P54/P25 dissolvido em água destilada. O overglaze foi aplicado com auxílio de um pincel sob leve vibração, após foi realizada a sinterização. Todas as superfícies foram condicionadas com ácido fluorídrico 9,5%, lavados por 2 min e realizado banho sônico por 3 min. Cilindros de compósitos (Marathon, Den- Mat) foram fotopolimerizados e cimentados às superfícies das cerâmicas glazeadas. Os cp foram armazenados em água por 8 dias. Os grupos foram testados utilizando o ensaio de cisalhamento (SBS) em 0,5 mm/min. Para o teste de resistência à flexão foram avaliados 2 grupos (1) controle; (2) cobertura com P25/frit dissolvido em água destilada + condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%, lavados por 2 min e realizado banho sônico por 3 min. Foi realizado o teste de resistência biaxial com velocidade de 0,15 mm/min. Foram feitas análises de MEV e EDS. A média de SBS (MPa  $\pm$ SD) foram: (1) : 10,7 $\pm$  -2,1; (2) : 9,8 $\pm$ 1,9; (3) : 1,8 $\pm$ 1,0 e (4): 2,6 $\pm$ 1,7 . Grupos 1 e 2 foram estatisticamente maiores que os Grupos 3 e 4 ( $p < 0,001$ ), mas não houve diferença entre os grupos 1 e 2 e 3 e 4 ( $p > 0,05$ ). Para resistência a flexão a média (MPa  $\pm$ SD) do Grupo 2 ( 200,2 $\pm$ 22,9 ) foi estatisticamente diferente (  $p < 0,001$ ) do Grupo 1 (150,4 $\pm$ 14,3). O overglaze P25/frit aumentou a resistência flexural do substrato cerâmico e produziu resistência ao cisalhamento semelhante ao grupo controle.

Kitayama et al. (2009) avaliaram um novo tratamento da cerâmica zircônia para melhorar sua resistência adesiva aos cimentos resinosos. Cinquenta e seis discos (15 mm x 2 mm) de cerâmica zircônia (Cercon Base, Degudent) e 28 discos da cerâmica à base de sílica (GN -1 Ceramic Block) foram fabricados de acordo com as normas dos fabricantes, polidos e divididos em 3 grupos (n=28): (1) Cercon Base + JOA (jateamento com óxido de alumínio 70  $\mu$ m, com pressão de 0,5 Mpa, por 5 s e uma distância de 10 mm); (2) Cercon Base + JOA + INT (a superfície da zircônia foi coberta com uma camada da cerâmica a base de sílica Cercon Ceram Kiss de aproximadamente 100  $\mu$ m, utilizando para padronização um dispositivo metálico e, após, realizado a sinterização); (3) GN-1 + JOA. Foi realizado banho sônico por 10 min em todas as amostras. As superfícies das cerâmicas foram condicionadas com ou sem um agente silano e depois cimentada com um dos dois cimentos resinosos: Panavia F 2.0 (PF) e Superbond C & B (SB). Após 24 h de armazenamento em água foi realizado o ensaio de tração. A análise do tipo de falha foi realizada com auxílio de um MEV. Também foi realizada a análise de rugosidade das superfícies

cerâmicas tratadas. Houve diferença estatisticamente significativa para o cimento resinoso, substrato cerâmico e Silanização. ANOVA 2-fatores revelou que a resistência de união para o cimento PF foi influenciada tanto pelo substrato cerâmico ( $F = 4,502$ ,  $p = 0,018$ ) como pela silanização ( $F = 427,533$ ,  $p < 0,001$ ). Também foi revelado que a resistência de união do cimento SB foi influenciada pelo substrato cerâmico ( $F = 6,642$ ,  $p = 0,004$ ) e silanização ( $F = 89,229$ ,  $p < 0,001$ ). A silanização melhorou significativamente a resistência de união à GN- 1 e INT ( $p < 0,05$ ). O revestimento INT seguido de silanização demonstrou aumento da resistência adesiva à cerâmica zircônia.

Phark et al. (2009) avaliaram a resistência adesiva (SBS) da cerâmica zircônia aos cimentos resinosos modificando o tratamento de superfície da cerâmica. Discos de 3 mm de diâmetro da resina (TPH3) foram colados à cerâmica de zircônia (Procera Zircônia) com uma superfície modificada com NobelBond (RZ) (140 amostras) e com superfície usinada (MZ) (60 amostras). Três diferentes cimentos adesivo (Panavia F 2.0, RelyX ARC, RelyX Unicem), em combinação com e sem jateamento (50  $\mu\text{m}$  e 110  $\mu\text{m}$  de óxido de Alumínio) foram usados. RZ foi ligado com todos os três cimentos, com e sem jateamento (50  $\mu\text{m}$  e 110  $\mu\text{m}$  de óxido de Alumínio). MZ foi ligado, apenas, com Panavia F 2.0 com e sem jateamento (50 e 110  $\mu\text{m}$  de óxido de Alumínio). O teste de cisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaio universal (Instron), após 3 e 90 dias de armazenamento de água e 20.000 ciclos térmicos (tempo de permanência de 15 s). A análise estatística foi realizada utilizando um modelo ANOVA ( $\alpha=0.5$ ). A média de SBS variou 10.1 –20.0 MPa para 3 dias de armazenagem e 0.16-14.8 MPa após termociclagem. A ciclagem térmica diminuiu significativamente a resistência de união. O jateamento também diminuiu significativamente a resistência adesiva para a superfície modificada, independentemente do cimento utilizado. Os resultados de resistência de união à superfície zircônia modificada foram significativamente superiores à superfície usinada. A superfície de zircônia modificada apresentou resultados de adesão mais alto que a superfície usinada quando submetida ao jateamento.

Piascik et al. (2009) desenvolveram um novo método de tratamento da superfície da zircônia para melhorar sua adesão ao cimento resinoso. A investigação centrou-se em depositar camadas de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  na superfície da zircônia para promover uma ligação química com silanos tradicionais. Blocos (14x12x20 mm) de ProCad (Zirconia), ZirCAD (Leucita) e da resina (AELITE) foram confeccionados

de acordo com as normas dos fabricantes. Os Blocos de ZirCAD foram tratados, antes da cimentação, com deposição de um filme de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  sob duas condições (2,6 nm e 23 nm). As amostras foram divididas em 6 grupos: (1) controle, ProCad + ácido fluorídrico 9,6% + silano (Porcelain Primer) + adesivo (One-Step Plus) + cimento C&B; (2) ZirCad + silano; (3) ZirCad + CoJet + silano; (4) ZirCad + SixOy 2.6 nm + silano; (5) ZirCad + SixOy 23nm + silano; (6) barras de compósito. Foi realizada a cimentação com cimento resinoso C&B e após 24 h os blocos foram cortados e submetidos ao teste de microtração com uma velocidade de 1 mm/min. Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para analisar superfícies da fratura e determinar o modo de falha. O resultado do teste de microtração revelou que a zircônia submetida ao tratamento de superfície com 2,6 nm de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  foi semelhante ao grupo de porcelana (controle). A deposição de uma fina camada de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  pode melhorar a adesão da zircônia ao cimento resinoso utilizando silanos tradicionais.

Aboushelib et al. (2010) avaliaram a resistência de união entre a cerâmica zircônia (Lava zircônia, 3M ESPE) e cimento resinoso e sua durabilidade. Esse estudo utilizou a técnica já estudada em que é realizada a deposição de vidro de baixa fusão (SIE) para melhorar sua ligação ao cimento resinoso. Cinquenta e quatro discos de zircônia (19.4 mm x 3 mm) foram confeccionados e divididos em três grupos (n = 18) de acordo com o tratamento de superfície: (1) sem tratamento, (2) abrasão com partículas óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  com uma pressão de 0,2 MPa, (3) a superfície cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão (65% de Si, 5% de Ti, 15% de Al, 10% de Na e 5% de K) (essa composição foi modificada comparada aos estudos anteriores); Após, os espécimes foram sinterizados e condicionado com ácido fluorídrico 5% por 15 min. Foram realizados MEV e EDS dessas superfícies. Foram confeccionados discos de resina (Filtek Z 250, A2, 3M ESPE) (19.4 mm x 3 mm) que foram armazenados em água por 3 meses antes da cimentação, esse procedimento foi realizado para impedir a absorção de água pela resina na fase de envelhecimento, o que poderia resultar no enfraquecimento na resistência de união a cerâmica. Os discos de zircônia foram cimentados aos discos da resina Filtek com o sistema Panavia F 2.0 sob uma carga de 50 N por 60 s e fotopolimerizados. A resistência de união foi avaliada através do teste de microtração (MTBS). O teste foi repetido depois de cada um dos seguintes intervalos de envelhecimento: termociclagem (10.000 ciclos entre 5 e 55<sup>o</sup>C), 4 semanas de armazenamento de água (37<sup>o</sup>C) e após 26 semanas de armazenamento de água (37<sup>o</sup>C). A análise de

nanoinfiltração com nitrato de prata foi utilizada para avaliar a qualidade da interface zircônia / cimento resinoso. Houve diferença significativa nos valores de microtração entre os três grupos de estudo e em cada um dos intervalos do ensaio ( $p < 0,001$ ). O envelhecimento resultou na redução da resistência de união dos grupos sem tratamento e do grupo abrasado com partículas de óxido de alumínio (5,9 MPa e 27,4 MPa, respectivamente). A redução da resistência de união entre esses grupos foi explicada pela nanoinfiltração observada em toda a interface zircônia / cimento resinoso. A resistência de união das amostras recobertas com vidro manteve-se estável após a conclusão do envelhecimento (51,9 MPa), que também demonstraram uma boa vedação contra a penetração de nitrato de prata em toda a interface zircônia/ resina. O tratamento de superfície em que foi realizado o recobrimento com vidro estabeleceu uma forte, estável e duradoura ligação do cimento resinoso ao substrato de zircônia.

Kitayama et al. (2010) avaliaram e compararam a resistência adesiva de uma cerâmica zircônia (Cercon Base; Degudent) e uma cerâmica a base de sílica (GN-1 Ceramic Block; GC) a cinco cimentos resinosos. Foram confeccionados discos cerâmicos que foram polidos e jateados com partículas de óxido de alumínio 70  $\mu\text{m}$  a uma pressão de 0.5 MPa por 5 s a uma distância de 10 mm. Essas amostras foram divididas em 11 grupos ( $n=7$ ) em que 5 foram os grupos controles (sem aplicação de primer) e em 6 grupos a superfície cerâmica foi condicionada com o primer do mesmo fabricante do cimento resinoso (Bistite II/Tokuso Ceramic Primer (BII/TCP), Linkmax/GC Ceramic Primer (LM/GCP), RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer (RX/RCP) , Panavia F 2.0/Clearfil Ceramic Primer (PF/CCP) e Resicem/Shofu Porcelain Primer (RS/SPP) ou AZ Primer (RS/AZP)). O conjunto foi armazenamento em água por 24 h a 37° C, após, as forças de união foram testados utilizando uma máquina de ensaios universal (microtração) e as falhas foram examinadas. Para GN-1 Bloco Cerâmico, o condicionamento com primer aumentou significativamente a resistência de união (exceto AZ Primer) em comparação com o grupo controle. O LM/GCP teve o maior resultado de resistencia adesiva e não houve diferença significativa entre LM/GCP e RS/SPP, LM/GCP e PF/CCP e LM/GCP e BII/TCP. Também não houve diferença significativa entre RS / NO e RS/AZP, portanto, a eficácia do AZ Primer não pôde ser confirmada. Para Cercon Base, não houve diferença significativa na resistência de união entre os grupos controle. No entanto houve diferença estatisticamente significante entre o grupo

condicionado com primer e seu controle. RS/AZP mostrou resistência de união mais alta que os outros grupos, exceto que o grupo PF/CCP. Não houve diferença significativa entre RS/AZP e PF/CCP. O modo de falha predominante dos grupos condicionados com primers AZ Primer, Clearfil Ceramic Primer e Tokuso Ceramic Primer foram coesivas no cimento, para os outros primers as falhas foram adesivas.

May et al. (2010) avaliaram a influência do revestimento de sílica na cerâmica Y-TZP utilizando adesivo e cimento resinoso contendo MDP. Noventa e seis blocos (5x5x3 mm) de Y-TZP foram embutidos em resina acrílica (superfície livre para a adesão: 5 x 5 mm), polidos e divididos aleatoriamente em quatro grupos (N = 24) de acordo com o tratamento da superfície cerâmica: (1) limpeza com álcool isopropílico (ALC), (2) ALC + ácido fosfórico + aplicação do primer a base de MDP(MDP-primer), (3) silicatização (SiO<sub>2</sub>) + silano (MPS-Sil) e (4) SiO<sub>2</sub> + MDP-primer. O cimento resinoso com MDP foi aplicado sobre a superfície tratada usando um molde cilíndrico (diâmetro = 3 mm). Metade dos espécimes de cada tratamento de superfície foram armazenados em água destilada (37 ° C, 24 h) antes do teste. Outra metade dos espécimes foram armazenados por 90 dias e termociclados (12.000 x) durante este período (90 d/TC). A resistência ao cisalhamento (SBS) foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min. Dois fatores compuseram o delineamento experimental: a estratégia de tratamento da cerâmica (em quatro níveis) e condição de armazenamento (em dois níveis), totalizando oito grupos. Após 90 d/TC (Tukey, p <0,05), o tratamento de superfície SiO<sub>2</sub> MDP-primer (24,40 MPa) promoveu o maior resultado de SBS. O ALC e grupos de MDP-primer descolaram espontaneamente durante 90 d/TC. Os valores dos resultados de resistência de união foram maiores e mais estáveis nos grupos de SiO<sub>2</sub>. O uso do MDP-primer após a deposição de sílica aumentou a resistência de união.

Mirmohammadi et al. (2010) compararam os valores de resistência adesiva entre a cerâmica de zirconia e 3 cimentos resinosos contendo monômero fosfato em sua composição. Foram utilizando os testes de microtração e microcisalhamento. Discos de Zircônia (11,8 mm x 3 mm) foram polidos e jateados com partículas de óxido de alumínio 50 µm, pressão de 0,35 Mpa e distância de 1cm, após foi realizado banho sônico com água destilada por 10 min. Também foram confeccionados discos de resina composta Filtek Z250 (11,8 mm x 3 mm) que foram cimentados aos discos de cerâmica utilizando três diferentes cimentos (Panavia F 2.0 (Kuraray Co. Ltd), RelyX UniCem (3M ESPE), e Multilink Automix (Ivoclar-

Vivadent) foi exercida uma carga de 50 N por 60 s e realizada fotopolimerização por 60 s cada face. Os blocos foram cortados e submetidos ao teste de microtração (n=10). Para o teste de microcisalhamento foram confeccionados discos de Zircônia (22 mm x 0,8mm) e discos de resina composta Filtek Z250 (0,9 mm x 0,7 mm). Foi realizado o mesmo tratamento de superfície e protocolo de cimentação utilizado para o teste de microtração, após, os cp foram testados pelo ensaio de microcisalhamento (n=10). Os resultados foram submetidos ao teste estatístico ANOVA 2-fatores ( $E > 0,05$ ). Houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união entre os cimentos testados e também entre os métodos de avaliação utilizados. O teste de microtração relatou diferença significativa em valores de resistência adesiva, enquanto que o teste de microcisalhamento não detectou diferença. Para o teste de microtração o cimento resinoso panavia F ( $32,5 \pm 1,7$  Mpa) apresentou diferença significativa estatisticamente dos demais cimentos resinosos RelyX Unicem ( $24,2 \pm 2,7$ ) e Multilink ( $23,7 \pm 2,3$ ). Ambos Panavia F e Multilink apresentaram falhas basicamente coesivas do cimento resinoso enquanto que o RelyX Unicem apresentaram falhas adesivas. Com base nas conclusões deste estudo, os dados obtidos usando microtração e cisalhamento não podem ser diretamente comparados. O ensaio de microtração foi mais sensível que o ensaio de cisalhamento, que não conseguiu detectar tais diferenças.

Ntala et al, (2010) desenvolveram 4 diferentes glazes tentando melhorar a adesão da cerâmica zircônia a um cimento resinoso. As amostras (125) (16 mm x 1 mm) de Y-TZP ZS-Blanks (Kavo, o Everest) foram confeccionadas e jateadas com partículas de óxido de alumínio 50  $\mu$ m por 13 s a uma distância de 10 mm. Os espécimes foram divididos em 5 grupos de acordo com o tratamento de superfície: (1) Controle; (2) Hydroxyapatite (10 wt%) + P25 glaze (90%) + ácido fosfórico 37% (60 s); (3) IPS Empress 2 glass-ceramic (20%) + IPS e-max Ceram glaze (80%) + ácido fluorídrico (120 s); (4) IPS Empress 2 glass (20 %) + IPS e-max Ceram glaze (80%); (5) IPS Empress 2 glass (30%) + IPS e + e-max Ceram glaze (70 wt%). A espessura do glaze foi verificada com auxílio de um micrômetro. Após a sinterização, foi aplicada uma camada de Monobond-S e realizada a cimentação utilizando cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar-Vivadent) de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram armazenados em água durante 7 dias. Os grupos foram testadas através do teste de cisalhamento (SBS), a uma

velocidade de 0,5 mm / min. A média (DP) SBS (MPa) dos grupos testados foram: Grupo 1: 7.7 (3.2), Grupo 2: 5,6 (1,7); Grupo 3: 11,0 (3,0), Grupo 4: 8,8 (2,6) e Grupo 5: 9.1 (2.6). O grupo 3 foi significativamente diferente do grupo controle ( $p < 0,05$ ). Não houve diferença significativa nos valores médios SBS entre o Grupo 1 e os Grupos 2, 4 e 5 ( $p > 0,05$ ). O grupo 2 mostrou SBS estatisticamente menor que os Grupos 3-5 ( $p < 0,05$ ). A aplicação de um novo glaze contendo dissilicato de lítio pode ser um passo para aumentar a resistência de união da zircônia a um cimento resinoso.

Aboushelib et al. (2011) avaliaram a resistência de união entre a cerâmica zircônia (Procera Zircônia, NobelBiocare) e um cimento resinoso assim como sua durabilidade de união. Esse estudo utilizou a técnica já estudada em que é realizada a deposição de vidro na superfície zircônia (SIE) para melhorar sua ligação ao cimento resinoso. Discos de zircônia (19.4mm x 3mm) foram confeccionados e divididos em três grupos ( $n = 12$ ) de acordo com o tratamento de superfície: (1) sem tratamento, (2) abrasão com partículas óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  com uma pressão de 0,2 MPa, 10 mm de distância por 15 s, (3) a superfície da cerâmica foi recoberta com vidro de baixa fusão contendo : 65% de Si, 5% de Ti, 15% de Al, 10% de Na e 5% de K (essa composição foi modificada comparada aos estudos anteriores); Após, os espécimes foram sinterizados e condicionados com ácido fluorídrico 5% por 15 min. Foi realizado MEV e EDS dessas superfícies. Foram confeccionados discos de resina (Filtek Z 250, A2, 3M ESPE) (19.4 mm x 3 mm). Os discos de zircônia foram cimentados aos discos da resina Filtek com o sistema Panavia F 2.0. A resistência de união foi avaliada através do teste de microtração (MTBS). O teste foi repetido depois de cada um dos seguintes intervalos de envelhecimento: termociclagem (10.000 ciclos entre 5 e 55<sup>0</sup>C), 4 semanas, 26 semanas, 52 semanas e finalmente 104 semanas de armazenamento de água (37<sup>0</sup>C). Foram encontradas diferenças significativas nos valores de microtração entre os três grupos de estudo e em cada um dos intervalos de envelhecimento ( $P < 0,001$ ). Após dois anos de envelhecimento artificial, todas as amostras do grupo controle sofreram falha espontânea, enquanto que houve uma redução significativa na resistência de união do grupo abrasionado com partículas de óxido de alumínio (21,3 MPa). A resistência de união do grupo tratado com recobrimento de vidro foi relativamente estável (44,1 MPa), após a conclusão do envelhecimento. Dentro das limitações deste estudo, as retenção

micromecânica são pré-requisitos para o estabelecimento de uma união forte e durável para materiais a base de zircônia.

## 2.2 Adaptação marginal (CAD/CAM)

Andersson et al. (1996) avaliaram a fidelidade da fresagem do sistema CAD/CAM Procera. Três corpos geométricos de dimensões conhecidas foram utilizados para este estudo sendo, um quadrado, uma elipse e um cilindro. Para cada forma geométrica, foram fresadas cinco amostras cerâmicas utilizando o sistema Procera. Após confecção das amostras, estas foram analisadas e as distâncias entre as margens de cada uma das formas geométricas foram medidas com o auxílio de um projetor. Os resultados demonstraram os seguintes valores: elipse, menor ( $3,01 \pm 7,1 \mu\text{m}$ ), elipse, maior ( $9 \pm 3,1 \mu\text{m}$ ), quadrado ( $6 \pm 4,1 \mu\text{m}$ ) e cilindro ( $5,99 \pm 6 \mu\text{m}$ ). O erro estatístico observado para processo de fresagem das amostras, comparado com as formas geométricas padrões, foi de: elipse menor ( $6,5 \mu\text{m}$ ), elipse maior ( $3,2 \mu\text{m}$ ), quadrado ( $3,4 \mu\text{m}$ ) e cilindro ( $5,8 \mu\text{m}$ ). Baseado no grau de erro do sistema Procera observado neste estudo, os autores concluíram que as coroas confeccionadas por este sistema CAD/CAM apresentam discrepâncias marginais com dimensões clinicamente aceitáveis, isto é, menor que  $100 \mu\text{m}$ .

May et al. (1998) avaliaram a adaptação marginal e interna de coroas cerâmicas fabricadas pelo sistema Procera AllCeram. Foram realizados preparos para coroa total em dentes de resina acrílica, sendo cinco primeiros pré-molares e cinco primeiros molares. Os preparos foram padronizados com ângulo de convergência de  $10^\circ$ , margem em chanfro de circunferência de 1,3-1,5 mm e redução oclusal de 2 mm. Os preparos foram moldados com silicone de adição, preenchidos com gesso especial e sobre os troqueis em gesso foram confeccionados os *copings* e aplicada uma cerâmica de cobertura de baixa fusão. Utilizando a técnica da réplica com silicone de adição, cada coroa foi reposicionada em seu respectivo dente de acrílico, contendo silicone fluido em seu interior. Após polimerização do silicone e remoção do troquel, o silicone em contato com a superfície interna da coroa foi mensurado utilizando laser videografia. Em seguida, removeu-se o material de moldagem e um escaneamento da superfície interna da coroa foi realizado. Por meio desta análise em três dimensões, foi realizada a leitura

de desadaptação interna em 3 regiões (AW: axial, CT: pontas de cúspides e AO: oclusal) e marginal das coroas totais cerâmicas. Os valores da abertura marginal para as coroas confeccionadas em pré-molares ( $56 \pm 21 \mu\text{m}$ ) e molares ( $63 \pm 13 \mu\text{m}$ ) foram estatisticamente semelhantes. Já os valores da desadaptação interna para as coroas de pré-molares apresentaram diferença estatística entre si: Aw ( $69 \pm 17\mu\text{m}$ ), CT ( $48 \pm 12\mu\text{m}$ ) e OA: ( $36 \pm 7\mu\text{m}$ ). Nas coroas dos molares os valores de desadaptação interna obtidos foram semelhantes entre si: Aw ( $49 \pm 3\mu\text{m}$ ), CT ( $67 \pm 21 \mu\text{m}$ ) e OA: ( $74 \pm 29\mu\text{m}$ ). Os autores concluíram neste estudo que a desadaptação marginal e interna das coroas analisadas apresentaram valores inferiores a  $70 \mu\text{m}$ , que segundo eles são clinicamente aceitáveis.

Neiva et al. (1998) estudaram a resistência à fratura e a discrepância marginal e interna de restaurações totalmente cerâmicas. A partir de um modelo metálico padrão com término em ombro arredondado (1 mm), foram confeccionados trinta troquéis em resina, sobre os quais foram fabricadas as coroas cerâmicas (n=10): IPS Empres, Procera All-Ceram e In-Ceram. Cada coroa foi fabricada seguindo as recomendações dos fabricantes, de modo que a espessura das coroas foi padronizada (axial-1 mm, oclusal- 2,5 mm). Em seguida, cada amostra foi cimentada em seu respectivo troquel, com cimento resinoso quimicamente ativado (Panavia EX 21), e após, submetida ao ensaio de resistência à flexão em máquina de ensaio universal (Instron, Modelo TT-BM), com velocidade de 0,05 mm/min. Para a análise da espessura do cimento, uma coroa de cada grupo foi confeccionada, cimentada e o conjunto incluído em resina acrílica. Cada amostra foi seccionada no seu longo eixo e a espessura da camada de cimento foi mensurada com o auxílio de um estereomicroscópio (64x), sendo realizadas três leituras na região oclusal, uma no fundo de fossa (O) e as outras duas na ponta de cúspide (C1 e C2), duas na margem e duas nas paredes axiais (A). A análise estatística demonstrou que, com relação à análise da resistência à fratura, não houve diferença significativa entre os grupos: Empres ( $222,45 \pm 49,08 \text{ Kg}$ ), Procera ( $194,2 \pm 37,65 \text{ Kg}$ ) e In-Ceram ( $218,8 \pm 36,12 \text{ Kg}$ ). Com reação à espessura da camada de cimento, observou-se que na região da margem cervical os maiores valores foram observados para os sistemas Procera ( $225 \mu\text{m}$ ) e In-Ceram ( $135 \mu\text{m}$ ), sendo o Empress ( $90 \mu\text{m}$ ) o de melhor adaptação marginal. Os valores de adaptação interna variaram entre os sistemas: Empress (O:  $120 \mu\text{m}$ , C1:  $150 \mu\text{m}$ , C2:  $150 \mu\text{m}$ , A:  $60 \mu\text{m}$ ), Procera (O:  $165 \mu\text{m}$ , C1:  $135 \mu\text{m}$ , C2:  $120 \mu\text{m}$ , A:  $105 \mu\text{m}$ ) e In-Ceram (O:  $135 \mu\text{m}$ , C1:  $150 \mu\text{m}$ , C2:  $150 \mu\text{m}$ ,

A: 45  $\mu\text{m}$ ). Os autores relataram que a grande discrepância marginal observada no sistema Procera ocorreu provavelmente devido ao tipo de término cervical não ser o mais indicada para este sistema.

Bindl et al. (1999) avaliaram adaptação marginal e interna de coroas e *copings* confeccionados pelo sistema CAD/CAM Cerec 2. Utilizando modelos de dentes padrões em acrílico, três tipos de preparos anteriores com diferentes desenhos de terminos cervicais foram realizados: a) plano reto; b) preparo seguindo a junção cimento-esmalte com término em 90° na mesial e 40° na distal; c) preparo seguindo a junção cimento-esmalte com término em ângulo obtuso de 130° na mesial e 150° na distal. As coroas e os *copings* foram confeccionados, respectivamente, por meio da fresagem de blocos cerâmicos Vita Mark II e Vita In-Ceram Spinell. Para confecção das coroas e *copings* utilizou-se o *software* C.O.S. 4.30 B5 (1997, Siemens). *Copings* confeccionados em In-Ceram Spinell pela técnica do Slip-cast serviram como grupo controle. Todas as coroas foram cimentadas adesivamente em seus respectivos preparos, com cimento resinoso polimerizado quimicamente, no caso das coroas em Cerec II ou com resina composta fotopolimerizada, no caso dos *copings*. Após cimentação, foi realizada a mensuração da fenda marginal de todas as amostras em MEV. Em seguida, cada conjunto coroa/dente foi incluído em resina acrílica e recortado no sentido vestibulo-lingual para análise da adaptação interna em MEV. Após análise estatística, os autores observaram que, com relação à discrepância marginal, as coroas em Cerec II ( $59,9 \pm 7 \mu\text{m}$ ) apresentaram valores significativamente inferiores aos *copings* em InCeram Spinell fresados ( $73,4 \pm 12 \mu\text{m}$ ) e aos confeccionados pela técnica *Slip-cast* ( $75,5 \pm 17 \mu\text{m}$ ). Já com relação à desadaptação interna, os *copings* em In-Ceram Spinell convencional ( $94,07 \pm 20 \mu\text{m}$ ) apresentaram valores significativamente inferiores aos *copings* de Cerec ( $146,79 \pm 17 \mu\text{m}$ ) e às coroas em Cerec ( $141,34 \pm 21 \mu\text{m}$ ). O tipo de término não influenciou na adaptação marginal das coroas.

Luthardt et al. (1999) avaliaram a resistência à fratura e a discrepância marginal vertical e horizontal de coroas totais confeccionadas em Zircônia estabilizada com ítrio (sistema Preident – DCS) e em Alumina densamente sinterizada (Procera). A partir de dois modelos metálicos padrões, correspondendo a dois preparos para coroas totais nos dentes 11 e 13, foram confeccionadas seis coroas de ambos os sistemas. Utilizando-se a técnica da réplica, cada coroa foi

cimentada em seu respectivo troquel com silicone fluído que após sua polimerização foi estabilizado com silicone de alta densidade. Após a polimerização final do material, o filme de silicone foi removido do interior da coroa, o conjunto seccionado com um bisturi e, baseado na espessura do silicone leve na região marginal, mensurou-se em quatro pontos de cada coroa, a discrepância marginal horizontal das amostras, com o auxílio de um microscópio óptico. Em seguida, cada coroa foi cimentada com cimento de fosfato de zinco sobre os troquéis metálicos e após a presa do material, mensurou-se a discrepância marginal vertical em MEV. Após, foi aplicada uma carga em cada coroa com uma inclinação de 30°, a uma velocidade de 1 mm/min, até ocorrer a fratura do material. Os resultados demonstraram que não houve diferença significativa entre os grupos com relação à resistência à fratura das amostras: Zircônia-  $551 \pm 75,84$  N e Alumina-  $498 \pm 67,26$  N. Adicionalmente, as restaurações confeccionadas em Zircônia geraram discrepâncias marginais verticais inferiores às fabricadas em Alumina (Procera). Com relação à discrepância marginal horizontal das coroas em Alumina, observou-se a presença de mais valores negativos comparados às coroas de zircônia, uma vez que 75% dos valores daquelas encontram-se distribuídos entre -62 a 0  $\mu\text{m}$ , ao contrário das amostras fabricadas pelo sistema Precident – DC, as quais variaram de -14 a 84  $\mu\text{m}$ .

Boening et al. (2000) avaliaram a precisão da adaptação de coroas anteriores e posteriores confeccionadas pelo sistema CAD/CAM Procera AllCeram. Para análise da discrepância marginal das 80 coroas previamente confeccionadas, utilizou-se a técnica da réplica com silicone fluído, onde cada coroa foi cimentada em seu respectivo preparo com silicone fluído polimerizado por reação de adição, a qual em seguida foi estabilizada com silicone massa e recortada no sentido vestibulo-lingual e mesiodistal. Para mensuração da discrepância interna e marginal, a espessura do filme de silicone foi analisada em microscópio óptico. Os resultados demonstraram que as coroas confeccionadas nos dentes anteriores apresentaram médias que variaram de 80 a 95  $\mu\text{m}$  ao longo da margem cervical em cada face (vestibular, lingual, mesial e distal) e com média total de 90  $\mu\text{m}$  para os elementos posteriores, as médias ao longo da margem cervical variaram de 90 a 145  $\mu\text{m}$ , com média total de 118  $\mu\text{m}$ . Neste estudo, os autores concluíram que a adaptação marginal do sistema Procera AllCeram está dentro dos valores clinicamente aceitáveis.

Dahlmo et al. (2001) avaliaram a precisão da fresagem do sistema Procera. Para isto, a partir de duas formas geométricas com dimensões conhecidas (quadrado e cone), cinco amostras de cada forma geométrica foram reproduzidas e em seguida mensuradas duas vezes por cada operador, sendo as medidas comparadas com as das formas geométricas originais. Os resultados demonstraram que para todos os objetos, o erro na fresagem foi de 15,5 µm, sendo o erro maior para os objetos quadrados comparado com os cônicos. Os autores concluíram que o sistema Procera possui uma alta validade e precisão na fresagem.

Mitchell et al. (2001) pesquisaram a discrepância marginal vertical e absoluta de coroas totais metálicas e cerâmicas. Foram realizados preparos para coroas totais em quarenta e oito pré-molares humanos, a partir dos quais foram confeccionadas coroas totais metalocerâmicas com término em chanfro: G1 metalocerâmicas, G2 metalocerâmica com revestimento estético na vestibular; e coroas totais cerâmicas (Vitadur-N) com término em chanfro (G3) e em ombro arredondado (G4). Cada coroa foi assentada sobre seu preparo dentário e a mensuração da discrepância marginal foi realizada com o auxílio de um perfilômetro. Observou-se que a discrepância marginal vertical do grupo G4 ( $64,04 \pm 43,9 \mu\text{m}$ ) foi significativamente superior a dos grupos G1 ( $58 (33,02 \pm 32,03 \mu\text{m})$ ), G2 ( $39,9 \pm 45,48 \mu\text{m}$ ) e G3 ( $33,36 \pm 48,6 \mu\text{m}$ ). Já com relação à discrepância marginal absoluta, o grupo G4 ( $97,67 \pm 93,56 \mu\text{m}$ ) apresentou os menores valores ( $p < 0,05$ ) comparados aos demais grupos: G1 ( $177,99 \pm 144,65 \mu\text{m}$ ), G2 ( $238,3 \pm 144,25 \mu\text{m}$ ) e G3 ( $254,16 \pm 114,45 \mu\text{m}$ ). Os autores verificaram que em apenas em pouquíssimas amostras foram observadas uma perfeita adaptação marginal vertical.

Blind e Mörmann (2005) propuseram avaliar a adaptação marginal e interna de coroas totais cerâmicas confeccionadas por diferentes sistemas cerâmicos. Preparos padrões com terminação cervical em chanfro largo foram duplicados com silicone de adição, de modo que setenta e dois troquéis em gesso fossem confeccionados e divididos aleatoriamente entre os seguintes sistemas para confecção dos respectivos *copings*: a) In-Ceram Zircônia (*Slip-cast*); b) Empress II (técnica injetada); c) Cerec InLab (In-Ceram Zircônia); d) DCS; e) Decim e f) Procera. Após confecção e ajustes internos das coroas cerâmicas, estas foram cimentadas em seus respectivos troquéis em gesso com cimento resinoso autopolimerizável (Panavia 21 TC) sob uma carga constante de 50 N. Em seguida, o conjunto troquel/coróia foi submetido à análise da adaptação marginal em MEV, sendo

realizadas oito leituras ao longo da margem cervical de cada amostra. Para análise da adaptação interna, o conjunto coroa/troquel foi previamente incluído em resina acrílica e recortado com disco diamantado, da seguinte maneira: seis amostras de cada grupo foram seccionadas no sentido méso-distal e as outras seis no sentido vestibulo-lingual. Cada hemi-face foi analisada em MEV (12x) para mensuração do espaço interno, sendo onze leituras realizadas em cada hemi-face. Os resultados demonstraram que a adaptação marginal dos *copings* da tecnologia convencional dos sistemas *Slip-cast* ( $25 \pm 18 \mu\text{m}$ ) e *Empress II* ( $44 \pm 23 \mu\text{m}$ ) diferiram estatisticamente entre si. Já os sistemas CAD/CAM *Procera* ( $17 \pm 16 \mu\text{m}$ ) e *Decim* ( $23 \pm 17 \mu\text{m}$ ) não diferiram da técnica convencional *Slip-cast* ( $25 \pm 18 \mu\text{m}$ ), entretanto apresentaram médias de discrepância marginal significativamente menor que o *Empress* ( $44 \pm 23 \mu\text{m}$ ). Já o sistema *Cerec InLab* ( $43 \pm 20 \mu\text{m}$ ) apresentou valores praticamente iguais aos do sistema *Empress II* ( $44 \pm 23 \mu\text{m}$ ). Com relação à adaptação interna no sentido méso-distal a tecnologia *Slip-cast* ( $71 \pm 30 \mu\text{m}$ ) e o sistema *Empress II* ( $75 \pm 33 \mu\text{m}$ ) não diferiram entre si. Já os sistemas CAD/CAM *Procera* ( $119 \pm 49 \mu\text{m}$ ) e *DSC* ( $116 \pm 60 \mu\text{m}$ ), apresentaram *copings* com discrepância interna significativamente maior que aos dos sistemas *Empress II* e *Slip-cast*, bem como aos sistemas CAD/CAM *Decim* ( $74 \pm 45 \mu\text{m}$ ) e *Cerec InLab* ( $82 \pm 49 \mu\text{m}$ ). Com relação à largura da desadaptação interna no sentido vestibulo-lingual, o sistema *Procera* ( $136 \pm 68 \mu\text{m}$ ) apresentou valores significativamente maiores que os sistemas *Decim* ( $81 \pm 30 \mu\text{m}$ ) e *Sip-cast* ( $94 \pm 84 \mu\text{m}$ ), enquanto o *Empress II* ( $105 \pm 53 \mu\text{m}$ ), *DCS* ( $110 \pm 79 \mu\text{m}$ ) e *Cerec InLab* ( $114 \pm 58 \mu\text{m}$ ) não diferiram dos sistemas *Procera*, *Decim* e *Empress II*. Neste estudo, os autores concluíram que *copings* confeccionados pelos sistemas convencionais e CAD/CAM apresentaram valores de adaptação marginal semelhantes entre si.

Naert et al. (2005) avaliaram a precisão da adaptação marginal e interna de *copings* confeccionadas pelo sistema *Procera*, bem como o desempenho clínico dessas restaurações no período de 5 anos. Oito dentes humanos (4 incisivos, 2 caninos e 2 pré-molares) foram preparados para coroa total, com término em chanfro, moldados e duplicados em gesso especial. A partir desses troquéis em gesso, foram confeccionados oito *copings* cerâmicos. Para mensuração da discrepância marginal, utilizou-se um estereomicroscópio com aumento de 50x para realizar a leitura marginal de quatro pontos em cada coroa, sendo os *copings* analisados em três momentos: a) adaptação dos *copings* aos preparos dentários,

sem cimentação (n=2); b) adaptação dos *copings* aos troquéis em gesso (n=2); c) adaptação dos *copings* cimentados aos preparos dentários com cimento de ionômero de vidro (n=4) e d) adaptação dos *copings* cimentados aos preparos dentários com cimento resinoso (n=4). Para análise da adaptação interna, os oito dentes que foram cimentados, foram incluídos em resina acrílica, seccionados em quatro quadrantes nos sentidos vestibulo-ligual e méso-distal, de maneira que para cada face, foram realizadas quatro leituras da espessura do cimento, totalizando dezesseis pontos analisados por dente, em estereomicroscópio (50x). Para a análise *in vivo*, foi analisado o comportamento clínico de 300 restaurações cerâmicas fabricadas pelo sistema Procera e instaladas em 165 pacientes entre 1994 e 1998. As restaurações foram analisadas em consultas de controle com relação à adaptação marginal, estética e fratura da cerâmica de recobrimento estético. A análise da discrepância marginal revelou diferença significativa entre os grupos A ( $30 \pm 18,55 \mu\text{m}$ ) e B ( $14 \pm 8,96 \mu\text{m}$ ). Já para os grupos cimentados, os valores obtidos foram semelhantes estatisticamente: C ( $24 \pm 9,98 \mu\text{m}$ ) e D ( $29 \pm 13,72 \mu\text{m}$ ). A análise da espessura do cimento revelou valores altos de discrepância interna na parte mais profunda do chanfro ( $135 \pm 43 \mu\text{m}$ ), ao contrário dos pontos na margem ( $34 \pm 21 \mu\text{m}$ ), parede axial ( $60 \pm 38 \mu\text{m}$ ) e região incisal ( $77 \pm 45 \mu\text{m}$ ). A análise clínica das restaurações demonstrou que 78% das restaurações apresentavam-se excelentes com relação à superfície, cor e forma anatômica.

Reich et al. (2005) compararam clinicamente a adaptação marginal de três próteses parciais fixas cerâmicas de três elementos confeccionadas por diferentes sistemas CAD/CAM: Digident, Cerec inLab e Lava. Coroas metalo-cerâmicas confeccionadas em liga nobre serviram como grupo controle. Foram utilizados blocos de zircônia para os sistemas Digident e Cerec InLab e blocos de zircônia estabilizada por ítrio no sistema Lava. Dezenove pacientes necessitando de 24 próteses parciais fixas de três elementos foram selecionados previamente. Os dentes pilares foram preparados seguindo medidas padrões de desgaste: redução axial de 1,2-1,5 mm; redução oclusal de 1,5 mm, altura do preparo de 4 mm, 5° expulsividade, ângulos e bordas internas arredondadas e término em chanfro. Um alívio de  $-40 \mu\text{m}$  foi realizado para cada coroa. Os preparos foram moldados, aleatoriamente divididos entre os grupos e duplicados em gesso do respectivo sistema. Sobre as infra-estruturas foi aplicada uma cerâmica de cobertura, e em seguida as coroas foram cimentadas com silicone de adição (fluída) na cor verde em

seus respectivos preparos. Após polimerização e remoção das infraestruturas dos preparos, a fina camada de silicone internamente foi estabilizada pela injeção de silicone (massa), na cor laranja, no interior de cada retentor (técnica da réplica). As réplicas foram segmentadas, com o auxílio de uma navalha, nos sentidos méso-distal e vestibulo-distal. Foram realizadas mensurações em 4 (pré-molar) e 6 pontos (molar) na margem de cada retentor e 12 (pré-molar) ou 18 (molar) medidas internas em cada retentor. As mensurações foram realizadas utilizando um microscópio óptico com aumento de 50x. As médias das fendas marginais observadas foram: Digident ( $75 \pm 52 \mu\text{m}$ ), Cerec InLab ( $65 \pm 44 \mu\text{m}$ ), Lava ( $65 \pm 50 \mu\text{m}$ ) e Metalocerâmica ( $54 \pm 45\mu\text{m}$ ). Observaram -se diferenças significantes entre a adaptação marginal dos sistemas Digident e metalocerâmica. A discrepância no meio da parede axial das restaurações metalocerâmicas ( $75 \pm 49 \mu\text{m}$ ), foi significativamente menor que todos os sistemas cerâmicos: Digident ( $94 \pm 51\mu\text{m}$ ), Cerec InLab ( $174 \pm 76 \mu\text{m}$ ), Lava ( $105 \pm 89 \mu\text{m}$ ). Os autores sugerem que todos os sistemas CAD/CAM analisados geraram próteses parciais fixas satisfatórias para o uso clínico.

Att et al. (2009) avaliaram a adaptação marginal de diferentes sistemas de cerâmica zircônia em prótese fixa de 3 elementos em estágios diferentes de fabricação e após envelhecimento artificial. Vinte e quatro próteses fixa de 3 elementos de zircônia (DCS, Procera, e VITA YZ-Cerec,  $n = 8$ ) foram fabricados e cimentadas com cimento de ionômero de vidro em dentes humanos incluídos em resina. Cada grupo foi envelhecido em um simulador de mastigação com ciclagem térmica. As fendas marginais foram examinadas em réplicas de resina epóxi antes e após a cimentação, e após a simulação da mastigação, com amplitude de 250x. A adaptação marginal foi avaliada utilizando média geométrica dos valores (100 medições) de fenda marginal. As diferenças entre os sistemas de produção e os efeitos de envelhecimento artificial, foram testadas. A média geométrica (intervalo de confiança 95%), valores de fenda marginal ( $\mu\text{m}$ ) para frameworks e para restaurações antes da cimentação, após a cimentação, e após a simulação da mastigação foram, respectivamente: DCS: 86 (80-93), 86 (83 - 90), 86 (78-94) e 84 (79-90), Procera: 82 (74-89), 89 (81-97), 89 (84-95) e 88 (82-94) e VITA YZ Cerec: 64 (57-72), 67 (61-77), 76 (71-82), e 78 (76-80). O grupo VITA YZ-Cerec apresentou valores significativamente menores de fenda marginal que os grupos de DCS e Procera no quadro ( $P < 0,05$ ) antes da cimentação ( $P < 0,05$ ). O grupo VITA YZ-Cerec apresentou valores de fendas significativamente menores que o grupo

Proceder após a cimentação ( $P < 0,05$ ). Os valores de adaptação marginal para as diferentes etapas não foram significativamente diferentes entre os grupos ( $P > 0,05$ ). A adaptação marginal de próteses fixas de zircônia é influenciada pela técnica de fabricação.

### 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos do trabalho foram:

- a) Avaliar a influência dos novos tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na resistência adesiva a um cimento resinoso;
- b) avaliar a durabilidade de união entre Y-TZP e cimento resinoso;
- c) avaliar a influência dos diferentes tratamentos de superfície da cerâmica Y-TZP na discrepância marginal vertical de infraestruturas feitas em Y-TZP.

As hipóteses do trabalho foram:

- a) Os novos tratamentos de superfície melhoram a adesão da cerâmica Y-TZP ao cimento resinoso;
- b) a armazenagem/termociclagem poderá degradar a resistência de união;
- c) os novos tratamentos de superfície não irão interferir na adaptação marginal.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

Os materiais que foram utilizados para a realização dos experimentos estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição do nome comercial, fabricante e lote dos materiais utilizados nos experimentos

MATERIAL	NOME COMERCIAL, FABRICANTE	Nº DO LOTE
Material cerâmico (Y-TZP)	VITA In-Ceram YZ for InLab (Vita Zanhfabrik, Bad Sachingen, Alemanha)	18721
Glaze	Glaze VITA AKZENT (Vita Zanhfabrik, Bad Sachingen, Alemanha)	21740
Glaze	Glaze spray VITA AKZENT (Vita Zanhfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)	26760
Ácido fluorídrico (HF)	Ácido fluorídrico 10%(Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil)	11616
Partículas de óxido de alumínio revestidas por óxido de silício(Cojet)	CoJet®-Sand (3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha)	351794
Silano (Sil)	ESPE-SIL (3M, ST Paul ,EUA)	89345
Cimento resinoso	Panavia F (Kuraray, Kurashiki, Okayama, Japão)	6734D
Silicone de Adição consistência densa	Elite H-D Putty Soft Normal Setting (Zhermack S.p.A., Rovigo, Itália)	89333
Silicone de Adição consistência fluída	Elite H-D Light Body Normal Setting (Zhermack S.p.A., Rovigo, Itália)	89333
Gesso tipo IV	Dentona AG (Alemanha)	76390F

A metodologia deste estudo foi dividida em três partes, de acordo com o ensaio empregado.

## 4.1 Análise da superfície cerâmica

### 4.1.1 Obtenção dos blocos cerâmicos

Blocos de cerâmica Y-TZP com dimensões 20 x 19 mm (VITA In-Ceram 2000 YZ cubes for inLab) foram cortados com auxílio da máquina de corte (ISOMET 1000, Buehler Ltd., IL, USA) para obtenção de 24 blocos (7 x 6 x 5 mm). Os blocos pré sinterizados foram submetidos à sinterização em um forno (ZYrcomat – Vita Zahnfabrik, Alemanha), utilizando o programa específico da cerâmica, conforme o ciclo de sinterização indicado pelo fabricante (Quadro 1). Após, os blocos sofreram uma contração adquirindo dimensões finais de 5,25 x 3,75 x 4,5 mm. As amostras foram lixadas com lixas d' água de granulação decrescente (400, 600 e 1200) e submetidos ao banho sônico (Vitasonic, Vita Zahnfabrik, Alemanha) por 5 min em água destilada. Os blocos foram divididos aleatoriamente de acordo com os tratamentos de superfície.

Quadro 1 - Ciclo de sinterização da cerâmica Y-TZP e dos glazes (Akzent glaze Spray e Akzent glaze)

	°C	min	min	°C/min	Aprox. Temp. °C	min	VAC min
Y-TZP	600	-	-	-	1530	150	-
Akzent glaze Spray	500	4.00	4.20	80	900	1.00	-
Akzent glaze	500	4.00	5.00	80	900	1.00	-

#### 4.1.2 Tratamento de superfície

Os blocos foram alocados em 6 grupos de acordo com o tratamento de superfície.

Grupo 1 – sem tratamento (controle).

Grupo 2 – silicatização, a superfície de cimentação foi jateada com partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (CoJet<sup>®</sup>-Sand, 3M ESPE AG) utilizando um aparelho específico (Dento-Prep<sup>™</sup>, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi padronizada em 10 mm e a inclinação de 45°, utilizando para isso um dispositivo (Figura 1). Foi exercida uma pressão de 2.5 bar por 4 s.

Grupo 3 – vitrificação 1, a superfície de cimentação foi preparada com o Glaze Spray VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik). O spray foi borrifado a uma distância média de 5 cm da superfície cerâmica até que essa superfície ficasse completamente coberta (Figura 2), em seguida foi sinterizada de acordo com as instruções do fabricante (Quadro 1). Após, essa superfície foi condicionada com HF por 1 min e lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico (5 min em H<sub>2</sub>O destilada) para remoção do precipitado ácido.

Grupo 4 – vitrificação 1, Glaze Spray VITA AKZENT (= grupo 3) em seguida silicatização (= grupo 2).

Grupo 5 – vitrificação 2, a superfície de cimentação foi preparada com o Glaze VITA AKZENT (Vita Zahnfabrik) (Figura 3) com auxílio de um pincel e sinterizada de acordo com as instruções do fabricante (Quadro 1). Após, essa superfície foi condicionada com HF por 1 min e lavada com spray ar-água pelo dobro do tempo do condicionamento. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em banho sônico (5 min em H<sub>2</sub>O destilada) para remoção do precipitado ácido.

Grupo 6 – vitrificação 2, Glaze VITA AKZENT (= grupo 5) em seguida silicatização (= grupo 2).

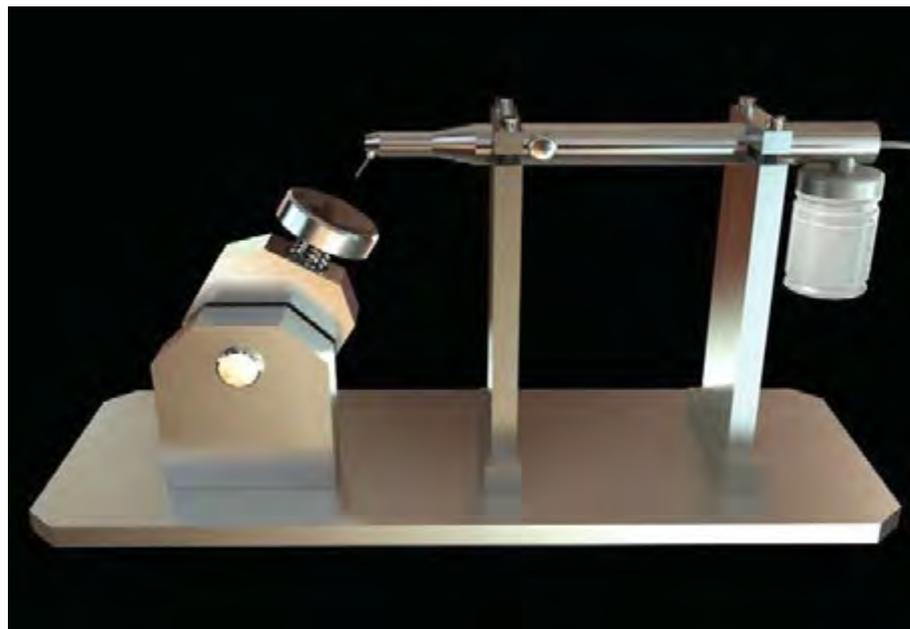


Figura 1 - Microjateador posicionado no dispositivo metálico para padronização dos procedimentos de jateamento.



A



B

Figura 2 - (A) Glaze Spray VITA AKZENT; (B) vitrificação 1.

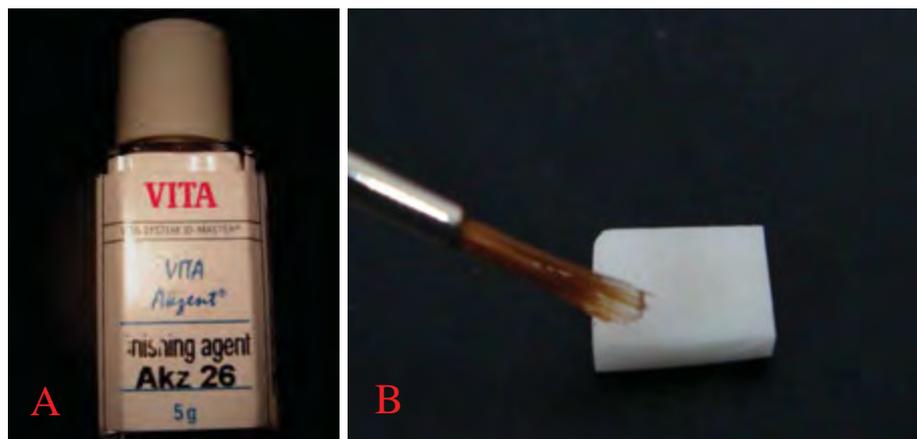


Figura 3 - (A) Glaze VITA AKZENT; (B) vitrificação 2.

#### 4.1.3 Análise micro morfológica em MEV e em Perfilometria

Para análise qualitativa da topografia e rugosidade, a superfície cerâmica foi analisada em perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco, EUA) que é conectado a uma unidade computadorizada contendo o programa computacional Wyko Vision 32 (Veeco, EUA). As medições dos parâmetros de rugosidade (média aritmética de todos os picos e vales encontrados durante a leitura da amostra) foram realizadas com um aumento de 20X em uma área representativa da amostra de  $(301,3 \times 229,2)\mu\text{m}^2$ .

Para análise qualitativa em MEV (JEOL, JSM-T330A, Jeol Ltd., Tokyo, Japão), as mesmas amostras submetidas à perfilometria óptica foram posicionadas numa plataforma de alumínio stub, com o auxílio de uma fita dupla face de carbono e levadas ao MEV. A obtenção das imagens foi conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que é projetado sobre a superfície da amostra por meio de um microscópio eletrônico de varredura. Foram utilizados aumentos de 1.000X.

#### 4.1.4 Análise de EDS

A microanálise de Raios-X foi realizada na superfície da cerâmica utilizando um MEV (JEOL, JSM-T330A, Jeol Ltd., Tokyo, Japão) e utilizando o sistema EDS da Oxford com programa INCA Energy e detector EDS de 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm<sup>2</sup>) os principais elementos foram analisados. O detector de Raios-X foi posicionado a uma distância de 5 cm a um aumento de 800x. A intensidade lida de radiação X para cada área foi em média de 5500 pulsos/s, durante tempo de leitura de 50 s. A concentração dos elementos foi determinada após o cálculo das médias das porcentagens em peso dos elementos químicos em cada ponto.

#### 4.2 Teste de resistência adesiva (cisalhamento)

##### 4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos

Foram confeccionados 144 blocos cerâmica Y-TZP (VITA In-Ceram 2000 YZ cubes for inLab) (5,25 x 3,75 x 4,5 mm) utilizando a mesma metodologia já descrita anteriormente (4.1.1).

As amostras foram incluídas em resina acrílica ativada quimicamente (Figura 4A) com auxílio de uma matriz de silicone. A superfície de cimentação da cerâmica foi posicionada e fixada com cera utilidade na parte inferior da matriz para impedir o extravasamento de resina acrílica nessa superfície quando a resina acrílica foi vertida.

#### 4.2.2 Tratamento de superfície

O Quadro 2 apresenta os tratamentos de superfícies realizados nos espécimes submetidos ao teste de cisalhamento. Os mesmos protocolos foram seguidos, como descritos anteriormente (4.1.2).

Quadro 2 – Grupos de estudo para avaliação da resistência adesiva, conforme os dois fatores do estudo (condicionamento da superfície [6 níveis] e condição de armazenagem [2 níveis])

GRUPOS	ARMAZENAGEM	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE Y-TZP (N=12)
1 C*	Seco	Sem Tratamento
2		Silicatização
3		Vitrificação 1+ Ácido fluorídrico 10%
4		Vitrificação 1+ silicatização
5		Vitrificação 2 + ácido fluorídrico10%
6		Vitrificação 2 + silicatização
7 C*	TC	Sem Tratamento
8		Silicatização
9		Vitrificação 1+ Ácido fluorídrico 10%
10		Vitrificação 1+ silicatização
11		Vitrificação 2 + ácido fluorídrico10%
12		Vitrificação 2 + silicatização

C\* grupo controle.

#### 4.2.3 Silanização e cimentação

Após os condicionamentos, todos os espécimes foram silanizados com um promotor de adesão a base de metacriloxipropiltrimetoxi silano (ESPE-SIL, 3M), sendo deixado para agir na superfície por 5 min. Uma cartela de adesivos com formato quadrangular (5 x 5 mm) e seu centro vazado com uma circunferência de 3 mm de diâmetro foi confeccionada em uma gráfica e utilizada sobre a superfície cerâmica para delimitar o acesso do cimento resinoso a superfície de cimentação. Com auxílio de uma matriz metálica (3 mm de diâmetro) o cimento resinoso Panavia F (Kuraray, Japão) foi inserido e fotopolimerizado por 40 s de acordo com as recomendações do fabricante. A matriz metálica foi removida e todas as superfícies foram cobertas com Oxyguard por 3 min (Figura 4A e 4B).

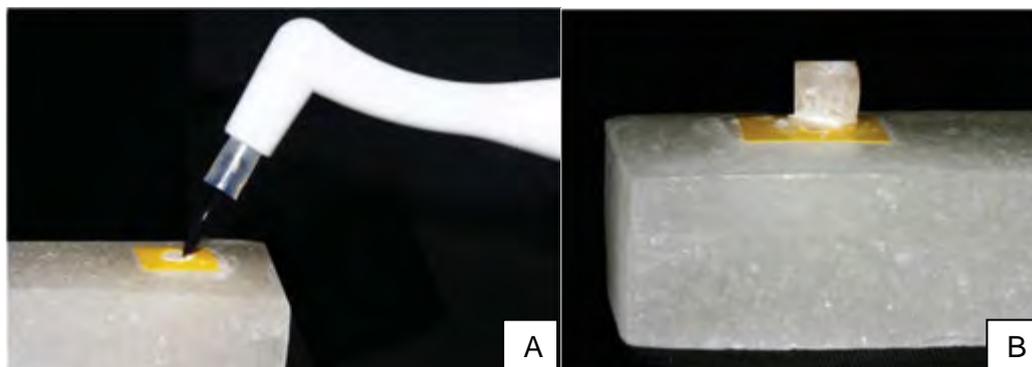


Figura 4 – A) Bloco Y-TZP incluído em resina acrílica ativada quimicamente (silanização); B) Cimentação.

#### 4.2.4 Armazenagem / Ciclagem térmica (TC)

Metade dos espécimes de cada grupo foi ensaiado 24h após cimentação (grupo SECO) e a outra metade foi armazenada em água destilada à 37°C (Estufa Bacteriológica) por 150 dias e submetida à ciclagem térmica (Número de ciclos: 12.000; Temperaturas: 5°C – 55°C com 30 s em cada banho e 2 s de transição entre os banhos) antes dos espécimes serem testados em cisalhamento (grupo TC).

#### 4.2.5 Ensaio de cisalhamento

As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento na máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000, São José dos Pinhais, Brasil; Processo Fapesp # 2001/13978-1) com velocidade de 1 mm/min. Para o ensaio foi utilizado o dispositivo tipo faca (Odeme Biotechnology, Joaçaba - SC) (Figura 5). O atuador foi posicionado mais próximo possível da superfície cerâmica, para que as forças fossem exercidas de forma mais paralela possível em relação à interface aderida.

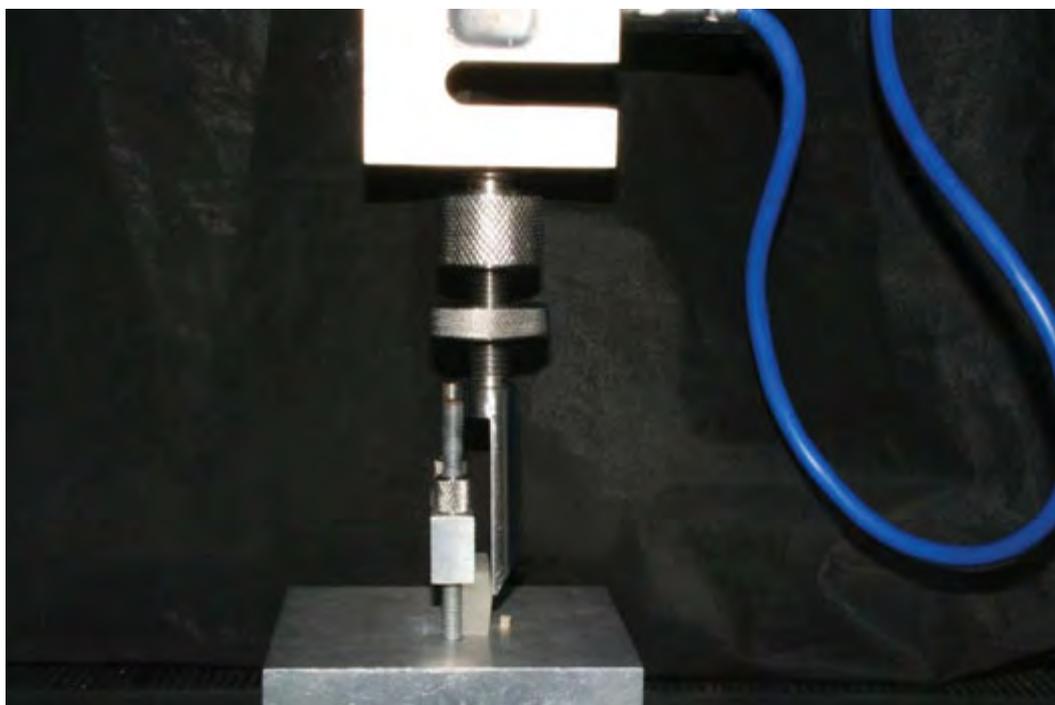


Figura 5 – Dispositivo utilizado para o ensaio de cisalhamento.

A resistência de união foi calculada conforme a fórmula  $R=F/A$ , onde “R” é a resistência (MPa), “F” é a carga para ruptura do espécime (N) e “A” a área interfacial do espécime ( $\text{mm}^2$ ). A área aderida foi constante de  $3,00 \text{ mm}^2$ .

#### 4.2.6 Avaliação do modo de falha

Todos os espécimes ensaiados foram analisados no microscópio óptico (Mitutoyo MI, 176-581A) com aumento de 50X-200X.

Amostras com fraturas representativas de cada grupo estudado foram selecionadas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (Jeol-JSM-T330A). Para isso, elas foram inicialmente fixadas sobre base de alumínio, usando uma fita adesiva dupla-face de carbono e levadas ao MEV. As amostras foram analisadas com aumentos de 400x.

As falhas foram classificadas em 4 tipos (Della Bona et al., 2003):

- a) adesiva (ADES): fratura na interface entre cimento e cerâmica;
- b) fratura coesiva no cimento (COES-cim);
- c) fratura coesiva na cerâmica (COES-cer);
- d) mista (MIST): fratura adesiva combinada com fratura coesiva do cimento.

#### 4.2.7 Análise estatística

Os valores nominais de resistência adesiva foram registrados em MPa e tabulados em planilhas. Inicialmente a normalidade de distribuição foi verificada com o teste de Shapiro-Wilk.

Os dados de resistência adesiva foram então submetidos à Análise de Variância 1 fator (tratamento de superfície). Essa análise foi realizada para o grupo “Seco” e “TC” separadamente a fim de detectar efeitos isolados dos fatores. Subsequentemente, o teste de Tukey foi feito para detectar as diferenças entre os tratamentos de superfície. Além disso, os grupos foram comparados 2 a 2 para elucidar o efeito isolado da armazenagem, para cada tratamento de superfície, por meio de teste t de Student ( $p < 0,05$ ).

Para tanto, foram utilizados os programas computacionais: MINITAB (Minitab, versão 14.12, 2004), STATISTICA (StatSoft, versão 5.5, 2000), PRISM (GraphPad, versão 4.0) e STATISTIX (Analytical Software Inc., versão 8.0, 2003).

#### 4.3 Teste de adaptação marginal

As discrepâncias marginais de infraestruturas feitas em Vita In-Ceram YZ for InLab (N=60) com diferentes tratamentos de superfície foram avaliadas.

#### 4.3.1 Confeção do troquel metálico

Um troquel metálico padrão foi usinado em um torno mecânico modelo Emco T-120 com CNC Emcotronic T-1 (Fresadora Bridge Port EZ-Track II). O troquel simula um preparo para coroa total de paredes axiais lisas, com  $3^\circ$  de inclinação em cada lado axial, resultando em uma conicidade para oclusal de  $6^\circ$ . A altura do troquel foi padronizada em 5,5 mm, com 7,5 mm de diâmetro na base do preparo e término em chanfro com raio de 0,4 mm.

Na base do troquel foi preparada uma rosca para permitir o encaixe à haste vertical móvel de um delineador durante o procedimento de moldagem e ao dispositivo metálico cilíndrico durante o momento da leitura da discrepância marginal. Cerca de 1,5 mm abaixo do término cervical, foram realizadas 25 marcações a laser, espaçadas entre si aproximadamente 0,5 mm. Tais marcações têm o intuito de padronizar a etapa de mensuração da discrepância marginal em cada amostra (Figura 6).



Figura 6 – Troquel metálico.

#### 4.3.2 Moldagem do troquel metálico

Para padronizar a inserção e remoção do troquel metálico na moldeira durante a moldagem, utilizou-se um delineador tipo Ney modificado (Bottino et al., 2007). O troquel foi rosqueado no terminal da haste vertical móvel do delineador para garantir a centralização do conjunto haste móvel e troquel metálico em relação à moldeira durante a moldagem.

Para moldagem, foi utilizado silicone polimerizado por reação de adição Elite H-D Putty Soft Normal Setting (Zhermack S.p.A., Rovigo, Itália) e Elite H-D Light Body Normal Setting (Zhermack S.p.A., Rovigo, Itália) pela técnica da dupla moldagem, seguindo as recomendações do fabricante.

Previamente à moldagem com o material denso, foi confeccionado um alívio com uma lâmina de silicone, de 1,5 mm de espessura, no padrão metálico. O material denso (base e catalisador) foi proporcionado e manipulado de acordo com as recomendações do fabricante. A moldeira metálica foi preenchida com o material de moldagem e posicionada no dispositivo para fixação da moldeira na base do delineador. O troquel metálico, já rosqueado na haste vertical móvel e com o alívio adaptado sobre o preparo, foi introduzido no material de moldagem até a profundidade determinada pela mola e mantido em posição pela fixação do parafuso fixador da haste vertical móvel. Após a polimerização do material denso (3,5 min) a haste vertical móvel foi levantada juntamente com o troquel metálico, e após, foi removido o alívio para iniciar a moldagem com o material fluído. Uma pequena quantidade de material fluído foi passada no troquel metálico e no interior do molde, o troquel foi levado em posição novamente permanecendo (3,5 min) até a total reação do material.

O molde foi analisado e se detectado presença de irregularidades, bolhas positivas ou negativas, este foi descartado e uma nova moldagem realizada.

### 4.3.3 Obtenção do troquel de gesso

O vazamento dos moldes foi realizado vinte e quatro horas após a moldagem, seguindo as recomendações do fabricante (Figura 7).

Previamente ao preenchimento dos moldes com gesso, foi aplicado por aspersão um redutor de tensão superficial na superfície do molde (Surfacer<sup>®</sup>, Polidental Ind. e Com. Ltda.) e após 20 min da sua aplicação, o redutor de tensão superficial remanescente foi totalmente removido com jatos de ar.

Para vazamento do molde, utilizou gesso especial tipo IV para o sistema Cerec (CAM-base<sup>®</sup>, Dentona AG, Alemanha, #10300206), o qual possui em sua composição o pó de dióxido de titânio necessário para captura óptica do preparo pelo scanner. Para sua espatulação, foi proporcionado 100 g do pó em balança digital de precisão (Modelo Grey, Plenna, São Paulo/SP) para 20 ml de água destilada, seguindo recomendações do fabricante. A incorporação do pó na água foi realizada manualmente durante 15 s, seguida pela espatulação mecânica e a vácuo (20 psi) por 30 s com 425 rpm, em espatuladora mecânica (Modelo 1170/97, Polidental Ind. e Com. Ltda.). Com o auxílio de um pincel fino e com o molde apoiado em um vibrador, foi preenchendo o molde com pequenas porções de gesso e, somente após o recobrimento da região do preparo, porções maiores de gesso foram incorporadas para finalizar o preenchimento dos moldes, utilizando uma espátula n° 7.

Após 45 min do preenchimento do molde este foi separado e analisado visualmente. Caso verificada a presença de bolhas na região do preparo, o troquel de gesso foi descartado, iniciando-se nova moldagem.

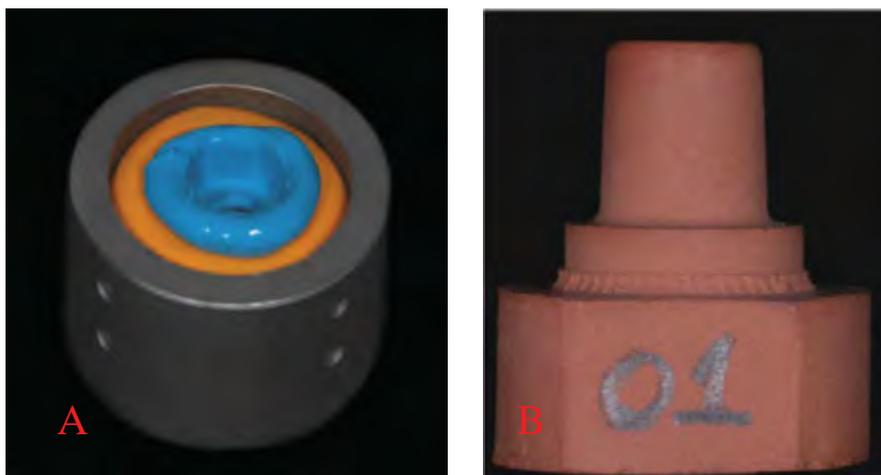


Figura 7 – A) Molde em silicone de adição do troquel metálico; B) Modelo obtido após preenchimento do molde com gesso.

#### 4.3.4 Impressão óptica

Para captura da imagem dos preparos, o troquel em gesso foi fixado com cera em um dispositivo metálico cilíndrico. Esse dispositivo foi acoplado no eixo central do compartimento de fresagem da unidade fresadora Cerec inLab (Sirona for Dental Systems, Alemanha) (Departamento de Materiais Dentários – USP-SP) e afixado em posição com auxílio de uma chave especial, de maneira que o longo eixo do preparo fique inclinado para anterior com uma angulação de  $45^\circ$  em relação ao feixe vertical de luz do *scanner*. Para que todas as superfícies do preparo possam ser alcançadas pela faixa de luz do scanner, o dispositivo metálico gira no sentido horário e o scanner capturará as respectivas imagens, gerando ao final a imagem digitalizada do preparo. O tempo de leitura foi de aproximadamente 20 s. A imagem é enviada, na forma de valores numéricos, e armazenada na unidade computadorizada acessória (CAD) onde foi desenhada virtualmente em três dimensões (Cerec 3D) a respectiva restauração.

#### 4.3.5 Confeção das infraestruturas em Y-TZP

Após a captura da imagem e envio dos dados para a unidade computadorizada (CAD), o término do preparo foi delimitado virtualmente e em seguida a infraestrutura cerâmica foi desenhada, utilizando o programa Cerec 3D.

Foi realizada a confecção da infraestrutura com superfície oclusal lisa, uma vez que facilita todos os procedimentos subsequentes de análise da discrepância marginal. As infraestruturas apresentaram espessura uniforme de 2 mm.

Para confecção das 60 infraestruturas cerâmicas (Figura 8) foram utilizados 60 blocos cerâmicos pré-fabricados VITA In-Ceram YZ for InLab (Vita Zahnfabrik, Alemanha).

Utilizando-se o programa Cerec 3D, o alívio interno para todas as infraestruturas cerâmicas foram padronizadas em 70 µm. Cada bloco cerâmico foi adaptado no eixo central do compartimento de fresagem da unidade fresadora Cerec Inlab (Sirona for Dental Systems, Alemanha) e afixado em posição com auxílio de uma chave especial, de maneira que o bloco permaneça firme durante todo o processo de fresagem.

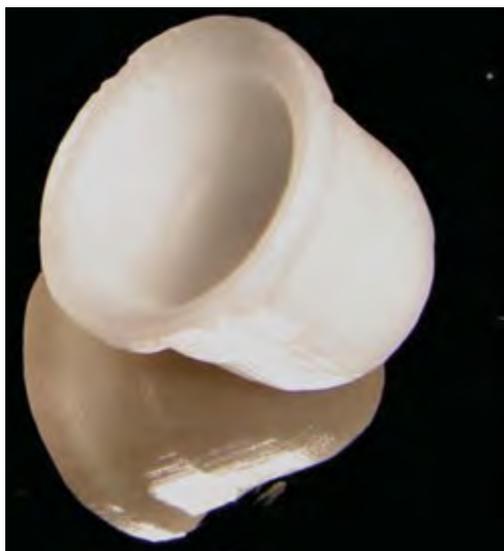


Figura 8 - Infraestruturas em Y-TZP.

Para fresagem dos blocos cerâmicos foram utilizadas duas pontas montadas diamantadas, sendo: uma cilíndrica com 1,6 mm de diâmetro, fixada no braço esquerdo da fresadora, a qual fresa a superfície externa da coroa, e uma cilíndrica com 1,2 mm de diâmetro na extremidade (step bur), fixada no braço direito da fresadora, a qual foi responsável pelo desgaste interno das infraestruturas. As pontas montadas diamantadas foram substituídas a cada 20 infraestruturas fresadas.

#### 4.3.6 Tratamento de superfície

As 60 infraestruturas em Y-TZP foram aleatoriamente alocadas em 6 grupos, conforme o método de condicionamento da superfície interna (Quadro 3), segundo o protocolo já descrito anteriormente (4.1.2) (Figura 9).

Quadro 3 – Grupos de estudo para avaliação da discrepância marginal, conforme o tratamento de superfície

Grupos	Tratamento (n=10)
1 C*	Sem Tratamento
2	Silicatização
3	Vitrificação 1+ Ácido fluorídrico 10%
4	Vitrificação 1+ silicatização
5	Vitrificação 2 + ácido fluorídrico 10%
6	Vitrificação 2 + silicatização



Figura 9 - Vitrificação na infraestrutura de Y-TZP; (A) Vitrificação 1, (B) Vitrificação 2.

#### 4.3.7 Análise da discrepância marginal vertical

Análise da discrepância marginal vertical foi realizada em 50 pontos ao longo da margem do troquel metálico que teve como orientação as marcações a laser presente no troquel.

Antes de se iniciar a leitura da margem cervical, cada troquel metálico foi fixado na base metálica cilíndrica, a qual auxiliou na mensuração do desajuste marginal em diversos pontos das amostras, por permitir a rotação em 360° do troquel metálico ao redor do seu eixo (Figura 10).

O conjunto base cilíndrica, troquel metálico e coroa foi posicionado em um dispositivo o qual permitiu a aplicação de uma força constante na coroa sobre o troquel metálico durante todo o processo de mensuração. Com a coroa em posição sobre o troquel metálico, o êmbolo foi baixado aplicando-se uma pressão digital e em seguida fixados os parafusos laterais do êmbolo, mantendo-se a posição de assentamento final das infraestruturas (Figura 10).

Para mensuração da discrepância marginal, foi medida a distância vertical de um ponto da margem da coroa até um ponto na margem do preparo, que segundo Holmes et al., 1989 esta distância equivale à discrepância marginal vertical.



Figura 10 – Dispositivo para fixação da coroa cerâmica no conjunto troquel metálico, base cilíndrica metálica, troquel metálico, coroa cerâmica, parafusos laterais de fixação do êmbolo e êmbolo.

Foi realizada uma leitura na margem lateral de cada marcação a laser, totalizando 50 leituras ao longo de cada amostra. Quando finalizada a leitura de cada ponto, a base cilíndrica foi girada no sentido anti-horário, este procedimento foi realizado para cada um dos 50 pontos nas sessenta infraestruturas. Para obtenção das médias da discrepância marginal foi realizada uma média aritmética das 50 leituras em cada amostra e a partir da média geral obtida pelas 10 amostras de cada grupo, obteve-se a média final da discrepância marginal em cada grupo, as quais foram submetidas à análise estatística. Todas as mensurações foram realizadas por um único operador, sendo os valores obtidos em milímetro e transformados em micrometros antes da análise estatística.

A análise da discrepância marginal foi realizada em microscópio óptico (Mitutoyo MI, 176-581A) com aumento de 250x.

Para avaliar a acomodação do vidro no interior das infraestruturas de Y-TZP e sua espessura na porção cervical, axial e oclusal, foram fraturadas infraestruturas submetidas à vitrificação 1 e vitrificação 2 e o perfil analisado em MEV (JEOL, JSM-T330A, Jeol Ltd., Tokyo, Japão) com aumento de 1000x.

#### 4.3.8 Análise estatística

Os valores obtidos com as leituras da discrepância marginal foram registrados em  $\mu\text{m}$  e tabulados em planilhas. Inicialmente a normalidade de distribuição foi verificada com o teste de Shapiro-Wilk.

Para a comparação entre as seis condições experimentais, quanto ao desfecho “discrepância marginal”, os dados foram submetidos aos testes não paramétricos de Kruskal-Wallis e teste de comparação múltipla de Dunn (5%).

Para tanto, foram utilizados os programas computacionais: MINITAB (Minitab, versão 14.12, 2004), STATISTICA (StatSoft, versão 5.5, 2000), PRISM (GraphPad, versão 4.0) e STATISTIX (Analytical Software Inc., versão 8.0, 2003).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Teste de resistência adesiva

A Tabela 2 apresenta os números e porcentagens dos corpos de prova perdidos na armazenagem/termociclagem. Nota-se um percentual máximo de perdas no grupo controle após armazenagem/termociclagem (Gr7) (100% de falhas pré-teste). Os corpos de prova perdidos foram considerados na análise estatística para auxiliar a avaliação comparativa dos materiais utilizados, evidenciando maior ou menor suscetibilidade a metodologia empregada. Foi atribuído, para esses corpos de prova, um valor de resistência de união de 0,01 MPa apenas para permitir sua inclusão na análise estatística.

Tabela 2 - Número (N) e porcentagem (%) de espécimes (sp) que sofreram falhas pré-teste (FPT) durante armazenagem/termociclagem (TC) e o N total de sp submetidos ao teste de cisalhamento (SBS)

Grupos	N de sp	N e % de FPT espontânea durante TC	Total N e % de sp testados no SBS
Gr1	12	0 (0)	12 (100)
Gr2	12	0 (0)	12 (100)
Gr3	12	0 (0)	12 (100)
Gr4	12	0 (0)	12 (100)
Gr5	12	0 (0)	12 (100)
Gr6	12	0 (0)	12 (100)
Gr7	12	12 (100)	12 (100)
Gr8	12	3 (25)	0 (0)
Gr9	12	0 (0)	9 (75)
Gr10	12	0(0)	12 (100)
Gr11	12	0 (0)	12 (100)
Gr12	12	0 (0)	12 (100)

As médias de resistência de união foram submetidas ao modelo estatístico da análise de variância (1-fator) (Tabela 3 e 4). Constata-se que os resultados de resistência adesiva foram significativamente influenciados pelo fator tratamento de superfície ( $P=0.00001$ ) tanto na condição SECO quanto na TC.

Tabela 3 - ANOVA (1-fator) para os dados de resistência de união (MPa) Condição de armazenagem SECO (\* $p<0.05$ )

EFEITO	GI	SQ	QM	F	P
TS	5	1406,79	281,358	21,7	0,00001*
Resíduo	54	698,73	12,939		
Total	59	2105,52			

GI: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; QM: quadrado médio; \*significância estatística ( $p<0,05$ )

Tabela 4 - ANOVA (1-fator) para os dados de resistência de união (MPa) Condição de armazenagem TC (\* $p<0.05$ )

EFEITO	GI	SQ	QM	F	P
TS	5	1188,84	237,767	37,7	0,00001*
Resíduo	54	340,72	6,310		
Total	59	1529,55			

GI: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; QM: quadrado médio; \*significância estatística ( $p<0,05$ )

A estatística descritiva (médias e desvio padrão) dos dados de resistência de união e o teste de Tukey ( $p<0,05$ ), realizada para comparar os grupos SECO e TC separadamente, estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Médias ( $\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa), considerando os dois fatores do estudo (condição de armazenagem, tratamento de superfície)

Condição de armazenagem	Tratamento de superfície	Grupos	$\sigma^*$
SECO	Controle	Gr1	2,28 $\pm$ 1,20 <sup>D</sup>
	Silicatização	Gr2	7,89 $\pm$ 2,64 <sup>C</sup>
	Vitrificação 1 + HF	Gr3	13,33 $\pm$ 4,07 <sup>AB</sup>
	Vitrificação 1 + Silicatização	Gr4	9,24 $\pm$ 1,89 <sup>BC</sup>
	Vitrificação 2 + HF	Gr5	17,77 $\pm$ 5,53 <sup>A</sup>
	Vitrificação 2 + Silicatização	Gr6	12,47 $\pm$ 4,30 <sup>BC</sup>
TC	Controle	Gr7	0,01 $\pm$ 0,00 <sup>c</sup>
	Silicatização	Gr8	2,20 $\pm$ 1,81 <sup>bc</sup>
	Vitrificação 1 + HF	Gr9	9,28 $\pm$ 2,72 <sup>a</sup>
	Vitrificação 1 + Silicatização	Gr10	4,72 $\pm$ 1,17 <sup>b</sup>
	Vitrificação 2 + HF	Gr11	12,54 $\pm$ 4,20 <sup>a</sup>
	Vitrificação 2 + Silicatização	Gr12	9,80 $\pm$ 2,85 <sup>a</sup>

\*Teste de Tukey ( $\alpha=.05$ )

Com a análise de Tukey, constata-se que tanto na condição SECO quanto na condição TC os grupos que receberam tratamento de superfície via vitrificação (vitrificação 1 e vitrificação 2) apresentaram mais alta resistência de união comparada ao grupo controle.

Na análise estatística do teste t de Student (Tabela 6), os grupos de mesmo tratamento de superfície foram comparados em diferentes condições de armazenagem. Observou que a armazenagem/ termociclagem gerou redução da resistência adesiva em todos os tratamentos de superfície, exceto o grupo vitrificação 2 + silicatização.

Tabela 6 - Análise estatística do teste t de Student, comparando grupos de mesmo tratamento de superfície em diferentes condições de armazenagem

Tratamento de superfície	P
Silicatização	0,0001*
Vitrificação 1 + HF	0,019*
Vitrificação 1+ Silicatização	0,0001*
Vitrificação 2 + HF	0,030*
Vitrificação 2 + Silicatização	0,123ns

\*valor-P- < 0.05 – as médias diferem; ns- não significativo.

Na Figura 11 representa o gráfico de colunas (média±desvio padrão) e a Figura 12 o gráfico de médias (2 fatores) dos valores de resistência adesiva (MPa) obtidos em 12 condições experimentais estabelecidas pelos dois fatores em estudo: Tratamento de Superfície (seis tipos) e Condições de Armazenagem (S: seco e TC).

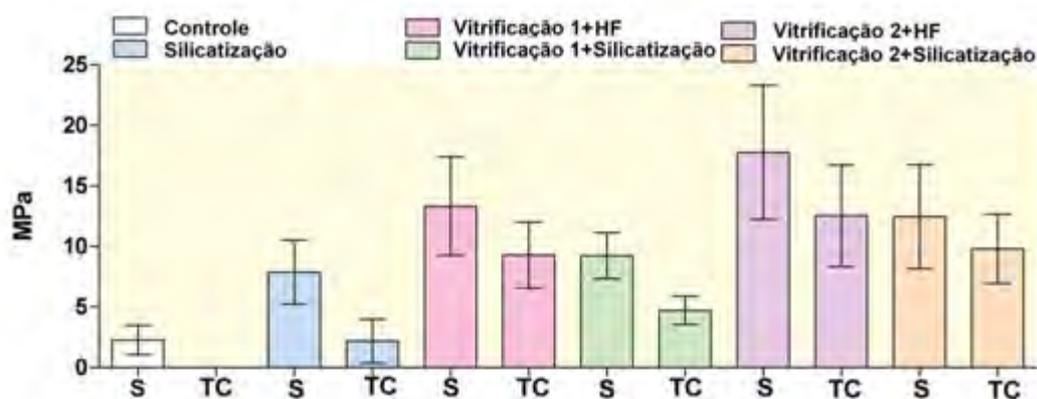


Figura 11 - Gráfico de colunas (média±desvio padrão) dos valores de resistência adesiva (MPa) obtidos em 12 condições experimentais estabelecidas pelos dois fatores em estudo: Tratamento de Superfície (seis tipos) e Condições de Armazenagem (S: seco e TC).

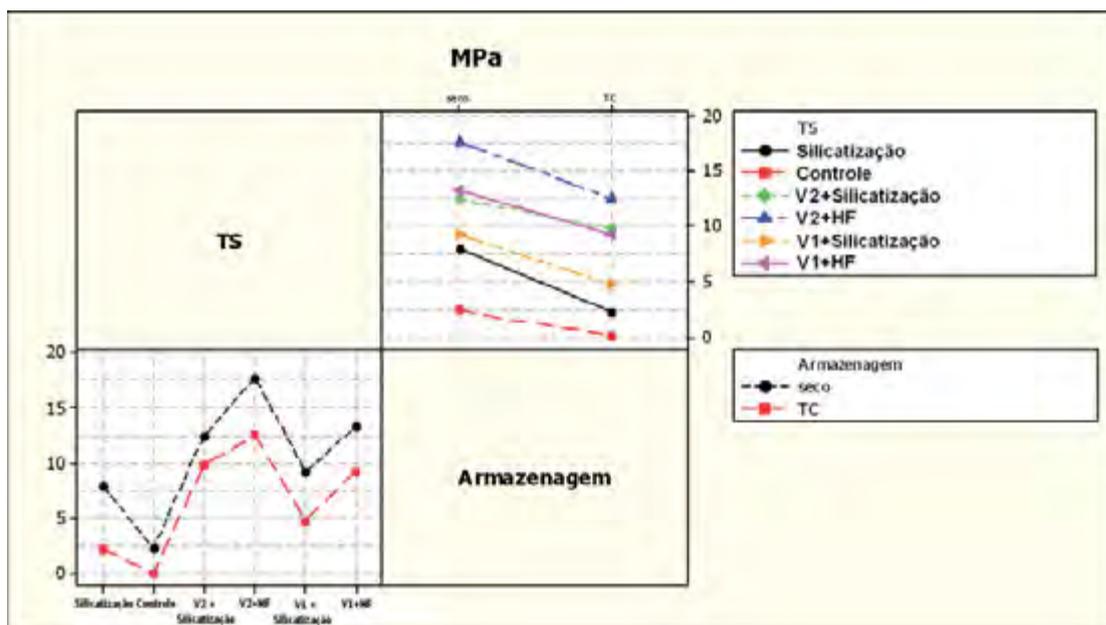


Figura 12 - Gráfico das médias (MPa), considerando os 2 fatores do estudo (Tratamento de superfície (TS) em 6 níveis e condição de armazenagem em 2 níveis).

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falha observados em microscopia óptica nos corpos de prova submetidos ao ensaio de cisalhamento estão representados na Tabela 7. Pode-se observar que o modo de falha predominante foi do tipo mista. O grupo Gr7 apresentou 100% de falhas adesivas. Imagens representativas de diferentes modos de falha estão apresentadas nas Figuras 13 e 14.

Tabela 7 - Número de espécimes (sp) testados por grupo e incidência do modo de falha em % após teste de cisalhamento

Grupos	Total de sp testado e %	Tipo de Falha			
		Adesiva	Mista	Coesiva Cimento	Coesiva Cerâmica
Gr1	12 (100)	9(75)	3(25)	0 (0)	0 (0)
Gr2	12 (100)	2(16,6)	10(83,4)	0 (0)	0 (0)
Gr3	12 (100)	0(0)	11(91,6)	1 (8,4)	0 (0)
Gr4	12 (100)	0 (0)	12(100)	0 (0)	0 (0)
Gr5	12 (100)	0 (0)	11(91,6)	1 (8,4)	0 (0)
Gr6	12 (100)	0(0)	12(100)	0 (0)	0 (0)
Gr7	0 (0)	12(100)	0(0)	0 (0)	0 (0)
Gr8	9 (75)	11(91,6)	1(8,4)	0 (0)	0 (0)
Gr9	12 (100)	0(0)	12(100)	0 (0)	0 (0)
Gr10	12 (100)	3(25)	9(75)	0 (0)	0 (0)
Gr11	12 (100)	0 (0)	12(100)	0 (0)	0 (0)
Gr12	12 (100)	1(8,4)	11(91,6)	0 (0)	0 (0)

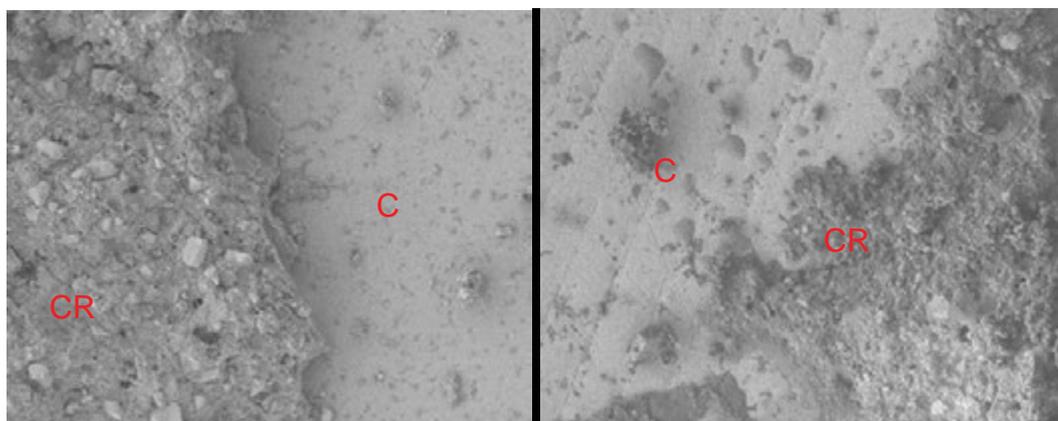


Figura 13 - Micrografias representativas das fraturas mista dos cp após o ensaio de cisalhamento (MEV – 400x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.

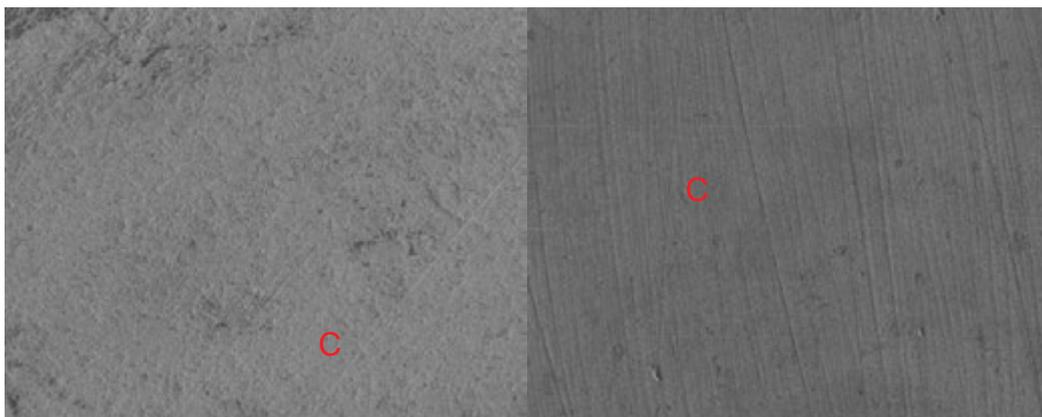


Figura 14 - Micrografias representativas das fraturas adesivas dos cp após o ensaio de cisalhamento (MEV – 400x), onde C = cerâmica.

#### Análise da superfície cerâmica (Rugosidade, MEV e EDS)

As medições dos parâmetros de rugosidade (média aritmética de todos os picos e vales) encontrados durante a leitura da amostras estão descritos na Tabela 8. Segundo as análises podemos observar que houve uma maior rugosidade nos grupos em que foi realizada a deposição de sílica (vitrificação) seguida do condicionamento ácido (Figuras 17 e 19). Nos grupos em que foi realizado o jateamento com Cojet tiveram um pequeno aumento da rugosidade, comparado ao controle (Figuras 15,16, 18 e 20). Essas análises foram realizadas em MEV e Perfilômetro óptico digital.

A composição química das superfícies analisadas pelo EDS está descrita na Tabela 9. Pode-se observar a presença do elemento químico silício nas superfícies em que foi realizada a vitrificação 1 e vitrificação 2.

As espessuras e superfícies dos diferentes glazes (glaze spray Vita Aktzent e glaze Vita Aktzent), após a aplicação na superfície cerâmica Y-TZP, estão demonstradas nas Figuras 21 e 22, analisadas em MEV e Perfilometria óptica digital. A espessura encontrada para o Glaze spray VITA AKZENT foi de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  e para o glaze Vita Aktzent aproximadamente 13  $\mu\text{m}$ .

Tabela 8 - Dados de rugosidade ( $R_a$ ) para os diversos tratamentos de superfície

	G1	G2	G3	G4	G5	G6
$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	0,14	0,35	3,37	0,41	3,79	0,40

**G1-** Controle, **G2-** Cojet, **G3-** glaze spray + condicionamento ácido, **G4-** glaze spray + Cojet, **G5-** glaze + condicionamento ácido, **G6-** glaze + Cojet.

Tabela 9 - Composição atômica das superfícies cerâmicas dos diferentes grupos (%). Dados fornecidos pela análise em EDS

	G1	G2	G3	G4	G5	G6
Zr	71,54	55,28	52,35	51,04	49,62	21,50
O	27,07	32,76	33,22	32,73	33,03	40,86
Si	-	8,74	11,15	11,57	12,09	25,04
K	-	-	1,13	2,36	2,56	5,34
Ca	-	-	-	1,79	2,18	5,61
Al	-	2,15	2,15	0,51	0,51	1,63
Y	1,39	1,07	-	-	-	-

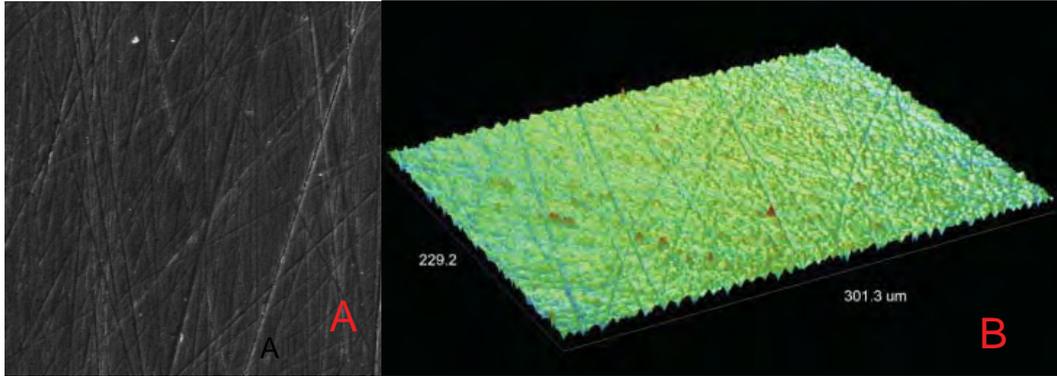


Figura 15 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G1 - Controle).

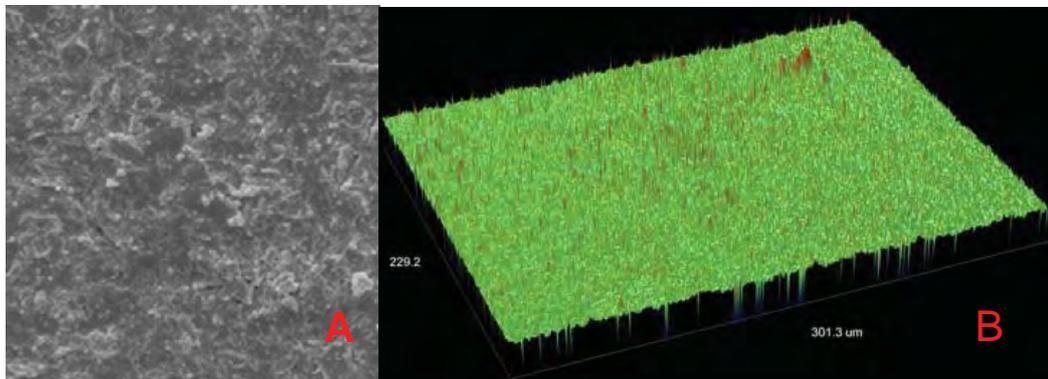


Figura 16 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G2 - Cojet).

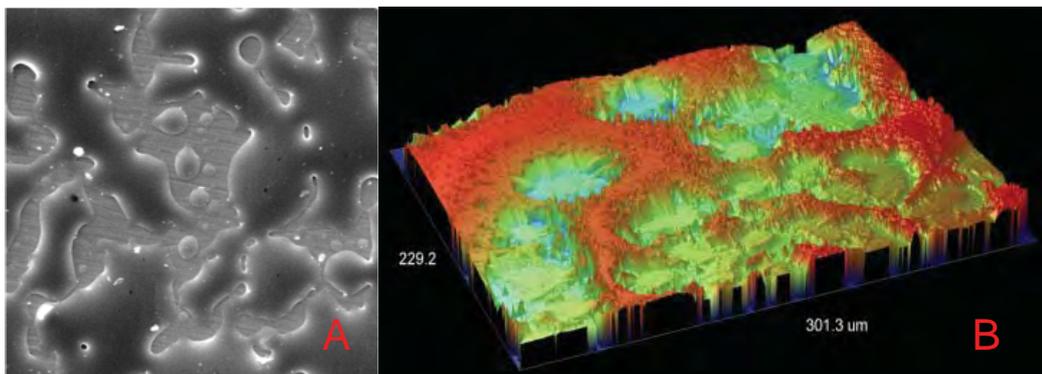


Figura 17 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G3 - vitrificação 1 + condicionamento ácido).

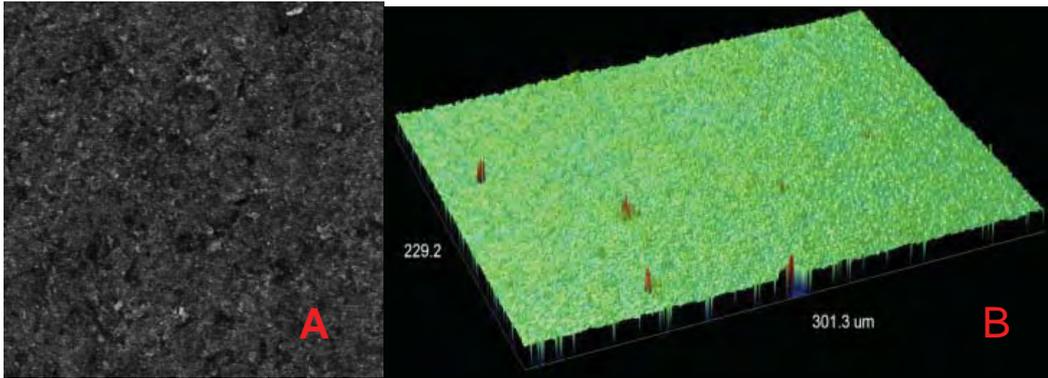


Figura 18 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G4 - vitrificação 1+ Cojet).

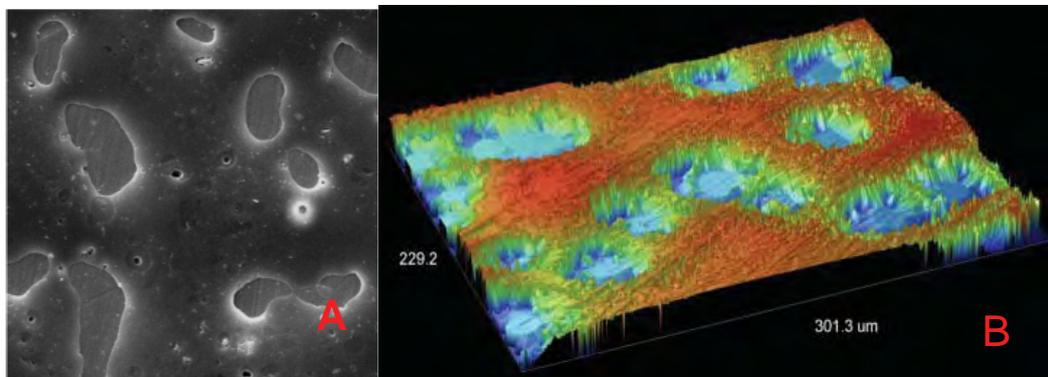


Figura 19 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G5 - vitrificação 2 + condicionamento ácido).

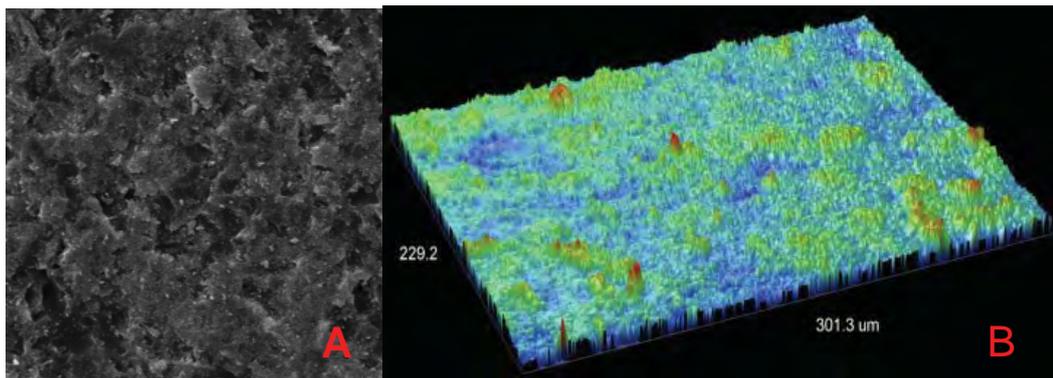


Figura 20 - A) Fotomicrografia em MEV (1000x); B) Imagem 3D gerada por perfilometria óptica digital (G6 - vitrificação 2 + Cojet).

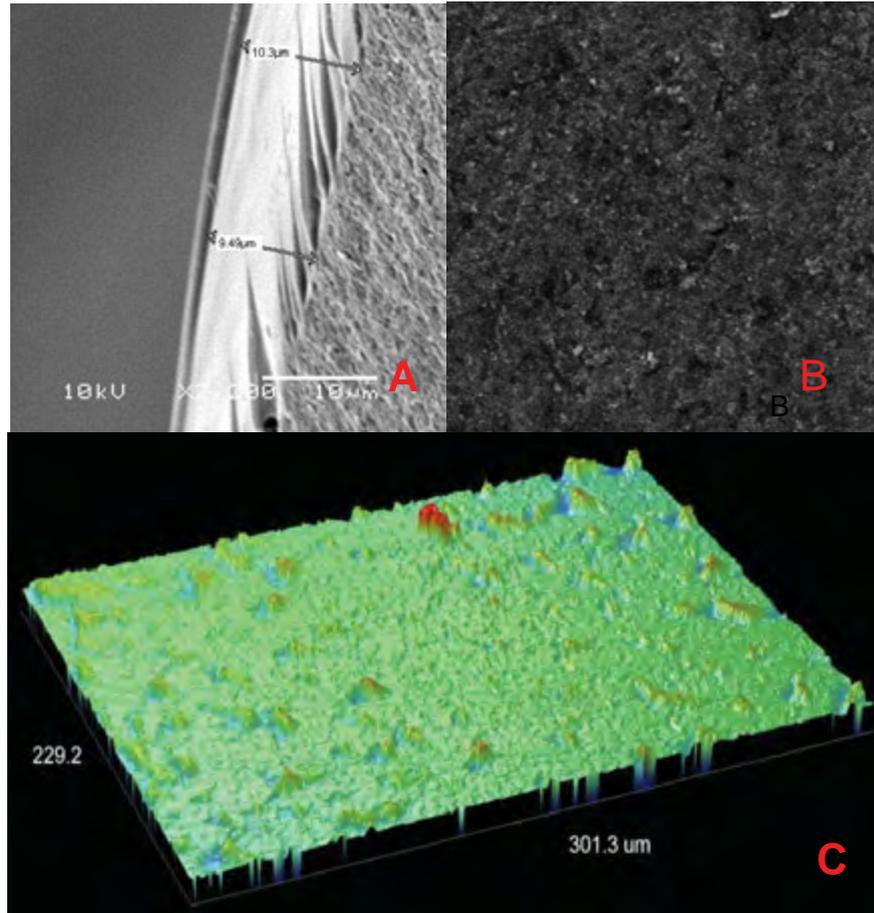


Figura 21 – Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT). (A) Micrografias evidenciando a espessura (perfil); (B) microscopia da superfície glazeada (1000x); (C) análise de perfilometria da superfície glazeada.

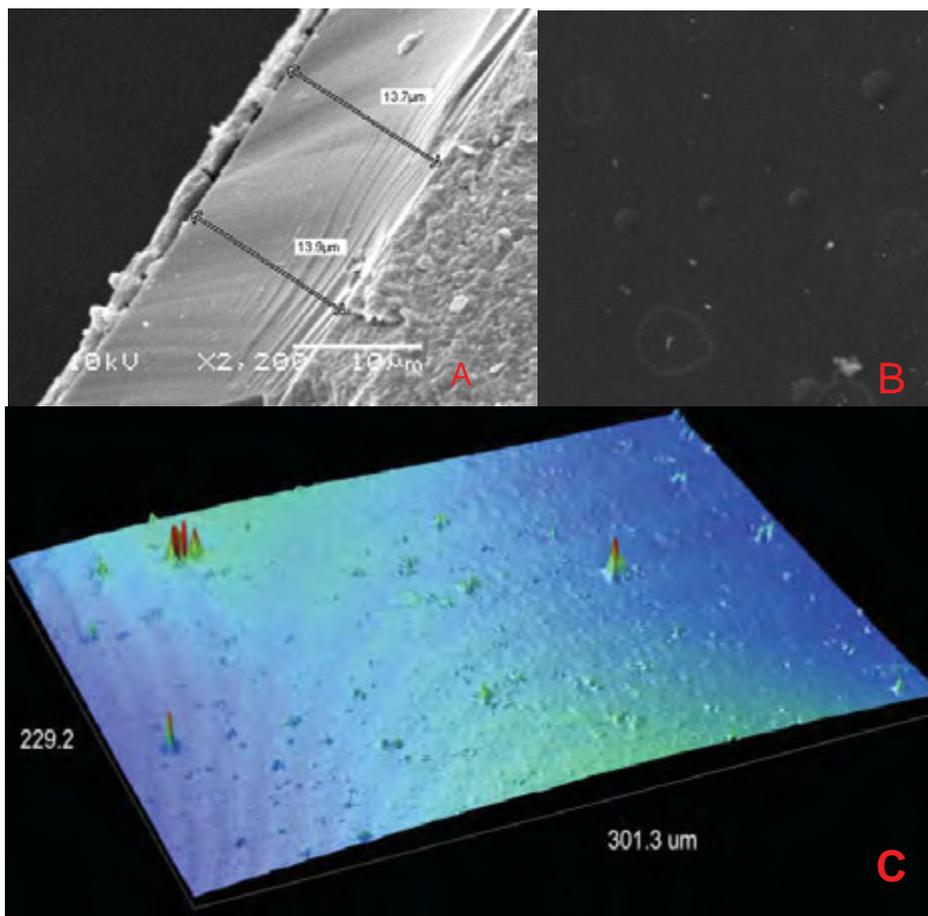


Figura 22 – Vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT). (A) Micrografias evidenciando a espessura (perfil); (B) microscopia da superfície glazeada (1000x); (C) análise de perfilometria da superfície glazeada.

### 5.3 Análise da discrepância marginal

As médias, desvio padrão e coeficiente de variação, dos dados obtidos para os grupos avaliados estão apresentadas na Tabela 10.

Para a comparação entre as seis condições experimentais, foi efetuado o teste de Kruskal-Wallis. Verificou-se a possibilidade de rejeitar a hipótese de igualdade entre os valores medianos (estatística kw = 39,681; gl = 5; p = 0,001).

Mediante o teste de comparação múltipla de Dunn (5%) foi possível estabelecer dois conjuntos de mesmo desempenho, vide Tabela 10.

Tabela 10 - Estatística descritiva dos dados de desadaptação marginal ( $\mu\text{m}$ ) obtidos segundo os grupos. Formação de grupos homogêneos quanto à desadaptação marginal, segundo o teste de Dunn ( $\alpha= 5\%$ ) para as condições experimentais de discrepância marginal vertical

Grupos	Tratamento de superfície	Média ( $\mu\text{m}$ ) / Grupos Homogêneos*
G4	Vitrificação 1 + silicatização	117,36 $\pm$ 29,61 <sup>a</sup>
G3	Vitrificação 1 + HF	110,35 $\pm$ 17,82 <sup>a</sup>
G6	Vitrificação 2 + silicatização	109,45 $\pm$ 10,33 <sup>a</sup>
G5	Vitrificação 2 + HF	105,78 $\pm$ 12,23 <sup>a</sup>
G1	Sem Tratamento	55,29 $\pm$ 8,71 <sup>b</sup>
G2	Silicatização	55,04 $\pm$ 8,55 <sup>b</sup>

\*valores médios seguidos pela mesma letra não diferem estatisticamente

A relação entre a discrepância marginal e os tratamentos de superfícies das infraestruturas está representada graficamente na Figura 23.

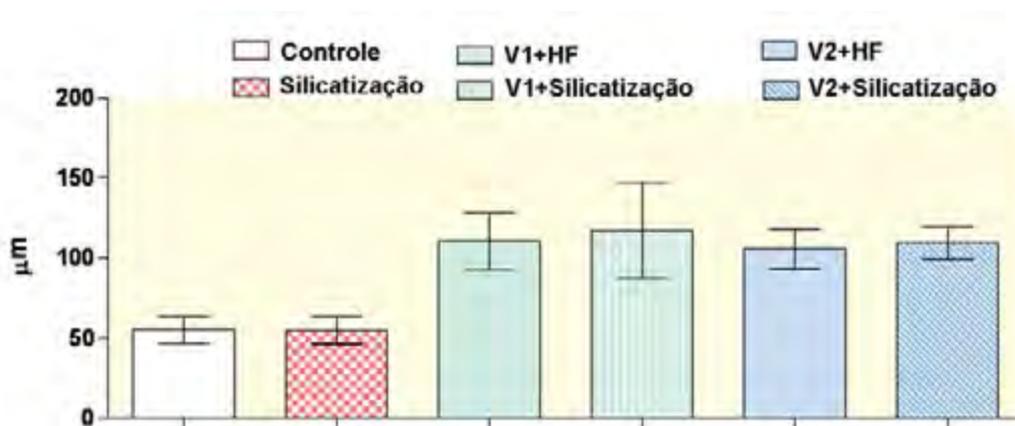


Figura 23 - Representação gráfica (média/desvio padrão) dos valores de discrepância marginal vertical ( $\mu\text{m}$ ) obtidos em 10 infraestruturas ôclicas, segundo as condições experimentais estabelecidas pela variável tratamento de superfície.

As microscopias internas do perfil das infraestruturas mostram uma espessura (entre 2 e 10  $\mu\text{m}$ ) para os 2 tipos de glazes em toda superfície da zircônia (cervical, axial e oclusal) como mostram as Figuras 24 a 29.

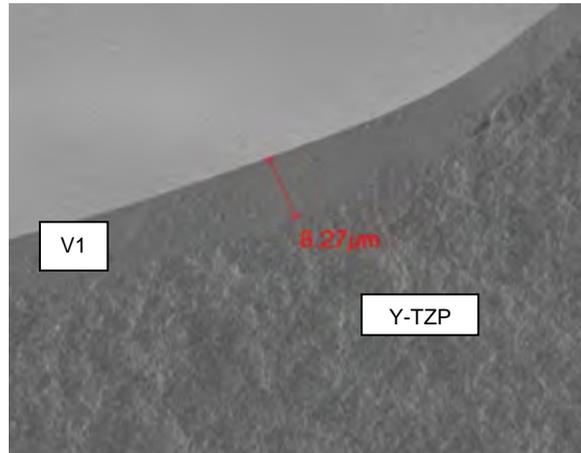


Figura 24 – Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT) (V1). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região oclusal (1000x).

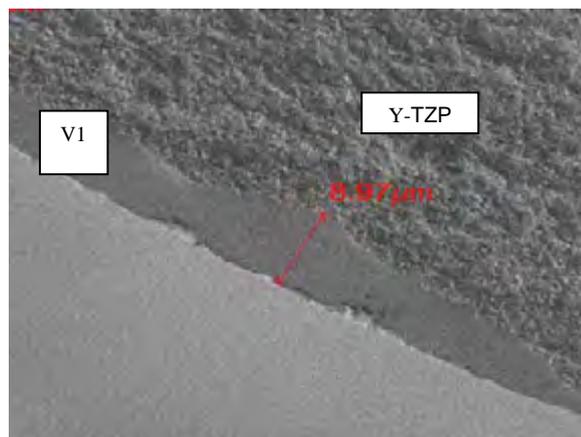


Figura 25 – Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT) (V1). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região axial (1000x).

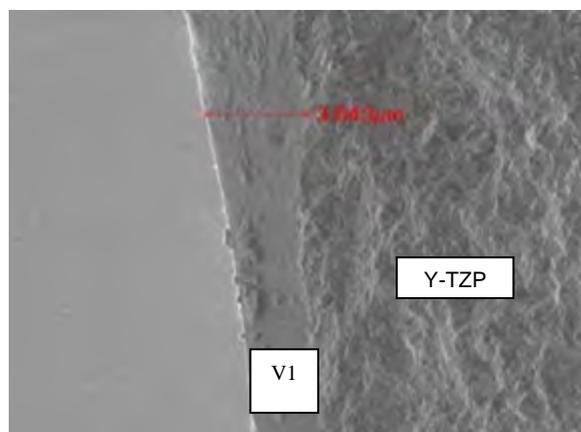


Figura 26 – Vitrificação 1 (Glaze Spray VITA AKZENT) (V1). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região cervical (1000x).

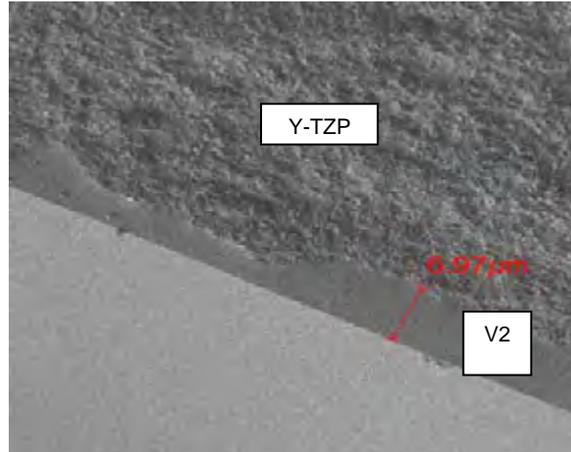


Figura 27 – Vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT) (V2). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região oclusal (1000x).

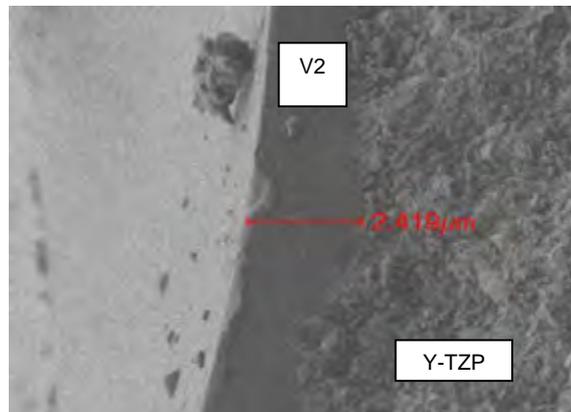


Figura 28 – Vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT) (V2). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região axial (1000x).

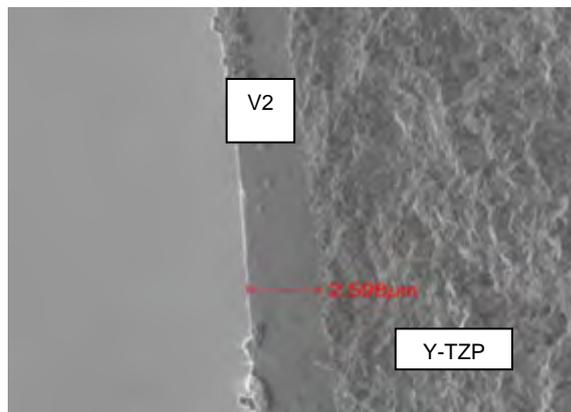


Figura 29 – Vitrificação 2 (Glaze VITA AKZENT) (V2). Micrografias evidenciando a espessura (perfil) na infraestrutura de zircônia, região cervical (1000x).

## 6 DISCUSSÃO

Quando uma investigação científica se propõe avaliar a interação adesiva entre diferentes substratos, um dos aspectos moduladores diz respeito à geometria do teste mecânico empregado, de modo que, o mesmo possa expressar realmente a capacidade de união entre os materiais (van Noort et al., 1989; Sano et al., 1994; Versluis et al., 1997; Phrukkanon S, 1998a; Phrukkanon S, 1998b).

O princípio básico dos testes laboratoriais de resistência adesiva, como tração e cisalhamento, consistem na aplicação de uma carga em um corpo de prova, visando gerar tensões na interface entre o substrato e o aderente até que haja o rompimento da união. Para isso é importante que a interface adesiva seja a região mais solicitada, independente, do ensaio empregado (van Noort et al., 1989; Versluis et al., 1997).

Diversos estudos de análise de distribuição de tensões na interface aderida têm discutido esse aspecto, de modo que alguns ensaios são considerados incapazes de solicitar fielmente a interface (Van Noort, 1991; Phrukkanon et al., 1998a). O ensaio de cisalhamento é um teste mecânico muito utilizado na literatura (van Noort et al., 1991; Matinlinna et al., 2006; Matinlinna et al., 2007; Ozcan et al., 2007; Nishigawa et al., 2008; Ozcan et al., 2008; Cattell et al., 2009; Phark et al., 2009; May et al., 2010; Ntala et al., 2010) indicado para avaliação de resistência adesiva entre materiais de natureza diferentes, uma vez que se aproximaria da condição real de distribuição de forças durante a mastigação (Fowler et al., 1992). No entanto, estudos têm demonstrado que o teste de cisalhamento não distribui uniformemente as tensões ao longo da interface aderida (Della Bona; Van Noort, 1995; Cardoso et al., 1998; Phrukkanon et al., 1998a). A concentração de tensões de tração em uma região específica tem como consequência uma menor sobrevivência do espécime sob uma determinada carga, visto que os materiais restauradores geralmente testados apresentam baixa resistência à tração, e desta forma falham coesivamente. Consequentemente isso pode conduzir a uma falsa interpretação dos resultados (van Noort et al. 1991).

Por outro lado, as tensões são melhores distribuídas na interface com o teste de microtração (Sano et al., 1994; El Zohairy et al., 2003). Com a distribuição mais homogênea da tensão na interface o espécime sobrevive mais durante o teste o que se manifesta em resultados mais altos de resistência adesiva (Sano et al., 1994; El Zohairy et al., 2003). No entanto, uma consideração pertinente, que deve ser abordada, especificamente do teste de microtração, diz respeito às tensões geradas durante o preparo das amostras que podem alterar a interface a ser testada (Tanumiharja et al., 2000). Esse fator foi determinante para a exclusão desse ensaio nesta pesquisa uma vez que no estudo piloto, quando o teste de microtração foi escolhido, observou-se um alto percentual de fraturas dos espécimes durante o corte dos blocos no grupo controle, em função da fraca união entre a cerâmica Y-TZP e o cimento resinoso Panavia F, quando a superfície da cerâmica Y-TZP não é submetida a nenhum tratamento. Considerando que no teste de microtração os espécimes com resistência de união inferior a aproximadamente 4 MPa não são passíveis de serem detectados devido as tensões geradas durante o corte (Pashley et al., 1999; Reis et al., 2003; Reis et al., 2004), esses valores podem ser mensurados pelo teste de cisalhamento, uma vez que não necessita de corte. Além disso, a cerâmica Y-TZP tem alta tenacidade (Li et al.; 1998), o que dificulta sobremaneira o corte dos blocos cimentados a fim de produzir barras para o teste de microtração. Diante do exposto, foi eleito o teste de cisalhamento para analisar a resistência de união da cerâmica Y-TZP ao cimento resinoso. (Matinlinna et al., 2006; Matinlinna et al., 2007; Ozcan et al., 2007; Nishigawa et al., 2008; Ozcan et al., 2008; Cattell et al., 2009; Phark et al., 2009; May et al., 2010; Ntala et al., 2010 e Passos et al. 2010) também elegeram o teste de cisalhamento para avaliar a resistência de união quando utilizaram a mesma cerâmica.

Em estudos de resistência adesiva, um aspecto pertinente diz respeito ao impacto de espécimes que falham prematuramente no desfecho primário (resistência adesiva). Rodrigues Filho, 2007 relatou que a Análise de Variância dos dados de resistência de união torna-se mais coerente quando os espécimes prematuramente perdidos são considerados para a análise estatística, e que sua omissão pode alterar significativamente os resultados. Muitos trabalhos na literatura não consideram tais dados, desprezando-os e obtendo, assim, resultados de resistência de união que, possivelmente não refletem de maneira tão fiel o comportamento adesivo (Phrukkanon; Burrow; Tyas, 1998a. 1998b). Portanto, as

resistências de união, muitas vezes relatadas, não são representativas da “população” de espécimes testados. Assim, há a necessidade de se relatar os percentuais de falhas dos corpos de prova, devido a sua frágil união, antes mesmo da realização do ensaio (Carrilho et al., 2002). De acordo com a Tabela 2, o percentual de corpos de prova perdidos na armazenagem/termociclagem alcançou 100% para o grupo controle. Esse dramático percentual de falhas pré-teste está relacionado aos baixos valores de resistência de união deste grupo, detectados na condição “seca” ( $2.28 \pm 1.20$  MPa). O grupo que recebeu silicatização (Gr8) apresentou 25% de falhas espontâneas durante a armazenagem/termociclagem, o que se explica pelos baixos valores constatados após envelhecimento.

A fim de considerar o efeito deletério dos espécimes com falhas pré-teste, o valor de 0,01 MPa foi arbitrariamente atribuído para cada espécime “perdido” e considerados na análise estatística dos dados. Esse valor foi considerado apenas para possibilitar o cálculo estatístico. Essas “perdas” indicam a maior suscetibilidade de degradação da interface, e a atribuição arbitrária de valores permite uma interpretação mais precisa do comportamento adesivo entre substrato e aderente, prevenindo falsas interpretações (Phrukkanon et al., 1998b; Soares et al., 2007).

Sabe-se que o estudo da resistência adesiva das restaurações feitas de cerâmicas Y-TZP tem sido objeto de diversas pesquisas (Matinlinna et al., 2006; Matinlinna et al., 2007; Ozcan et al., 2007; Nishigawa et al., 2008; Ozcan et al., 2008; Cattell et al., 2009; Phark et al., 2009; May et al., 2010; Ntala et al., 2010), já que a dificuldade de união ao cimento adesivo é relatada como uma das principais limitações (Dérand et al., 2000; Wegner et al., 2000, Valandro et al., 2007, Cattell et al., 2009; Ntala et al., 2010). Por este motivo, diversas investigações têm sido desenvolvidas com o objetivo de melhorar a resistência de união de cerâmicas a base de Y-TZP ao cimento adesivo, seja modificando a superfície por meio de jateamento com partículas de óxido de alumínio ou partículas de óxido de alumínio revestida por sílica (tribosilicatização) (Nishigawa et al., 2008; May et al., 2010; Passos et al., 2010), utilizando primers experimentais para zircônia (Matinlinna et al., 2006; Matinlinna et al., 2007), realizando a vitrificação da superfície de Y-TZP ou deposição de filmes de sílica (Abousheilib et al., 2007; Abousheilib et al., 2008; Abousheilib et al., 2009; Cattell et al., 2009; Kitayama et al., 2009; Piascik et al., 2009; Abousheilib et al., 2010; Ntala et al., 2010; Abousheilib et al., 2011). Apesar dos fabricantes dessas cerâmicas permitirem nas suas instruções o uso de cimentos

convencionais (fosfato de zinco e de ionômero de vidro) para a cimentação das coroas confeccionadas em Y-TZP (Ernst et al., 2005), é sabido que a cimentação adesiva proporciona maior retenção, causada pelas microrretenções proporcionadas pelo condicionamento de superfície dos tecidos duros dentais e dos materiais restauradores (Rosenstiel et al., 1998; Blatz et al., 2003), assim como proporciona menor solubilidade do cimento e conseqüentemente menor infiltração marginal (White et al., 1994), que é o principal responsável pelas trocas de restaurações (Burke et al. 2002). Considerando essas características, este estudo modificou a superfície da Y-TZP a fim de melhorar a resistência adesiva aos cimentos resinosos.

Das propostas apresentadas na literatura, a vitrificação parece ser recentemente a linha mais promissora quando se refere à adesão a zircônia, pois a Y-TZP passa a se comportar, do ponto de vista adesivo, como uma cerâmica a base de óxido de silício: capacidade de união micromecânica, pelas microrretenções proporcionadas pelo condicionamento ácido do vidro depositado; superfície reativa quimicamente, pela ligação química do silano, que desempenha a função de ligação entre a sílica do vidro depositado/aplicado e a matriz orgânica dos cimentos resinosos (ligação siloxanas) (Burrow et al., 1999). Abousheilib et al., 2007 recobriu a superfície da Y-TZP com vidro de baixa fusão (30% de Si, 13% de Ti, 8% de Al, 3% de K, 1% de Rb, 1% de Mg e o restante de O<sub>2</sub>) e obtiveram aumento na resistência adesiva comparado ao grupo controle (sem vitrificação). No presente estudo duas estratégias de vitrificação foram empregadas, sendo 2 tipos de glazes já disponíveis comercialmente, de mesmo fabricante e mesma composição no entanto diferenciados pela apresentação do produto, um via spray (Glaze Spray Vita Aktzent – vitrificação 1) e o outro pó + líquido (Glaze Vita Aktzent – Vitrificação 2). A utilização dessas duas estratégias deve-se ao fato de testar dois métodos de aplicação do produto. As duas estratégias de tratamento de superfície, tendo a vitrificação como procedimento inicial, seguida do condicionamento com ácido fluorídrico ou silicatização (vitrificação 1:  $13.33 \pm 4.07 / 9.24 \pm 1.89$  e vitrificação 2:  $17.77 \pm 5.53 / 12.47 \pm 4.30$ ) e silanização aumentaram a resistência de união comparado ao grupo controle ( $2.28 \pm 1.2$ ) (Tabela 5). Ainda podemos observar que os grupos submetidos ao condicionamento com ácido fluorídrico, após vitrificação, (vitrificação 1:  $13,33 \pm 4,07$  e vitrificação 2:  $17,77 \pm 5,53$ ) apresentaram os maiores valores de resistência adesiva. Podemos relacionar esse fato à união via retenção

micromecânica entre aderente e substrato (Kern et al., 1998; Ozcan et al., 2003; Bottino et al., 2005; Amaral et al., 2006; Amaral et al., 2008; Bottino et al., 2009) (Figuras 14-19) que foi obtida pela ação do ácido fluorídrico no condicionamento seletivo da fase vítrea, aumentando a área e a rugosidade de superfície de cimentação (3,37 Ra - 3,79 Ra) pela exposição de uma maior quantidade de óxidos de silício, como pode observar a topografia das superfícies nas Figuras 16 e 18. Para os grupos em que foi realizado silicatização, após vitrificação (vitrificação 1:  $9,24 \pm 1,89$  e vitrificação 2:  $12,47 \pm 4,30$ ) também apresentaram valores de resistência adesiva superiores ao grupo controle. Nesses grupos, podemos observar a deposição de partículas de sílica associado a uma rugosidade uniforme (0,41Ra - 0,40 Ra) da superfície (Figuras 17 e 19), o que nos faz associar o aumento da resistência adesiva a interação físico-química entre o filme vítreo – silano – cimento resinoso (Martin et al., 1999; Ozcan et al., 2003; Matinlinna et al., 2006; Abousheilib et al., 2007; Fabianelli et al., 2010).

Segundo o teste t de Student, todos os tratamentos de superfície sofreram redução significativa após longo tempo de armazenagem e termociclagem, exceto o tratamento vitrificação 2 + Silicatização (Tabela 6), o que demonstra a dificuldade em estabilizar a resistência de união do cimento resinoso ao substrato cerâmico a base de Y-TZP. Abousheilib et al. (2007) e Abousheilib et al. (2008) não observaram influência da armazenagem nos valores de resistência de união após 1, 2, 3 e 4 semanas de armazenagem quando realizada vitrificação da cerâmica Y-TZP e cimentação com cimento resinoso contendo MDP (Panavia F), o que pode ter ocorrido em função do período ter sido curto para degradar a interface cimento/Y-TZP e causar redução da resistência adesiva. Por outro lado Abousheilib et al., 2009, armazenou por 90 dias, as mesmas condições experimentais (realizadas em Abousheilib et al. (2007) e Abousheilib et al. (2008)), e foi constatado uma queda na resistência de união. No presente estudo, apesar da redução dos valores de resistência de união após armazenagem/termociclagem, os grupos que receberam tratamento de superfície (vitrificação 1:  $9,28 \pm 2,72 / 4,72 \pm 1,17$  e vitrificação 2:  $12,54 \pm 4,20 / 9,80 \pm 2,85$ ) foram superiores ao grupo controle que apresentou 100% de falhas espontâneas.

Kitayama et al., 2009, modificou a superfície da zircônia recobrimo-a com uma fina camada de cerâmica vítrea (100  $\mu$ m) e conseguiu melhores resultados de resistência de união ao cimento resinoso por atribuir características de uma

cerâmica feldspática. Através de uma análise de EDS (Tabela 9) foi observado que se aplicando uma camada de glaze sobre a superfície Y-TZP esta se apresentava coberta com óxido de silício, característica desejada, de uma cerâmica feldspática, para promoção da união. Também foi observado que se pode conseguir uma espessura de glaze aproximadamente de 12  $\mu\text{m}$  (Figuras 20 e 21), bem inferior a de cerâmica feldspática relatada por Kitaiama et al. 2009, que foi de 100  $\mu\text{m}$ , tornando-se, dessa forma, mais aceitável para ser aplicado internamente em uma coroa.

A adaptação marginal diz respeito ao espaço entre o dente preparado e a peça cerâmica, que deverá ser devidamente preenchido com um agente cimentante, promovendo, dessa forma, um bom selamento marginal. Em um estudo realizado por Molin, Karlsson e Kristiansen (1996) foram analisados os seguintes desajustes marginais (espaço para cimentação): 20  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  e 200  $\mu\text{m}$  de espessura. Esses autores concluíram que a espessura ideal para garantir uma boa resistência do material restaurador deve estar entre 50  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ . Uma interface com menos de 50  $\mu\text{m}$  de espessura pode acarretar em um aumento do estresse de contração de polimerização, levando à falha de união entre a superfície dental e a restauração (Feilzer et al., 1989). Por outro lado, não é desejável uma espessura de cimento superior a 100  $\mu\text{m}$ , uma vez que esta pode sofrer desgaste por abrasão, levando a um valamento marginal, (Schmalz et al., 1995), que, por sua vez, proporcionará uma exposição da interface dente/restauração, podendo levar a uma infiltração nas margens.

No presente estudo, os resultados demonstraram que os valores obtidos da discrepância marginal variaram significativamente entre os grupos. Os menores valores foram encontrados no grupo controle ( $55,04 \pm 8,55$ ) e no grupo em que foi realizado apenas silicatização ( $55,29 \pm 8,71$ ). Esses grupos tiveram discrepâncias marginais estatisticamente inferiores comparados aos grupos que receberam vitrificação ( $105,78 \pm 12$  a  $117,36 \pm 29$ ). Não houve diferença estatística entre os grupos em que foi realizado a vitrificação 1 e a vitrificação 2, esse fato pode ser explicado pelo comportamento semelhante que esses tratamentos tiveram quando foi analisada em MEV a espessura formada por esses vidros no interior da infraestrutura cerâmica. Foi observada uma espessura entre 2 e 10  $\mu\text{m}$  para os 2 tipos de tratamento em todas as regiões observadas (cervical, axial e oclusal) como mostram as Figuras 24 a 29.

Att et al., 2009 avaliaram adaptação marginal em restaurações confeccionadas em VITA YZ e encontraram valores de discrepância marginal entre 64  $\mu\text{m}$  e 78  $\mu\text{m}$ . Valores semelhantes foram encontrados no grupo controle (55,04  $\mu\text{m}$ ) e no grupo em que foi realizado apenas silicatização (55,29  $\mu\text{m}$ ). No entanto, os valores de discrepância marginal aumentaram significativamente quando foi realizada a vitrificação (105,78 $\pm$ 12 – 117,36 $\pm$ 29).

Christensen (1966), McLean, von Fraunhofer, (1971), Abbate et al. (1989), Boening et al., 2000 e Yeo et al., (2003), relataram que restaurações com desajuste cervical e camada de cimento inferiores a 119  $\mu\text{m}$ , são aceitáveis clinicamente. Estudando a microinfiltração de coroas cerâmicas, os mesmos valores foram encontrados por Ferrari, 1991. Assim, podemos constatar que, independente do tratamento de superfície realizado, as médias de discrepância marginal obtidas nesse estudo parecem estar dentro dos valores de discrepância marginal aceitáveis clinicamente.

Diante dos resultados encontrados acreditamos que esse seja um caminho para solucionar o problema de resistência de união da cerâmica Y-TZP, no entanto estudos adicionais devem ser conduzidos para confirmar a estabilidade de união, aprimorar a técnica de aplicação do vidro na superfície interna das restaurações, avaliar o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico e verificar a influência no comportamento mecânica. Se necessário, estudos clínicos podem ser realizados para confirmar ou não a plausibilidade de sua aplicação.

## 7 CONCLUSÃO

Baseados nos resultados obtidos, conclui-se que:

- a) O grupo sem tratamento de superfície teve fraca e instável resistência adesiva, o que demonstra a forte dificuldade em se promover união da superfície cerâmica Y-TZP ao cimento resinoso;
- b) a vitrificação da superfície Y-TZP seguida pelo condicionamento com ácido fluorídrico e silanização melhoraram significativamente a adesão entre Y-TZP e cimento resinoso;
- c) a armazenagem/termociclagem afetou a resistência adesiva, demonstrando instabilidade da união, no entanto, contraditoriamente, o grupo submetido a vitrificação 2/silicatização apresentou estabilidade de união;
- d) os métodos de vitrificação aumentaram a discrepância marginal, comparado aos demais tratamentos, no entanto ficaram em uma faixa de valores clinicamente aceitáveis;
- e) posteriores estudos devem ser executados para melhor caracterização e aprimoramento da técnica de vitrificação da superfície da cerâmica Y-TZP.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Abbate MF, Tjan AHL, Fox WM. Comparison of the marginal fit of various ceramic crowns systems. *J Prosthet Dent*. 1989 May;61(5):527-31.

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

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

Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater*. 2009;25(8):989-93.

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

Aboushelib MN. Evaluation of Zirconia/Resin Bond Strength and Interface Quality Using a New Technique. *Adhes Dent* 2011. Feb;24(1):31-6.

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

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;22(3):283-90.

---

\* 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)

Andersson M, Carlsson L, Persson M, Bergman B. Accuracy of machine milling and spark erosion with a CAD/CAM system. *J Prosthet Dent.* 1996 Aug.;76(2):187-93.

Att W, Komine F, Gerds T, Strub JR. Marginal adaptation of three different zirconium dioxide three-unit fixed dental prostheses. *J Prosthet Dent.* 2009;101(4):239-47.

Ban S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Jap Dent Sci Rev.* 2008;(44):3-21.

Beschmidt SM, Strub JR. Evaluation of the marginal accuracy of different all-ceramic crown systems after simulation in the artificial mouth. *J Oral Rehabil.* 1999 Jul;26(7):582-93.

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

Bindl A, Windisch S, Mörmann WH. Full-ceramic CAD/CAM anterior crowns and copings. *Int J Compu Dent.* 1999;2:97-111.

Bindl A, Mörmann WH. Marginal and internal fit of all-ceramic CAD/CAM crown-copings on chamfer preparations. *J Oral Rehabil.* 2005;32:441-7.

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007;23(11):1323-31.

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

Boening KW, Wolf BH, Schmidt AE, Kästner K, Walter MH. Clinical fit of Procera allceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000 Oct.;84(4):419-24.

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

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

Bottino MA, Valandro LF, Buso L, Ozcan M. The influence of cervical finish line, internal relief, and cement type on the cervical adaptation of metal crowns. *Quintessence Int.* 2007; Jul-Aug; 38(7):425-32.

Bottino MA, Salazar-Marcho SM, Leite FP, Vásquez VC, Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *J Prosthodont.* 2009;18(5):417-20.

Cattell MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke 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.

Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998;14:394-8.

Carrilho MR, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Bond strength of four adhesive systems to dentin. *Pesqui Odontol Bras.* 2002;16(3):215-56.

Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc.* 1999;(82):3129-38.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007;98(5):389-404.

Christensen GJ. Marginal fit of gold inlay casting. *J Prosthet Dent.* 1966 Mar/Apr;16(2):297-305.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006a;34:317-25.

Dahlmo KL, Andersson M, Gellerstedt M, Karlsson S. On a new method to assess the accuracy of a CAD program. *Int J Prosthodont.* 2001;14(3):276-83.

Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74:1591-6

Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent.* 2000;2:305-13.

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

Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003 Dec;19(8):693-9.

Derand P, Derand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000;13(2):131-5.

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

Denisse H, Dozu'c A, van der Zel J, van Waas M. Marginal fit and short-term clinical performance of porcelain – veneered CICERO, CEREC and Procera onlays. *J Prosthet Dent.* 2000 Nov;84(5):506-13.

El Zohairy AA, de Gee AJ, Mohsen MM, Feilzer AJ. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. *Dent Mater.* 2003;19:575-583.

Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent.* 2005;93(6):551-8.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010;38(1):39-43.

Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res.* 1989 Jan;68(1):48-50.

Ferrari M. Cement thickness and microleakage under Dicor crowns: an in vivo investigation. *In J Prosthodont.* 1991;4(2):126-31.

Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent Mater.* 1992;8(4):265-9.

Groten M, Girthofer S, Pröbster L. Marginal fit consistency of copymilled all-ceramic crowns during fabrication by light and scanning electron microscopy analysis *in vitro*. *J Oral Rehabil.* 1997;24:871-81.

Gu X, Kern M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. *Int J Prosthodont.* 2003;16(2):109-16.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials.* 2004a;25:5045-52.

Guazzato M, Proos K, Sara G, Swain MV. Strength, reliability, and mode of fracture of bilayered porcelain/core ceramics. *Int J Prosthodont.* 2004b;17:142-9.

Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33: 9-18.

Holmes JR, Bayne SC, Holland GA, Sulik WD. Considerations in measurement of marginal fit. *J Prosthet Dent.* 1989 Oct.;62(4):405-8.

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

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

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

Kokubo Y, Nagayama Y, Tsumita M, Ohkubo C, Fukushima, Vult Von Steyern P. Clinical marginal and internal gaps of In-Ceram crowns fabricated using the GN-I system. *J Oral Rehabil.*2005;32:753-8.

Leite FPP, Valandro LF, Amaral R, Kimpara ET, Ozcan M, Bottino MA. Effect of etching time and ultrasonic cleaning on the bond strength between feldspar ceramic and resin cement. *Biomaterials.* 2006.

Li W, Gao L, Guo JK. Synthesis of yttria-stabilized zirconia nanoparticles by heating of alcohol-aqueous salt solutions. *Nanostructured Materials.* 1998;10(6):1043-9.

Lim CC, Ironside JG. Grit basting and marginal accuracy of two ceramic veneer systems- a pilot study. *J Prosthet Dent.* 1997 Apr;77(4):359-64

Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia-TZP and alumina – advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Rest Dent*. 1999;7(4):113-9.

Martin N, Jedynakiewicz NM. Clinical performance of CEREC ceramic inlays: a systematic review. *Dent Mater*. 1999;15(1):54-61.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater*. 2006;22(9):824-31.

Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand*. 2007;65(1):44-51.

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

Mitchell CA, Pintado MR, Douglas WH. Nondestructive, *in vitro* quantification of crown margins. *J Prosthet Dent*. 2001 June; 85(6):575-84.

McLean JW, von Fraunhofer JA. The estimation of cement film thickness by an *in vivo* technique. *Br Dent J*. 1971 Aug; 131(3):107-11.

Mirmohammadi H, Aboushelib MN, Salameh Z, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dent Mater*. 2010;26(8):786-92. Epub 2010 May 21.

Molin MK, Karlsson SL, Kristiansen MS. Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic/resin composite joint. *Dental Mater*. 1996 July;12:245-9.

Naert I, Van Der Donk A, Beckers L. Precision of fit and clinical evaluation of all-ceramic full restorations followed between 0.5 and 5 years. *J Oral Rehabil*. 2005 Dec;32:51-7.

Neiva G, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Resistance to fracture of three all-ceramic systems. *J Esthet Dent*. 1998;10(2):60-6.

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;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.

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

Özcan M, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Invest*. 2007;38(10):773-6.

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

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

Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2006;96:154-64.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999;1:299-309.

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.

Pavanelli CA, Nogueira Júnior L, Figueiredo AR. Discrepância vertical de assentamento de coroas totais: dispositivo para fixação e mensuração pré e pós-cimentação (*in vitro*). *PGR*. 2001 Maio;4(2):60-4

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

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

Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont.* 1995;8(2):187-94.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater.* 1998a;14(2):120-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater.* 1998b;14:212-21.

Pröbster L, Geis-Gerstorfer, Kirchner E, Kanjantra P. *In vitro* evaluation of glass-ceramic restorative material. *J Oral Rehabil.* 1997;24:636-45.

Reich S, Wichmann M, Nkenke E, Proeschel P. Clinical fit of all ceramic three –unit fixed partial dentures, generated with three different CAD/CAM systems. *Eur J Oral Sci.* 2005;113:174-9.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent.* 2003;5(3):183-92.

Reis A, Rocha OCM, Schroeder M, Tancredo LL, Loguercio AD. The influence of storage time and cutting speed on the microtensile bond strength. *J Adhes Dent.* 2004;6:7-11.

Rodrigues Filho LE. Influência do volume de adesivo e das ciclagens térmica e mecânica na resistência de união resina-dentina em restaurações de alto fator de configuração cavitária [livre docência]. São Paulo: Faculdade de Odontologia de São Paulo; 2007.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent.* 1998;80:280-301.

Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995;74(1):381-7

Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J*. 2008;27(3):408-14.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface área for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-40.

Schmalz G, Federlin M, Reich E. Effect of dimension of luting space and luting composite on marginal adaptation of a class II ceramic inlay. *J Prosthet Dent*. 1995 Apr;73(4):392-9.

Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacionais e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2007.

Souza ROA, Özcan M, Melo RM, Michida SMA, Zamboni SC, Valandro LF, et al. Efeito do jateamento na resistência à flexão de uma cerâmica de ítrio-zircônia. 25<sup>a</sup> Reunião anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica - SBPqO. Resumo PAc 314, 2008.

Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res*. 1987;66(9):1460-5.

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials*. 2007;28(17):2695-705.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater*. 2000;16(3):180-7.

Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Spiekermann H, Anusavice KJ. Marginal fit of alumina and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system. *Oper Dent*. 2001;26:367-74.

Valandro LF, Mallmann A, Della Bona A, Bottino MA. Bonding to densely sintered alumina- and glass infiltrated aluminum / zirconium-based ceramics. *J Appl Oral Sci*. 2005;13(1):47-52.

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;20(1):70-2.

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

van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989;17:61-7.

van Noort R, Cardew G, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res*. 1991;70:889-93.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res*. 1997;76(6):1298-307.

Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004;(71B):166-71.

Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Thompson VP, Rekow D. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont*. 2006;19:442-8.

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

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

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

Yeo IS, Yang JH, Lee JB. In vitro marginal fit of three all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2003 Nov;90(5):459-64.