

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

Carlo Theodoro Raymundi Lago

**RESISTÊNCIA ADESIVA A UMA CERÂMICA À BASE DE
ZIRCÔNIA – INFLUÊNCIA DO TIPO DE PRIMER PARA
CERÂMICA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, para a obtenção do Grau de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri

Co-orientador: Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes

Florianópolis

2011

Catálogo na fonte elaborada pela biblioteca da
Universidade Federal de Santa Catarina

L177r Lago, Carlo Theodoro Raymundi

Resistência adesiva a uma cerâmica à base de zircônia [dissertação] : influência do tipo de primer para cerâmica / Carlo Theodoro Raymundi Lago ; orientador, Luiz Narciso Baratieri. - Florianópolis, SC, 2011.
81 p.: il., grafs., tabs.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Adesão. 3. Cerâmica odontológica. 4. Óxido de zircônio. I. Baratieri, Luiz Narciso. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.
CDU 616.314

Carlo Theodoro Raymundi Lago

**RESISTÊNCIA ADESIVA A UMA CERÂMICA À BASE DE
ZIRCÔNIA – INFLUÊNCIA DO TIPO DE PRIMER PARA
CERÂMICA**

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de Mestre, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Odontologia

Florianópolis, 15 dezembro de 2011.

Prof. Dr. Ricardo Magini,
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri,
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira,
Membro
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof.^a Dr.^a Paula de Carvalho Cardoso,
Membro
Universidade Federal de Goiás

Dedicatória

A Deus, por ter me dado a família maravilhosa que tenho, muitos amigos, e por ter me guiado e iluminado nos obstáculos que ultrapassei, tornando-me uma pessoa abençoada.

Aos melhores pais do mundo, Carlos Roberto Lago e Cícera Ângela Raymundi Lago, que sempre estiveram ao meu lado nos momentos mais decisivos da minha vida, me educando e proporcionando toda a felicidade que um filho possa ter. Amo vocês, muito mais que ontem e muito menos que amanhã.

Às minhas irmãs, Ana Carolina Raymundi Lago Teló (Porquinha) e Ana Luíza Raymundi Lago (Lucupilu), que sempre foram minhas amigas e parceiras nos momentos de alegria e também de tristeza. Quando elas estão por perto, tudo fica animado. Eu amo vocês.

Ao meu primo e irmão Bruno Carlini Júnior, que sempre me aconselhou e participou diretamente da minha

educação e das minhas decisões. seu apoio é fundamental até hoje.

À minha namorada, Fátima (Piiiiikkss), que sempre apoiou meus sonhos, compreendeu minha ausência e me confortou com gestos e palavras de amor e carinho quando precisei. Linnnnnnnnnnnnnnnnnda, tchamo. Desculpa se alguma vez magoei você...

Ao melhor time do mundo, sport clube internacional que, por inúmeras vezes, me proporcionou imensas alegrias, e sei que continuará...

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, professor **Dr. Luiz Narciso Baratieri**, pela oportunidade de poder compartilhar seus conhecimentos, pela confiança depositada em mim e por servir de inspiração como pessoa e profissional.

Ao meu co-orientador, professor **Dr. Guilherme Carpena Lopes**, pelo aconselhamento e ajuda ao longo de todo o mestrado.

Ao meu companheiro de futebol e amigo, professor **Dr. Sylvio Monteiro Jr**, “Pombo sem asa”, que sempre demonstrou disposição e extrema competência em tudo que faz.

Ao meu “preferido” e amigo, professor **Dr. Hamilton Pires Maia**, que apesar de possuir um grande defeito, ser corintiano, sempre estava disposto a me ajudar nas horas mais difíceis. Além das boas conversas na salinha de dentística.

A professora **Dr. Renata Gondo Machado**, por sua alegria e disposição, sempre ajudando da melhor maneira possível

Ao professor **Dr. Luis Clovis Cardoso Vieira**, que apesar de seu jeitão de bravo é uma pessoa muito gente boa e brincalhona

Aos professores da Universidade Federal de Santa Catarina, **Mauro Amaral Caldeira de Andrada, Élito Araújo, Gilberto Muller Arcari, Cleo Nunes de Souza, Jussara K. Bernardon e Sheila Stolf**, pelo incentivo e suporte científico para meu crescimento intelectual.

A **Dona Léa e à Ana**, pela disposição, carinho e atenção dispensados a todos os alunos do mestrado.

Ao **Programa de Pós-graduação em Odontologia** da Universidade Federal de Santa Catarina, contribuindo para o crescimento profissional.

Se não fosse pelo **303, Dom Afonso**, eu não teria a honra de morar com duas pessoas espetaculares que, além de amigos, se tornaram meus irmãos: **Shiz e Tonho**, dois parceiros para toda hora, tanto para festa como para estudo, sempre ajudando da melhor maneira possível e nas

horas mais difíceis, e é nesses momentos que você percebe quem é seu amigo de verdade. **303 RULES...**

Ao meu irmão e amigo **Gustavo**, mais conhecido como **Tonho**, sempre cantando, incomodando e sendo incomodado. Uma pessoa extremamente dedicada em tudo o que faz e extremamente competente. A sua paciência é uma grande virtude, por que para aguentar tudo que eu e o Shiz incomodámos não é fácil. Violeiro e cantor titular da turma. Um abraço maninho.

Ao meu mano e amigo **Shiz**, mais conhecido como **Liguilgui ou Bicolor**. O que falar de um japonês... só trabalha e trabalha, mas comprar material que é bom, nada. Parceiro de festa, de agitos e, principalmente, para incomodar o Tonho. Sempre me ajudou nas aulas, trabalhos e estudos, pois é uma pessoa muito inteligente e capaz. Abração pra você também, maninho.

Aos meus amigos importados **Ivan (mexicano) e Celso (chileno)** que sempre foram parceiros para toda hora, apesar de não entender metade das coisas que eles falavam.

Aos meus amigos e colegas de mestrado, **Diogo** (gente boa e parceira demais), **Baiano** (sempre na função, parceiro para toda hora) e **Buda** (com o coração do tamanho do mundo, se existe uma pessoa boa no mundo é esse cara).

As minhas colegas de mestrado, **Fer** (minha amiga, obrigado pela sua disposição, carinho e imensa paciência), **Liza** (minha bruxa, valeu pelas conversas mais engraçadas do mundo e pelas ajudas quando precisei), **Vane, Marcelli, Lindi e Gabi** (pelas conversas e risadas nos momentos de descontração).

Aos amigos **Mito, Marco Pereti, Marco Azevedo, Cris Guatemala e todos os amigos que eu não mencionei o nome ou esqueci de citar**. Sintam-se agradecidos. Abração.

Ao amigo de longa data, **Ireno Trancoso de Britto**, que além de ser um excelente protético, participou diretamente da minha educação na infância. Também ajudou diretamente na realização da pesquisa e na obtenção dos blocos cerâmicos. Grande abraço.

Ao **Tio Mário, Tia Susele e André**, por sempre estarem dispostos a me ajudarem nas horas em que precisei. Uma das melhores coisas que aconteceu, quando mudei pra Floripa, foi poder conviver com essas pessoas incríveis, que tenho muito orgulho de ter na família. Um grande abraço do fundo do coração.

“Naquela manhã de domingo, sem ter o que comer em casa, do nada recebia uma ligação: - Caco, vem almoçar aqui em casa...” Ao **Honorino e Maria Lucia Pereti**, que sempre nos trataram como filhos, com muita alegria e disposição. Até a casa me emprestaram para fazer meu aniversário, além de um dos melhores bolos de aniversário que já ganhei. Um enorme abraço.

A **Josi** (Dental Gorges), por ceder os cimentos resinosos para a pesquisa.

Ao amigo **Daniel Batista**, colega de profissão, por ter cedido gentilmente os materiais necessários para a realização da dissertação.

Ao colega de profissão, **Emerson Sgrott**, pela extrema atenção e disponibilidade, fornecendo gentilmente o forno para a realização da sinterização das pastilhas cerâmicas. Um grande abraço.

Ao **Waldenar**, da Wilcos, pelos blocos cerâmicos e a **Gisele**, da 3M, pelos cimentos resinosos.

Aos demais colegas do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, pelos bons momentos compartilhados.

A todos os funcionários da área de odontologia. A todos que, direta ou indiretamente, me ajudaram nessa trajetória.

As pessoas que eu me esqueci de agradecer, peço desculpas, mas não foi por gosto. É impossível lembrar de todo mundo. Sintam-se agradecidos do fundo do coração. Abraço a todos.

"NÃO TÁ MORTO QUEM PELEIA"

IEDO SILVA E NEI FERNANDES

RESUMO

O presente estudo avaliou a resistência adesiva à uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio (Y-TZP), de dois cimentos resinosos autoadesivos e de um resinoso não-adesivo, utilizando em conjunto dois primers para cerâmica. Pastilhas cerâmicas à base de zircônia foram incluídas em resina acrílica e receberam polimento com lixa de carbetto de silício, com granulação 600, sob refrigeração de água. As superfícies foram tratadas com jato de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 50 μm a 10 milímetros de distância, perpendicular à superfície cerâmica, por 10 segundos. Dois cimentos resinosos autoadesivos (RelyX U100 e MaxCem Elite), um cimento resinoso não-adesivo (RelyX ARC) e dois primers para cerâmica (Z-Prime Plus e Porcelain Liner M) foram utilizados para a cimentação de cilindros de resina composta à superfície da cerâmica, formando nove grupos (n=12): G1- RelyX Unicem (controle), G2- MaxCem Elite, G3-RelyX ARC, G4- RelyX U100 + Porcelain Liner M, G5- MaxCem + Porcelain Liner M, G6- RelyX ARC + Porcelain Liner M, G7- RelyX U100 + Z-Prime Plus, G8- MaxCem Elite + Z-Prime Plus e G9- RelyX ARC + Z-Prime Plus. Após a cimentação, os corpos de prova, com uma área transversal de $0,8mm^2$, foram armazenados em água destilada ($37^\circ C$) durante 24 horas. Para avaliar a resistência adesiva, utilizou-se o microcisalhamento, em uma máquina de ensaio universal (0,5mm/min). Observaram-se diferenças estatisticamente importantes ($p < 0,001$) ao comparar a resistência dos espécimes do grupo controle (RelyX U100) em relação aos demais grupos, exceto para os grupos tratados com: RelyX U100 + Porcelain Liner M ($p=0,04$), MaxCem + Z-Prime Plus ($p=0,91$) e RelyX ARC + Z-Prime Plus ($p=1,00$). Nas comparações em que foram observadas diferenças, a média dos valores de resistência do grupo tratado somente com RelyX U100 foi superior às observadas nos demais, exceto no que foi tratado com RelyX U100 + Z-Prime Plus. Ao comparar os grupos em que foi aplicado o mesmo agente cimentante, observou-se que a utilização do primer para cerâmica Z-Prime Plus eleva os valores de resistência, independentemente do agente cimentante utilizado.

Palavras-chave: Zircônia. Adesão. Cerâmicas.

ABSTRACT

This study evaluated the bond strength between zirconia ceramic yttria stabilized (Y-TZP) and two self-adhesive resin cements and an etch&rinse resin cement in association or not with two ceramic primers. Zirconia ceramic discs were embedded in acrylic resin and polished with #600 silicon carbide sandpaper. Ceramic surfaces were treated by use of airborne particle abrasion with 50µm aluminum oxide during 10 seconds. Two self-adhesive resin cements (RelyX U100 and Maxcem Elite) and an etch&rinse resin cement (RelyX ARC) associated or not with two ceramic primers (Z-Prime Plus and Porcelain Liner M) were used for luting resin composite cylinders with 0.8mm² cross-sectional area on ceramic surface. Nine groups were formed (n = 12): G1- RelyX Unicem (control), G2- MaxCem Elite, G3-RelyX ARC, G4- RelyX U100 + Porcelain Liner M, G5- MaxCem + Porcelain Liner M, G6- RelyX ARC + Porcelain Liner M, G7- RelyX U100 + Z-Prime Plus, G8- MaxCem Elite + Z-Prime Plus and G9- RelyX ARC + Z-Prime Plus. After luting, specimens were stored in distilled water (37 ° C) during 24 hours. Bond strength was evaluated by microshear test in a universal testing machine at a crosshead speed of 0.5 mm/minute. Significant differences were observed (p <0.001) when comparing the bond strength of the specimens in the control group (RelyX U100) and the other groups, except for groups treated with: RelyX U100 + Porcelain Liner M (p = 0.04), Maxcem + Z-Prime Plus (p = 0.91) and RelyX ARC + Z-Prime Plus (p = 1.00). In the groups where differences were observed, the mean values of group treated with RelyX U100 were higher compared to other groups, except when it was treated with RelyX U100 + Z-Prime Plus. In conclusion, Z-Prime Plus association with resin, increased microshear bond strength regardless of luting agent utilized.

Key-words: Zirconia. Adhesion. Ceramics.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Corte dos blocos cerâmicos pré-sinterizados	46
Figura 2- Pastilhas cerâmicas de Y-TZP pré-sinterizadas.....	46
Figura 3- Forno para sinterização das cerâmicas Y-TZP	47
Figura 4- Pastilhas cerâmicas sinterizadas.....	47
Figura 5- Inclusão das pastilhas cerâmicas em resina acrílica. A fita dupla face foi utilizada como fixação da pastilha cerâmica	47
Figura 6- Padronização da superfície cerâmica com lixas SiC #600	48
Figura 7- Pastilha cerâmica após o tratamento da superfície com jateamento de óxido de alumínio, seguido da limpeza de superfície	48
Figura 8- Primer cerâmicos Porcelain Liner M (Sun Medical).....	49
Figura 9- Primer cerâmico Z-Prime Plus (Bisco)	49
Figura 10- Cimento resino autoadesivo RelyX U100 (3M ESPE).....	49
Figura 11- Cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite (Kerr)	50
Figura 12- Cimento resinoso convencional dual RelyX ARC (3M ESPE).....	50
Figura 13- Delimitação da área adesiva.....	50
Figura 14- Matriz de silicone de adição (Virtual, Ivoclar Vivadent)	51
Figura 15- Pinos de resina composta fotoativados, após jateamento e silanização	52
Figura 16- Pinos de resina composta prontos para cimentação.....	52
Figura 17- Cimento resinoso inserido sobre a área delimitada com o auxílio de uma sonda exploradora	52
Figura 18- Cimentação dos pinos de resina composta, manualmente, utilizando uma pinça.....	53
Figura 19- Remoção dos excessos de cimento resinoso com um pincel descartável	55
Figura 20- Fotoativação do cimento resinoso	55
Figura 21- Delimitação adesiva removida, visualizando o corpo de prova cimentado, sem excessos marginais.....	56
Figura 22- Vista lateral do corpo de prova	56
Figura 23- Realização do teste de microcissalhamento vista frontal	57
Figura 24- Realização do teste de microcissalhamento vista lateral.....	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Especificação dos materiais utilizados.....	45
Tabela 2- Formação dos grupos experimentais.....	51
Tabela 3- Descrição e comparação da resistência ao microcisalhamento, de acordo com a composição do material utilizado	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

bar = unidade de pressão

CAD = *Computer Aided Design*

CAM = *Computer Aided Manufacturing*

cm = centímetro

DP = desvio padrão

g = grama

G = Grupo

h = hora

Kg = quilograma

MDP = *methacryloxy decyl phosphoric acid*

mm = milímetro

mm² = milímetro quadrado

min = minuto

MPa = Mega Pascal

N = Newton

nm = nanômetro

psi = *pound per square inch*

rpm = rotação por minuto

s = segundo

SCG = *slow crack growth*

t-m = transformação da fase tetragonal para a fase monoclínica

Y-TZP = *Ytria partially stabilized tetragonal zirconia*

LISTA DE SÍMBOLOS

- °C → graus Celsius
- μm → micrômetro
- ~ → aproximadamente
- < → menor
- > → maior
- = → igual
- σ → tensão

SUMÁRIO

LISTA DE SÍMBOLOS.....	46
SUMÁRIO	48
1 INTRODUÇÃO.....	27
2 REVISÃO DA LITERATURA	31
3 OBJETIVOS.....	43
3.1 OBJETIVO GERAL	43
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	43
4 MATERIAIS E MÉTODO.....	45
4.1 OBTENÇÃO E PREPARO DAS PASTILHAS CERÂMICAS	46
4.2 FORMAÇÃO DOS GRUPOS	48
4.3 DELIMITAÇÃO DA ÁREA ADESIVA	50
4.4 OBTENÇÃO DOS CILINDROS DE RESINA COMPOSTA ...	51
4.5 CIMENTAÇÃO.....	52
4.6 ARMAZENAMENTO DOS ESPÉCIMES APÓS A CIMENTAÇÃO	55
4.7 TESTE DE MICROCISALHAMENTO	55
4.8 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA	57
4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA	57
5 RESULTADOS	59
6 DISCUSSÃO.....	61
7 CONCLUSÃO	65
8 REFERÊNCIAS.....	67

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas estão bem consolidadas na odontologia, pois atingem requisitos estéticos, biológicos, mecânicos e funcionais, satisfatórios quando empregados corretamente (DELLA BONA, 2009).

Com o desenvolvimento tecnológico na área odontológica, as cerâmicas à base de zircônia tetragonal, parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP), apresentam resistência à flexão, maior tenacidade (6-10 MPa), resistência à fratura (>1000 MPa) e menor módulo de elasticidade em relação às demais cerâmicas (DEVILLE *et al.*, 2006; NOORT, RICHARD VAN, 2004). Pela sua biocompatibilidade e a excelência da tecnologia CAD/CAM, são confeccionadas restaurações totais em cerâmica livre de metal, elevando a qualidade estética dos tratamentos odontológicos (DELLA BONA; KELLY, 2008; KELLY; DENRY, 2008).

A zircônia é um material polimórfico e possui três alótropos: monoclinico, tetragonal e cúbico. A fase monoclinica é estável a partir da temperatura de 1170° C, se transforma em tetragonal em 2370° C e a fase cúbica estável é atingida a uma temperatura de 2713° C (CAVALCANTI *et al.*, 2009; KELLY; DENRY, 2008). Durante o resfriamento, ocorre uma mudança na expansão volumétrica da cerâmica, gerando estresse pela expansão, formando trincas. No entanto, essa transformação polimórfica pode ser evitada pela adição de óxidos à cerâmica de zircônia, em torno de 3%-6% CaO, MgO, Y₂O₃ ou CeO₂, restringindo o aumento de volume, evitando a transformação polimórfica do material e restando somente a fase tetragonal metaestável. Mediante uma tensão ocorre uma trinca, que se propaga na fase tetragonal, os cristais tetragonais podem se transformar em uma fase monoclinica estável, sofrendo uma expansão de volume de 3%, colocando a trinca sob uma tensão compressiva, inativando sua progressão (CAVALCANTI *et al.*, 2009; DELLA BONA, 2009; NOORT, RICHARD VAN, 2004). Esse mecanismo faz com que a resistência da cerâmica aumente e, devido a essa propriedade, elas são conhecidas como *smart ceramics* (EVANS, 1990).

Para a ativação da superfície das cerâmicas são propostos tratamentos como: abrasão com instrumentos rotatórios, jateamento com óxido de alumínio, ataque ácido e a combinação desses métodos (BLATZ *et al.*, 2003; CHEN *et al.*, 1998). Nas cerâmicas vítreas, a utilização de ácido fluorídrico é recomendada, pois consegue obter uma rugosidade adequada, removendo seletivamente a matriz vítrea e expondo as estruturas cristalinas (BLATZ *et al.*, 2003; DELLA BONA

et al., 2004; FILHO *et al.*, 2004; MATINLINNA, J P; VALLITTU, 2007; NOORT, RICHARD VAN, 2004). Após o tratamento da superfície, um agente de ligação bifuncional, silano, é aplicado para promover uma ligação química covalente com as cerâmicas à base de sílica, como fator essencial para a adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso (BARGHI *et al.*, 1999; BLATZ *et al.*, 2003; DELLA BONA *et al.*, 2004; MATINLINNA, J P; VALLITTU, 2007).

No entanto, a zircônia possui alto teor cristalino e uma fase vítrea abaixo de 1%; portanto, o condicionamento ácido e a silanização são ineficazes e não conferem uma adequada adesão aos cimentos resinosos (ATSU *et al.*, 2006; CAVALCANTI *et al.*, 2009; DELLA BONA, 2009; KELLY; DENRY, 2008; NOORT, RICHARD VAN, 2004).

Mediante isso, diferentes técnicas estão sendo propostas para a ativação da superfície da zircônia, no intuito de aumentar a rugosidade superficial e melhorar a adesão dos cimentos resinosos à Y-TZP. Vários protocolos vêm sendo estudados para a alteração da superfície dessas cerâmicas, como o jateamento com óxido de alumínio, criando microrretenções e aumentando a resistência flexural (GUAZZATO *et al.*, 2005; KOSMAC *et al.*, 1999, 2000; MOON *et al.*, 2011) e a abrasão manual, através da utilização de pontas diamantadas de granulação finas (GUAZZATO *et al.*, 2004, 2005). Outro método proposto é a silicatização, que impregna sílica à superfície das cerâmicas, possibilitando uma ligação química adicional com os silanos (ATSU *et al.*, 2006; KERN; WEGNER, 1998; TAKEUCHI *et al.*, 2010) e também o condicionamento por infiltração seletiva, que incorpora à superfície densa da zirconia nanoporosidades, na qual o cimento resinoso infiltra e se liga à mesma (ABOUSHELIB, 2011; ABOUSHELIB *et al.*, 2008, 2009).

Após o tratamento superficial da Y-TZP, para a realização da cimentação adesiva, uma nova classe de cimento vem sendo estudada, que são os cimentos resinosos autoadesivos, baseados em Bis-GMA (*Bisphenol A Diglycidylether Methacrylate*) e monômeros fosfatados, como MDP, 4-META, GMPD, MEPS e 6-MHPA, que reagem com os óxidos contidos no interior da cerâmica, criando ligações químicas adicionais à Y-TZP, auxiliando a adesão (ATSU *et al.*, 2006; DIAS DE SOUZA *et al.*, 2011; MAGNE *et al.*, 2010; OZCAN *et al.*, 2011; TAKEUCHI *et al.*, 2010; ZHANG; DEGRANGE, 2010a).

Além disso, há o desenvolvimento dos primers para cerâmica que auxiliam na adesão química das cerâmicas à base de zircônia. Esses primers possuem uma mistura de organofosfatos, que reagem com os

grupos metacrilatos dos cimentos resinosos e dos monômeros de ácido carboxílico e conseguem reagir com os óxidos metálicos do substrato cerâmico (MAGNE *et al.*, 2010; OZCAN *et al.*, 2011; YAMADA *et al.*, 2007).

Pela dificuldade de se obter uma adequada adesão aos cimentos resinosos às cerâmicas de zircônia proporcionando longevidade às restaurações estéticas, o objetivo desse estudo foi avaliar a resistência adesiva a uma cerâmica à base de zircônia estabilizada por óxido de ítrio, utilizando dois primers para cerâmica, dois cimentos resinosos autoadesivos e um cimento resinoso não-adesivo.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A partir do desenvolvimento de cerâmicas com elevadas propriedades mecânicas, a reabilitação oral com próteses livres de metal ganharam espaço na odontologia. Com a utilização de infraestruturas à base de Y-TZP, a função estética pôde ser reestabelecida com sucesso (DELLA BONA; KELLY, 2008; DELLA BONA, 2009).

Pela dificuldade encontrada na adesão às cerâmicas de ítrio zircônia, inúmeras técnicas para o tratamento de superfície são propostas, no intuito de estabelecer uma união duradoura entre cimento resinoso e cerâmica (DELLA BONA, 2009).

Um estudo realizado por KERN et. al. (1998), utilizando cisalhamento, avaliou diferentes tipos de cimentos resinosos à superfície de uma cerâmica de YPSZ, jateada com óxido de alumínio previamente aos procedimentos adesivos. Diferentes métodos de cimentação foram realizados, formando diferentes grupos: SAND) cimento resinoso convencional aplicado na cerâmica; BisGMA) aplicado diretamente na cerâmica; SIL) silanização da cerâmica, seguido do cimento resinoso convencional; ROC) silicatização seguido de silanização e cimento resinoso convencional; PAN) cimento resinoso contendo MDP; PAN21) cimento resinoso contendo MDP. Metade dos espécimes foi armazenada por 3 dias e a outra metade por 150 dias, mais termociclagem antes da realização do teste de resistência adesiva. Inicialmente, os grupos SAND e SIL obtiveram valores médios adesivos de 14,0 MPa e 15,1 MPa, respectivamente, e, após o armazenamento por 150 dias, todos os espécimes dos dois grupos descolaram espontaneamente. O grupo ROC obteve valores iniciais de 29,2 MPa e, após o a termociclagem, os valores adesivos caíram para 12,8 MPa. Já para os grupos PAN e PAN21, os valores obtidos foram os maiores em relação aos demais grupos, em 3 e 150 dias de armazenamento de 47,1/ 48,8 MPa e 37,4/ 49,8 MPa respectivamente, no qual o decréscimo dos valores adesivos não foi estatisticamente significante. Falhas coesivas foram encontradas nos grupos PAN e PAN21 e para os demais grupos, as falhas foram adesivas. Uma resistência adesiva duradoura foi encontrada quando do emprego de cimentos resinosos que continham monômeros fosfatados e a silicatização não resultou em uma resistência adesiva durável.

Verificando o efeito do desgaste e do jateamento na microestrutura de cerâmicas à base de zircônia estabilizada por ítrio KOSMAC et al. (1999), formaram seis grupos (n=10), utilizando diferentes tratamentos de superfície: desgaste seco, desgaste úmido, jateamento, desgaste seco + jateamento, jateamento + desgaste seco e

grupo controle sem tratamento. Após os tratamentos de superfície, amostras das cerâmicas foram submetidas à análise por difração de raios X, para verificar a transformação das fases *t-m*, e o teste de resistência flexural biaxial foi utilizado. Os resultados de resistência flexural mostram que, em relação ao grupo controle (1021 MPa), os grupos que sofreram desgaste seco ou úmido obtiveram valores inferiores, juntamente com o grupo jateado + desgaste seco (724 MPa, 751 MPa e 608 MPa respectivamente); já o grupo jateado apresentou valores superiores quando comparado ao controle (1239 MPa) e o grupo desgaste seco + jateamento obteve resultados semelhantes ao grupo jateado (1174 MPa). Na análise por difração de raio X, a transformação de fase tetragonal para monoclinica foi maior para o grupo jateado (15,2%), seguido dos grupos desgaste seco + jateamento (15,7%), desgaste seco (5,3%), desgaste úmido (4,2%) e jateado + desgaste seco (3,1%). No entanto, um cálculo foi realizado para observar o defeito crítico incorporado no material, mostrando que quando se utiliza o desgaste seco, desgaste úmido e jateamento + desgaste seco, os defeitos gerados são maiores do que o grupo controle e jateado (55,9µm, 41,7µm, 50,8µm, 15,2µm e 10,9µm respectivamente). Os resultados de resistência flexural se correlacionam com os resultados de mudança de fase, durante o tratamento de superfície, indicando que o jateamento pode reforçar a estrutura da cerâmica, não sendo indicada a associação do desgaste da superfície cerâmica.

KOSMAC et. al (2000) avaliaram três diferentes tipos de cerâmicas à base de ítrio zircônia (TZ-3YB, TZ-3YSB e TZ-3YS-E), utilizando diferentes tratamentos de superfície na resistência flexural biaxial. Os grupos foram divididos de acordo com os tratamentos: desgaste seco (150µm), desgaste úmido (150µm), desgaste seco (µm), jateamento com óxido de alumínio, jateamento + desgaste seco (150µm) e desgaste seco + jateamento (150µm). Corroborando com o estudo acima, os grupos que tiveram desgaste obtiveram valores menores de resistência flexural, quando comparados ao controle. Os grupos jateados tiveram sua resistência flexural aumentada em relação ao grupo controle. A maior transformação da fase *t-m* e o menor defeito incorporado no material foi obtido pelo grupo jateado, comparado com os demais grupos. Portanto, para reforçar as cerâmicas de Y-TZP, é indicado o jateamento com óxido de alumínio, previamente à cimentação.

BLATZ et al. (2004), por meio do cisalhamento, realizaram o jateamento dos espécimes cerâmicos e a união dos mesmos a cilindros de resina composta Z250. Para tal, utilizaram um cimento resinoso

contendo monômeros fosfatados (Panavia F- grupo PAN) e um cimento resinoso convencional, à base de Bis-GMA (RelyX ARC- grupo REL), em conjunto com os agentes de ligação para o pré-tratamento das superfícies da cerâmica Clearfil SE Bond/ Porcelain Bond Activator (grupo SE) e Single Bond/ Ceramic Primer (grupo SB). Como controle, foi somente utilizado o PAN, sem nenhum agente de ligação (NO). Dez espécimes de cada grupo foram armazenados em água destilada a 37°, por três dias, e outros dez armazenados por 180 dias, mais termociclagem com 12000 ciclos. Após três dias de armazenamento, dois grupos obtiveram os maiores valores de resistência adesiva: SE-REL (25,15 MPa) e SE-PAN (20,14 MPa), superiores aos grupos NO – PAN (17,36 MPa) e SB-REL (16,90 MPa). Entre os grupos SE-PAN, NO-PAN E SB-REL não houve diferenças. Após o armazenamento de 180 dias, os grupos SE-PAN (16,85 MPa) e SE-REL (15,45 MPa) obtiveram valores de resistência adesiva maiores que os grupos NO-PAN (9,45 MPa) e SB-REL (1,08 MPa). Os autores concluíram que a utilização de um agente de ligação, contendo monômeros fosfatados (MDP), pode alcançar altos valores adesivos após longo período de armazenamento, independente do cimento resinoso utilizado.

No intuito de testar a hipótese de que a aplicação da silanização e silano, contendo MDP, aumenta a resistência adesiva entre cerâmica à base de zircônia e o cimento resinoso, contendo monômeros fosfatados (Panavia F 2.0), através do cisalhamento, ATSU et al. (2006) confeccionaram sessenta pastilhas de zircônia e sessenta cilindros da resina Z250. A superfície da cerâmica foi jateada com óxido de alumínio, dividindo-se em seis grupos (n=10): Grupo C- sem tratamento (controle); Grupo SIL- silanização; Grupo BSIL- agente MDP + silanização; Grupo SC- silicatização; Grupo SCSIL- silicatização + silanização; Grupo SCBSIL- silanização + agente MDP + silano; Grupo C, 15,7; Grupo SIL, 16,5; Grupo BSIL, 18,8; Grupo SC, 21,6; Grupo SCSIL, 21,9; e Grupo SCBSIL, 22,9 (MPa). A força adesiva foi maior para o grupo SCBSIL, pois a silicatização, em conjunto com a utilização de um silano, com monômero fosfatado (MDP), aumentou a resistência adesiva da cerâmica à base de zircônia.

Cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados, silanos, preparação de superfície com sílica e aplicação de compostos ácidos têm demonstrado uma melhor efetividade na resistência adesiva às cerâmicas aluminizadas. avaliando os efeitos de primers ácidos na resistência adesiva a uma cerâmica de alumina, YAMADA et al. (2007), por meio do cisalhamento, preparou discos cerâmicos e utilizou os primers ácidos Acryl Bond, AC (4-AETA); All Bond 2 Primer B, BP

(BPDM); Alloy Primer, AP (MDP, VBATDT); Estenia Opaque Primer, EP (MDP); Eye Sight Opaque Primer, EY (MP); M.L. Primer, ML (10-MDDT, 6-MHPA); MR. Bond, MR (MAC-10) e Super-Bond Liquid, SB (4-META). Para o grupo controle não foi utilizado nenhum tipo de tratamento prévio à cimentação. Após a cimentação dos corpos de prova, metade dos espécimes foi submetida à termociclagem e a outra metade foi submetida ao teste de cisalhamento, após trinta minutos dos procedimentos adesivos. O grupo controle (UP) obteve os piores valores adesivos antes e após a termociclagem (18,6 MPa e 0MPa). Já os grupos tratados previamente à cimentação, antes da termociclagem, os resultados variaram de 37,2-41,9 Mpa, não havendo diferença estatística entre os grupos. Após a termociclagem, o pior resultado foi obtido pelo BP (1,6 MPa) e o melhor resultados por EP (39,7MPa) e AP (39,6MPa), não havendo diferença estatística entre os dois grupos. Conclui-se que os maiores valores adesivos foram encontrados quando se utilizaram os primers que continham MDP, Opaque Primer e Alloy Primer, nas cerâmicas de alumina.

Avaliando a influência dos diferentes tratamentos de superfície, em cerâmicas de zircônia, KERN et al. (2009) utilizaram o jateamento e primers cerâmicos para verificar a resistência adesiva em longo prazo, através do teste de tração. Discos cerâmicos de zircônia (Cercon) receberam polimento com lixa abrasiva de granulação 600, três tratamentos de superfície (somente polidos, jateamento com óxido de alumínio 50µm, com 0,05MPa ou 0,25 MPa) e quatro condições de primers: NP) sem primer, MZP) Metal/Zircônia Primer, AP) Alloy primer e CCP) Clearfil Ceramic Primer. O processo de cimentação com cimento resinoso Multilink Automix, a simulação de envelhecimento e a termociclagem foram realizadas de acordo com Yang et al., 2007. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 3 dias ou 150, mais termociclagem com 37.500 ciclos, sendo realizado o teste de tração. Todos os espécimes sem o jateamento e sem o uso dos primers tiveram falhas pré-teste. Já os grupos sem o jateamento e com utilização dos primers (MZP,AP, CCP) tiveram uma melhora nos valores adesivos iniciais (8,1MPa, 17,7MPa, 24,1Mpa, respectivamente). Todavia, após a termociclagem, sofreram falha pré-teste e resistência adesiva reduzida a 0 MPa. No entanto, após o jateamento com 0,05 e 0,25 MPa de pressão, os grupos AP (42,7Mpa, em três dias e 32,2Mpa, após termociclagem, 44,8MPa e 23,2Mpa, respectivamente) e CCP (40,0Mpa, em três dias e 28,7Mpa, após termociclagem, 48,5MPa e 30,7MPa, respectivamente), contendo monômeros fosfatados 10-MDP, obtiveram valores maiores que o grupo MZP (28,2Mpa, em três dias e 17,1Mpa, após

termociclagem, 36,2MPa e 19,6Mpa, respectivamente). A pressão do jateamento não resultou em valores adesivos estatisticamente significantes para nenhum primer em condição de armazenamento. Falhas mistas ocorreram nos grupos AP e CCP e adesivas no grupo MZP. Para a utilização de um cimento resinoso, sem monômeros fosfatados, é fundamental o uso do jateamento em conjunto com os primers cerâmicos, obtendo-se assim uma adesão duradoura às cerâmicas de zircônia e, para minimizar falhas de superfície, pode-se utilizar uma menor pressão durante o jateamento.

A maioria dos fabricantes dos cimentos resinosos não indica nenhum tratamento das superfícies de cerâmicas à base de zircônia, previamente à cimentação. No entanto, há modificações nas superfícies das cerâmicas de Y-TZP, alterando suas propriedades e melhorando a adesão, com a realização de silanização, jateamento com óxido de alumínio e silicatização. Diante disso, CATTANI et al. (2010) investigaram a rugosidade superficial e a perda de material de cerâmicas de Y-TZP, antes e após o tratamento da superfície com jateamento triboquímico de 30 μ m (CoJetTM Sand, 3M-ESPE). Barras da mesma foram separadas em três grupos (n=6), utilizando diferentes tempos de jateamento de 10, 20 e 30 segundos. Metade dos espécimes de cada grupo foi lavada em banho ultrassônico em etanol, durante 10 minutos, e a outra metade recebeu jato de ar-água por 10 segundos. A rugosidade superficial foi avaliada antes e depois do tratamento de superfície, utilizando um perfilômetro eletromecânico, que demonstrou que os maiores valores foram atribuídos quando o jateamento foi realizado por 30 segundos e os espécimes lavados com spray de ar-água. A perda de material após o jateamento triboquímico, durante 30 segundos, foi em torno de 1 a 3 μ m através da análise de espectroscopia de energia dispersa por raios-X. No entanto, constatou-se que a limpeza da superfície, no banho ultrassônico, resultou em perda de partículas de sílica e alumina que estavam impregnadas na superfície, indicando-se a limpeza pós-condicionamento com jato ar-água.

Através do teste de microtração, SOUZA et al. (2010) realizaram um estudo objetivando avaliar o efeito da utilização de dois primers cerâmicos: um contendo MDP (Epiguard Primer, Kuraray) e outro contendo MDP e VBATDT (Alloy Primer, Kuraray), no tratamento de superfície de uma cerâmica com óxido de zircônia. Para a cimentação dos discos de resina composta à cerâmica, utilizaram dois cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados (RelyX Unicem e Panavia 21). Para o grupo controle, os discos foram cimentados somente com os cimentos resinosos e, nos demais grupos, utilizaram-se cada

primer cerâmico com cada um dos cimentos resinosos. Dois tempos de armazenamento foram realizados em 72 horas e 60 dias, mais termociclagem de 5000 ciclos e, logo após, foi realizada a microtração. Os valores adesivos tiveram melhores resultados quando se utilizaram os primers cerâmicos em conjunto com os cimentos resinosos, comparados ao grupo controle em ambos os tempos de armazenamento. No entanto, os melhores resultados foram obtidos na utilização do Alloy Primer e do cimento resinoso RelyX Unicem.

KITAYAMA et al. (2010) examinaram o efeito do tratamento com primer cerâmico, na força adesiva por tração de cinco cimentos resinosos, em cerâmicas à base de sílica e zircônia. Setenta e sete espécimes de cerâmica à base de sílica (GN-1 Ceramic Block) e zircônia (Cercon Base) foram confeccionados. Cinco cimentos resinosos e seis primers foram utilizados em conjunto com o mesmo fabricante, formando onze grupos: Bistite II/Tokuso Ceramic Primer (BII/TCP) (Tokuyama Dental), Linkmax/GC Ceramic Primer (LM/GCP) (GC), RelyX ARC/RelyX Ceramic Primer (RX/RCP) (3M ESPE), Panavia F 2.0/Clearfil Ceramic Primer (PF/CCP) (Kuraray Medical), e Resicem/Shofu Porcelain Primer (RS/SPP) ou AZ Primer (RS/AZP) (Shofu). Nas cerâmicas à base de sílica, todos os primers, com exceção do AZ Primer, melhoraram a força adesiva dos cimentos resinosos. Nas cerâmicas à base de zircônia, o AZ Primer/Resicem e o Panavia F 2.0/Clearfil ceramic Primer obtiveram os maiores valores de adesão. Conclui-se que primers contendo silano, como agente de ligação, obtiveram os melhores resultados adesivos em cerâmicas à base de sílica; já primers contendo 6-MHPA e MDP, como agentes de ligação, obtiveram maiores resultados adesivos em cerâmicas à base de zircônia, ao mesmo tempo que o cimento contendo MDP mostrou uma efetiva adesividade à zircônia.

Através do teste de cisalhamento, MAGNE et al. (2010) avaliaram a utilização de um primer contendo organofosfato e ácido carboxílico, em conjunto com cimentos resinosos, na tentativa de melhorar a resistência adesiva em cerâmicas à base de Y-TZP. Para o experimento, três cimentos resinosos foram utilizados (BisCem, Duo-Link, Panavia F) e uma resina composta (Z100). As cerâmicas foram previamente jateadas com óxido de alumínio e oito grupos foram formados: os três cimentos resinosos com e sem o primer experimental Z100, com o primer experimental e o Panavia F, com seu próprio primer (Clearfil Ceramic Primer). A associação do primer cerâmico melhorou a resistência adesiva dos cimentos resinosos. O desempenho do novo primer foi melhor que o próprio primer cerâmico do cimento Panavia F,

de 14,96MPa e 8,74Mpa, respectivamente. A resina composta Z100 apresentou a maior resistência adesiva (29,35 MPa). As falhas foram mistas, com a utilização do primer cerâmico e adesivas, quando o mesmo não foi utilizado. O novo primer interagiu com os óxidos metálicos do substrato cerâmico e com os grupos metacrilatos dos cimentos resinosos, aumentando a resistência adesiva com as cerâmicas de Y-TZP.

MAY et al. (2010) utilizou o teste de cisalhamento objetivando avaliar a influência da cobertura com sílica, combinada com um primer contendo 10-MDP, sobre a durabilidade de um cimento resinoso, contendo MDP, à uma cerâmica estabilizada por ítrio. Noventa e seis barras de cerâmica In Ceram YZ 2000 foram divididas em quatro grupos (n=24): 1- (ALC, grupo controle) limpeza com isopropanol; 2- (MDP-primer) ALC + ácido fosfórico + primer contendo MDP; 3- (SiO₂ + MPS-Sil) silicatização + MPS-Sil; 4- (SiO₂ + MDP-primer) silicatização + primer contendo MDP. Metade dos espécimes de cada grupo foi armazenada em água e a outra metade sofreu termociclagem de 12000 ciclos. O grupo três promoveu a maior força adesiva, de 24,4 MPa, e os maiores valores de resistência adesiva alcançados encontraram-se nos grupos que foram submetidos à silicatização, concluindo-se que o jateamento triboquímico, mais o primer contendo MDP, promoveram a maior força adesiva entre os grupos.

Pelo teste de cisalhamento em uma cerâmica Y-TZP, PASSOS et al. (2010), realizaram dois tratamentos de superfície das cerâmicas estabilizadas com ítrio e com álcool isopropílico 96%, silicatização e silanização. Dois grupos foram estabelecidos (n=96) de acordo com o tratamento de superfície e subdivididos em 16 grupos (n=12), dependendo dos dois tratamentos de superfície, dos quatro tipos de cimentos resinosos (Panavia F 2.0, RelyX U100, Maxcem e Variolink II) e das duas condições de armazenamento (24 horas e 90 dias, mais termociclagem de 12000 ciclos). Independente do tipo de cimento, altos valores adesivos foram encontrados quando houve o emprego da silicatização e da silanização em ambos os meios de armazenamento; já com o emprego do álcool, ocorreram várias falhas prematuras dos espécimes. A longevidade e a estabilidade adesiva entre os cimentos resinosos e a cerâmica Y-TZP são dependentes do tipo de tratamento utilizado e do cimento resinoso.

Através do cisalhamento, TAKEUCHI et al. (2010) empregaram a combinação de monômeros ácido éster fosfatado, juntamente com o tratamento triboquímico, no tratamento de superfície das cerâmicas à base de zircônia, após a termociclagem. Depois da

obtenção dos espécimes, três tratamentos foram aplicados na superfície das cerâmicas: 1) nenhum tratamento, 2) jateamento com óxido de alumínio, 3) tratamento triboquímico. O cimento resinoso utilizado foi o RelyX ARC (3M ESPE), em conjunto com dois primers cerâmicos, um contendo MDP (Epicord opaque primer, Kuraray) e outro contendo 6-MHPA (AZ primer, Shofu). Metade dos espécimes foi armazenada por 24 horas e a outra metade foi submetido à termociclagem em 30000 ciclos. O grupo que não recebeu tratamento de superfície obteve os menores resultados adesivos; no grupo que recebeu jateamento com óxido de alumínio os resultados foram melhores do que os do grupo anterior, e teve sua resistência adesiva diminuída após a termociclagem. No entanto, as cerâmicas com tratamento triboquímico, em conjunto com os primers cerâmicos, obtiveram valores adesivos após a termociclagem; estatisticamente, não eram significantes em relação aos valores adesivos após 24 horas de armazenamento (valores em 24 horas e após termociclagem, respectivamente; AZ primer: 34,1 MPa e 32,0 MPa e Epicord primer: 49,4 MPa e 44,8 MPa). Pode-se dizer que os tratamentos de superfícies aumentaram a rugosidade, promovendo uma ativação da superfície que, em conjunto com os primers cerâmicos, puderam aumentar os valores adesivos sob cisalhamento, demonstrando uma boa resistência adesiva.

YUN et al. (2010) utilizando o cisalhamento, empregaram diferentes tratamentos à superfície da cerâmica de zircônia. Três cimentos resinosos foram utilizados, com seus respectivos primers metálicos (Alloy primer – Panavia F 2.0, V-primer – Superbond C&B, Metaltite – M Bond) juntamente com o emprego do jateamento com óxido de alumínio para a cimentação dos espécimes à cerâmica de zircônia. Após a termociclagem, os melhores valores adesivos foram obtidos quando houve o emprego dos primers cerâmicos associados ao jateamento com óxido de alumínio. Os resultados mostram que apenas o uso dos primers metálicos e cimentos resinosos não são suficiente para uma união duradoura à cerâmica de Y-TZP, necessitando de jateamento com óxido de alumínio.

ZHANG e DEGRANDE (2010b) avaliaram, através do cisalhamento, a resistência adesiva de três cimentos resinosos autoadesivos (RelyX Unicem, Maxcem e Multilink Sprint) e de dois cimentos resinosos convencionais duais (Variolink II e Multilink Automix), entre uma cerâmica de zircônia à dentina humana. A superfície da cerâmica foi tratada com lixas de carbetto de silício, de granulação 800. O cimento resinoso Multilink Automix foi utilizado com e sem o Multilink A/Z primer (primer metal/cerâmico). Após 24

horas de armazenamento, os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência adesiva. Os valores adesivos de Multilink Automix e RelyX Unicem (21,12MPa e 21,11MPa) proveram valores adesivos altos e similares, quando aplicados diretamente à superfície polida, não havendo diferença estatística com o Multilink Sprint (17,01MPa). Variolink II e Multilink Sprint (15,01MPa e 17,01MPa) foram semelhantes estatisticamente e o Maxcem obteve os piores resultados adesivos (7,76MPa). No entanto, a utilização de Multilink Automix, em conjunto com p metal/zircônia primer Multilink A/Z primer obteve os maiores valores de resistência adesiva (31,73MPa). Conclui-se que cimentos resinosos com monômeros multifuncionais possuem grande afinidade com cerâmicas de zircônia e a utilização de um primer cerâmico aumentou a resistência adesiva à cerâmica de zircônia.

OZCAN et al. (2011), através do cisalhamento e uma cerâmica de zircônia, utilizaram a silicatização em conjunto com dois diferentes primers cerâmicos e dois cimentos resinosos: um primer contendo MPS (ESPE-Sil, 3M ESPE), outro contendo MPS/4-META (Porcelain Liner M, Sun Medical), um cimento resinoso contendo 4-META (SuperBond, Sun Medical) e um contendo MDP (Panavia F 2.0, Kuraray Medical). Utilizaram-se 60 discos cerâmicos à base de Y-TZP, formando seis grupos (n=10): 1- silicatização + silano, contendo MPS + SuperBond; 2- silicatização + silano, contendo MPS/4-META + SuperBond; 3- silicatização + silano, contendo MPS + Panavia F 2.0; 4- silicatização + silano, contendo MPS/4-META + Panavia F 2.0; 5- SuperBond, de acordo com as instruções do fabricante; 6- jateamento com óxido de alumínio + Panavia F 2.0, de acordo com as instruções do fabricante. Os corpos de prova ficaram armazenados durante três meses em um ambiente escuro e, logo após, foram submetidos ao teste de resistência adesiva. Quando aplicada a silicatização e o cimento SuperBond, não houve diferenças entre os dois silanos aplicados (20,2 MPa para MPS e 20,9 Mpa para MPS/4-META); no entanto, para o Panavia F 2.0, os maiores valores obtidos foram quando da utilização do silano com MPS (24,4 MPa), comparado ao MPS/4-META (12,3 MPa). Pela utilização da silicatização e da silanização, obtiveram altos valores adesivos empregando ambos os cimentos.

ATTIA et al. (2011) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície e diferentes métodos de limpeza em cerâmica de zircônia, através do teste de tração a um cimento resinoso. Também foi avaliada a aplicação do silano e de um primer universal, contendo silano e monômeros fosfatados. Um total de 96 discos cerâmicos, à base de zircônia (e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent), foram utilizados para

criar seis grupos (n=16): Grupo ROC-A-S: jateamento com óxido de alumínio de 110µm por 15 segundos à 0,28 MPa (Rocatec Pre), seguido por um jateamento triboquímico de 110µm à 0,28MPa, com uma distância de 10 milímetros por 15 segundos (Rocatec Plus), limpeza com jato de ar livre de óleo por 15 segundos e aplicação de uma camada de silano (Espe Sil) com um pincel (Ivoclar Vivadent); Grupo ROC-U-S: igual ao grupo ROC-A-S, mas com limpeza utilizando álcool 99% em um banho ultrassônico, após o jateamento triboquímico e secagem com jato de ar por 15 segundos; Grupo ROC-A-P: igual ao grupo ROC-A-S, mas um primer universal contendo silano e monômeros fosfatados (Monobond Plus), ao invés de utilizar silano, no qual o primer foi aplicado com um pincel, aguardou-se 60 segundo para a reação do produto e foi secado com jato de ar por 5 segundos; Grupo ROC-U-P: como o grupo ROC-U-S, mas utilizando o primer universal e não o silano; Grupo ABR-A-P: jateamento com óxido de alumínio 110µm por 15 segundos a 0,28MPa (Rocatec Pre), seguido pela limpeza com jato de ar e aplicação do primer universal; Grupo ABR-U-P: igual ao grupo ABR-A-P, mas utilizando limpeza ultrassônica com álcool 99% após o jateamento com óxido de alumínio e secados com jato de ar por 15 segundos. Após a formação dos grupos, cilindros do cimento resinoso Multicore Flow foram cimentados, utilizando um sistema adesivo dual Multilink Automix à cerâmica, com uma pressão de cimentação de 750 gramas. Os atuais grupos foram subdivididos em subgrupos (n=8), de acordo com o tempo de armazenamento: 3 dias em água destilada à 37° sem termociclagem, e 30 dias no mesmo ambiente após receberam termociclagem de 7500 ciclos. O teste de tração foi realizado em uma velocidade de 2 mm/min. Não houve correlação entre primer cerâmico x método de limpeza e tempo de armazenamento x método de limpeza; entretanto, houve diferenças entre primer cerâmico x tempo de armazenamento. A termociclagem reduziu significativamente as forças adesivas dos grupos ROC-A-S, de 38,3±9,7 para 16,5±6,2MPa, do grupo ROC-US, de 31,5±8,5 para 10,6±5,3MPa e do grupo ABR-A-P, de 42,5±7 para 27,8±12 Mpa. Já para os grupos ROC-A-P, de 44,0±6,4 para 39,7±7,0MPa, ROC-U-P, de 45,2±4,7 para 37,2±7,2MPa e do ABR-U-P, de 44,1±8,9 para 38,8±12MPa. No entanto, esses decréscimos não foram estatisticamente significativos. Com 3 dias de armazenamento, os resultados não tiveram diferenças estatísticas. Pode-se concluir que os diferentes métodos de limpeza de superfície não surtiram efeito na adesão do cimento resinoso à cerâmica; contudo, a utilização do primer universal mostrou melhores resultados do que a aplicação do silano convencional.

DIAS DE SOUZA et al. (2011) investigaram a resistência adesiva de cimentos resinosos, contendo monômeros fosfatados, em conjunto com primers cerâmicos, a uma cerâmica de zircônia estabilizada por óxido de ítrio, sob teste de microtração. A resistência adesiva foi testada em 48 horas e cinco meses após a obtenção dos filetes. Os grupos formados utilizaram os cimentos resinosos Panavia F 2.0 e RelyX Unicem e os primers cerâmicos Alloy Primer, Totalbond, Metaltite e Metal Primer II para cimentar blocos de resina composta à cerâmica. Apenas o tratamento utilizando o Alloy Primer, em conjunto com o RelyX Unicem (15,9 MPa), resultou em um aumento da resistência adesiva; os demais tratamentos químicos não obtiveram um melhoramento adesivo em comparação ao grupo controle (7,2 MPa). Para o Panavia F 2.0, nenhum primer melhorou a resistência adesiva em relação ao grupo controle (8,8 MPa). Após cinco meses de armazenamento, os valores decaíram para o RelyX Unicem em 66% e para o Panavia F 2.0 87%, não havendo diferenças entre eles. Apenas o primer contendo MDP melhorou a resistência adesiva do cimento RelyX Unicem; no entanto, após o armazenamento prolongado, os valores adesivos foram similares.

Portanto, existe a necessidade de se estabelecer um correto protocolo de tratamento de superfície das cerâmicas de Y-TZP, para que se obtenha sucesso, em longo prazo, das restaurações livres de metal, cimentadas adesivamente.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a influência do tipo de *primer* para cerâmica na resistência adesiva a uma cerâmica de zircônia (Y-TZP).

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Mensurar os valores de resistência adesiva, por teste de microcisalhamento, a uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítrio, tratada com jateamento de óxido de alumínio, utilizando dois diferentes primers para cerâmica, dois cimentos resinosos autoadesivos e um cimento resinoso não-adesivo.

Serão testadas as seguintes hipóteses:

- ✚ Os cimentos resinosos autoadesivos, com diferentes monômeros fosfatados, não terão diferenças estatísticas entre si;
- ✚ Os primers para cerâmica não melhoram a resistência adesiva dos cimentos resinosos às cerâmicas de Y-TZP;
- ✚ A resistência adesiva entre os primers serão semelhantes.

4 MATERIAIS E MÉTODO

Para a realização do estudo foi utilizado uma cerâmica a base de zircônia estabilizada por óxido de ítrio, dois cimentos resinosos autoadesivos, um cimento resinoso não-adesivo e dois primers para cerâmica. As especificações de cada material encontram-se na tabela 1.

Materiais	Empresa	Composição
Vita In-Ceram YZ – 40/15	Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha (lote 25701)	ZrO ₂ (94%), Y ₂ O ₃ (3%), Hf (3%) Tetragonal Policristalina Zirconia Parcialmente Estabilizada Com Ítrio (3 Mol%)
Relyx U100	3M ESPE, Eua (lote 1105200161)	Pó de vidro, iniciador, sílica, pirimidina substituída, hidróxido de cálcio, composto de peróxido, pigmentos, éster fosfórico de metacrilato, dimetacrilato, acetato, estabilizador, iniciadores.
Relyx Arc	3M ESPE, Eua	Bis-Gma, Tegdma, Polímero Dimetacrilato, Partículas De Zircônia E Sílica
Maxcem Elite	Kerr, Orange County, Califórnia	Monômeros Éster Metacrilato, minerais inertes, fluoreto de Ytterbium, ativadores, estabilizadores e corantes
Porcelain Liner M	Sun Medical Co., Kyoto, Japão	4-META/ MMA (metil metacrilato)
Z- Prime Plus	Bisco Inc., Schaumburg, Eua	Organofosfato/Ácido Carboxílico / Outros Monômeros

Tabela 1- Especificação dos materiais utilizados

4.1 OBTENÇÃO E PREPARO DAS PASTILHAS CERÂMICAS

Doze blocos (14 x 15 x 40 mm) de cerâmica a base de óxido de zircônia estabilizada por ítrio (VITA In-Ceram YZ, Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha) foram posicionados perpendicularmente ao disco diamantado, obtendo-se pastilhas (figura 1 e 2).



Figura 1- Corte dos blocos cerâmicos pré-sinterizados



Figura 2- Pastilhas cerâmicas de Y-TZP pré-sinterizadas

Após, as pastilhas foram submetidas à sinterização utilizando o forno inFire HTC speed (Sirona), saindo de 300° iniciais até uma temperatura de 1540° com velocidade de 12 °C/min. A temperatura de 1540° é mantida por 120 minutos e então a cerâmica é resfriada a 12 °C/min até a temperatura ambiente (figura 3).

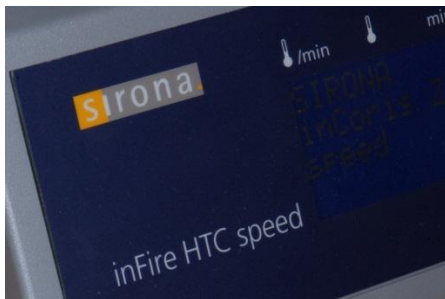


Figura 3- Forno para sinterização das cerâmicas Y-TZP

As pastilhas sinterizadas (figura 4) foram incluídas em resina acrílica (figura 5) e polidas com lixas de carbetto de silício, com granulações de 600, sob refrigeração de água (figura 6).



Figura 4- Pastilhas cerâmicas sinterizadas



Figura 5- Inclusão das pastilhas cerâmicas em resina acrílica. A fita dupla face foi utilizada como fixação da pastilha cerâmica



Figura 6- Padronização da superfície cerâmica com lixas SiC #600

As superfícies foram tratadas com jato de óxido de alumínio (Al_2O_3), com partículas de $50\mu m$, utilizando uma pressão de 46-55 psi, a 10 milímetros de distância perpendicular à superfície, por 10 segundos, utilizando um sistema especial de abrasão. As superfícies foram limpas com ácido fosfórico 40% (K-Etchant Gel, Kuraray), por 5 segundos, lavadas por 15 segundos com jato de ar-água e submetidas a um banho ultrassônico por 5 minutos. Todos os blocos foram secados com jato de ar, livre de óleo (figura 7).

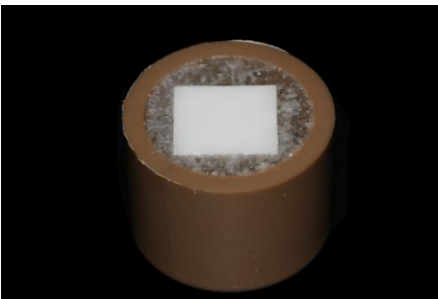


Figura 7- Pastilha cerâmica após o tratamento da superfície com jateamento de óxido de alumínio, seguido da limpeza de superfície

4.2 FORMAÇÃO DOS GRUPOS

Pastilhas cerâmicas, previamente jateadas e limpas, foram distribuídas aleatoriamente em nove grupos ($n= 12$), utilizando 2 diferentes tipos de primers para cerâmica (figura 8 e 9) para tratamento de superfície, dois cimentos resinosos autoadesivos (figura 10 e 11) e

um cimento resinoso não-adesivo (figura 12). Os grupos estão dispostos na tabela 2.



Figura 8- Primer cerâmicos Porcelain Liner M (Sun Medical)



Figura 9- Primer cerâmico Z-Prime Plus (Bisco)



Figura 10- Cimento resino autoadesivo RelyX U100 (3M ESPE)



Figura 11- Cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite (Kerr)



Figura 12- Cimento resinoso convencional dual RelyX ARC (3M ESPE)

4.3 DELIMITAÇÃO DA ÁREA ADESIVA

Com o auxílio de um perfurador de lençol de borracha, um orifício com área de $0,8 \text{ mm}^2$ foi realizado em uma fita isolante. Em seguida, a fita foi posicionada sobre a superfície tratada das pastilhas cerâmicas, já incluídas em resina acrílica, delimitando a área adesiva no processo de cimentação (figura 13).

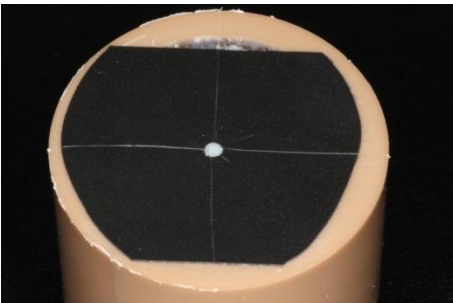


Figura 13- Delimitação da área adesiva

Grupo	Primer cerâmico	Agente Cimentante
G1	Nenhum	RelyX U100 (3M ESPE)
G2	Nenhum	MaxCem (Kerr)
G3	Nenhum	RelyX ARC (3M ESPE)
G4	Porcelain Liner M (Sun Medical)	RelyX U100 (3M ESPE)
G5	Porcelain Liner M (Sun Medical)	MaxCem (Kerr)
G6	Porcelain Liner M (Sun Medical)	RelyX ARC (3M ESPE)
G7	Z Prime Plus (Bisco)	RelyX U100 (3M ESPE)
G8	Z Prime Plus (Bisco)	MaxCem (Kerr)
G9	Z Prime Plus (Bisco)	Rely X ARC (3M ESPE)

Tabela 2- Formação dos grupos experimentais

4.4 OBTENÇÃO DOS CILINDROS DE RESINA COMPOSTA

Dispositivos metálicos com diâmetro de $0,8\text{mm}^2$ foram moldados com silicone de adição (Virtual, Ivoclar) e, após a presa, o molde (figura 14) recebeu cortes com uma espessura de 1mm. Sobre uma placa de vidro foi disposta uma tira de poliéster e o molde com os orifícios; uma resina composta nanohíbrida foi inserida com uma espátula de resina nos orifícios.

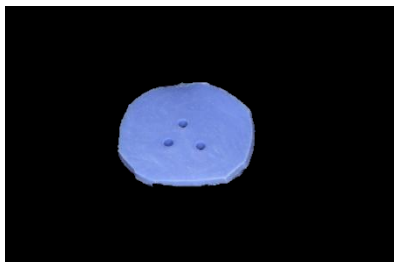


Figura 14- Matriz de silicone de adição (Virtual, Ivoclar Vivadent)

Sob o mesmo, uma tira de poliéster foi posicionada e realizou-se a fotoativação durante 40 segundos, com um fotopolimerizador calibrado com 600 mW/cm^2 . Logo após, os cilindros foram jateados e silanizados (Monobond-S, Ivoclar) (figura 15 e 16).

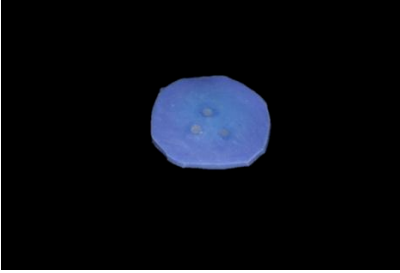


Figura 15- Pinos de resina composta fotoativados, após jateamento e silanização

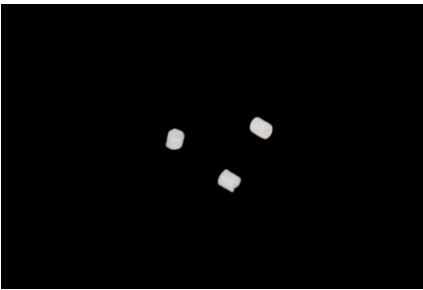


Figura 16- Pinos de resina composta prontos para cimentação

4.5 CIMENTAÇÃO

Com a cerâmica posicionada, o cimento resinoso foi inserido sobre a área delimitada (figura 17) e os cilindros de resina composta foram cimentados manualmente com uma pinça (figura 18), seguindo os protocolos abaixo:

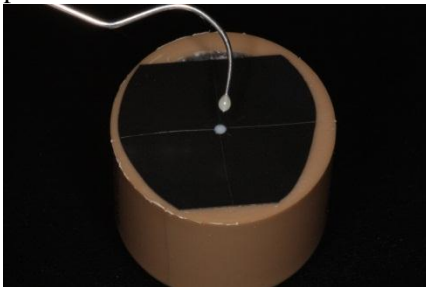


Figura 17- Cimento resinoso inserido sobre a área delimitada com o auxílio de uma sonda exploradora

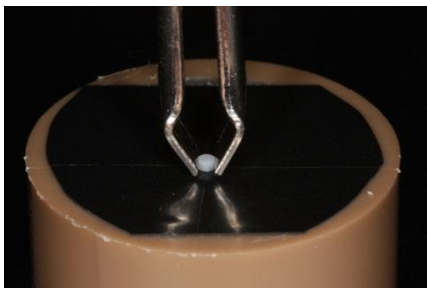


Figura 18- Cimentação dos pinos de resina composta, manualmente, utilizando uma pinça

✚ GRUPO 1 (CONTROLE)

O cimento resinoso RelyX U100 foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

✚ GRUPO 2

O cimento resinoso MaxCem foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

✚ GRUPO 3

O cimento resinoso RelyX ARC foi manipulado durante 10 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

✚ GRUPO 4

O primer cerâmico Porcelain Liner M foi aplicado utilizando-se uma camada com um pincel descartável e seco, com ar quente de 80-120° por 2-3 minutos. O cimento resinoso RelyX U100 foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

✚ GRUPO 5

O primer cerâmico Porcelain Liner M foi aplicado utilizando-se uma camada com um pincel descartável e seco, com ar quente de 80-120° por 2-3 minutos. O cimento resinoso MaxCem foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com

uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

GRUPO 6

O primer cerâmico Porcelain Liner M foi aplicado utilizando-se uma camada com um pincel descartável e seco, com ar quente de 80-120° por 2-3 minutos. O cimento resinoso RelyX ARC foi manipulado durante 10 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

GRUPO 7

O primer cerâmico Z-Prime Plus foi aplicado utilizando-se duas camadas sobre a superfície da cerâmica, com um pincel descartável e seco, com jato de ar por 10 segundos. O cimento resinoso RelyX U100 foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

GRUPO 8

O primer cerâmico Z-Prime Plus foi aplicado utilizando-se duas camadas sobre a superfície da cerâmica, com um pincel descartável e seco, com jato de ar por 10 segundos. O cimento resinoso MaxCem foi manipulado durante 20 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

GRUPO 9

O primer cerâmico Z-Prime Plus foi aplicado utilizando-se duas camadas sobre a superfície da cerâmica com um pincel descartável e seco, com jato de ar por 10 segundos. O cimento resinoso RelyX ARC foi manipulado durante 10 segundos com uma espátula e aplicado na superfície da cerâmica, com uma sonda exploradora. A fotoativação foi realizada durante 40 segundos.

Os excessos de cimento resinoso foram removidos com um pincel descartável (figura 19) e a fotoativação foi realizada durante 20 segundos em cada face do corpo de prova (Figura 20).



Figura 19- Remoção dos excessos de cimento resinoso com um pincel descartável



Figura 20- Fotoativação do cimento resinoso

4.6 ARMAZENAMENTO DOS ESPÉCIMES APÓS A CIMENTAÇÃO

Todos os grupos foram armazenados em água destilada, durante 24 horas, em uma temperatura de 37° C, em frascos hermeticamente fechados. Após o período de armazenamento, as amostras foram preparadas para o teste de microcislhamento.

4.7 TESTE DE MICROCISALHAMENTO

Todos os espécimes ficaram armazenados, previamente à realização dos testes, por 24h, em água destilada a 37°C. Na sequência, os corpos-de-prova (figura 21 e 22) foram submetidos ao ensaio mecânico de resistência ao microcislhamento, empregando-se uma máquina de Ensaio Universal - Instron (modelo 4444, Instron Corp. Canton, Mass. EUA), com uma velocidade de cruzeta de 0,5 mm/min, utilizando uma lâmina paralela à superfície cerâmica.



Figura 21- Delimitação adesiva removida, visualizando o corpo de prova cimentado, sem excessos marginais



Figura 22- Vista lateral do corpo de prova

Esta lâmina apresentava uma forma cônica que se encaixava na interface cerâmica/cimento resinoso, contornando o corpo-de-prova (figura 23 e 24). No momento do teste de microcisalhamento, uma força compressiva foi executada até a quebra ou o deslocamento do cimento resinoso aderido ao corpo-de-prova. A carga em Quilograma-Newton (KN), indicada no momento de falha, foi transformada em Newtons e utilizada para calcular a resistência, através da divisão deste valor pela área da superfície de teste. Os valores resultantes foram expressos em MPa.

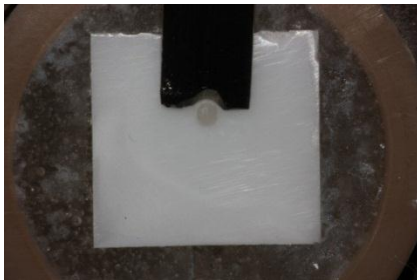


Figura 23- Realização do teste de microcisalhamento vista frontal



Figura 24- Realização do teste de microcisalhamento vista lateral

4.8 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA

Foi realizada com a utilização de um microscópio ótico, com um aumento de 40X. A parte analisada foi a superfície cerâmica, e os cilindros de resina composta fixados em molde de resina acrílica. As falhas foram analisadas como: 1) Adesiva, 2) Coesiva e 3) Mista.

4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para a estatística descritiva, foram utilizados a média aritmética (\bar{x}), o desvio-padrão (s) e os valores mínimos e máximos. Para observar as diferenças de resistência adesiva entre os grupos, foram conduzidas análises de variância (ANOVA) one-way. Para isso, inicialmente foram testadas a normalidade dos resíduos e a homogeneidade das variâncias, por meio da visualização de histogramas e do teste de Levene, respectivamente. O pressuposto de normalidade dos resíduos foi atendido em todos os casos. Porém, não foi observada homogeneidade das variâncias na análise com todos os grupos,

simultaneamente, e na que considerou somente os grupos tratados com RelyX ARC. Nestes casos, a correção de Welch foi aplicada à ANOVA. Como testes *post hoc*, utilizaram-se: o teste Dunnett T3, para a comparação da resistência do grupo tratado com RelyX U100 contra os demais; o teste de Ryan-Einot-Gabriel-Welsch (REGW-Q), para comparar os três subgrupos tratados com RelyX U100 e os três tratados com MaxCem, separadamente; e o teste de Games-Howell, para comparar os três subgrupos tratados com RelyX ARC.

O nível de significância adotado nas análises foi de 5% ($p \leq 0,05$). Os dados foram analisados com o uso do pacote estatístico SPSS, versão 15.0 para Windows (SPSS Incorporation, EUA).

5 RESULTADOS

Nove grupos formados a partir da combinação de três agentes cimentantes e dois primers cerâmicos foram comparados quanto à sua resistência ao microcisalhamento. Os dados descritivos de resistência estão apresentados na Tabela 1. Observaram-se diferenças estatisticamente importantes ($p < 0,001$) ao comparar a resistência dos espécimes de referência, tratados somente com RelyX U100, contra os demais grupos, exceto para os grupos tratados com: RelyX U100 + Porcelain Liner M ($p = 0,04$), MaxCem + Z-Prime Plus ($p = 0,91$) e RelyX ARC + Z-Prime Plus ($p = 1,00$). Nas comparações em que foram observadas diferenças, a média dos valores de resistência do grupo tratado somente com RelyX U100 foi superior às observadas nos demais, exceto no que foi tratado com RelyX U100 + Z-Prime Plus.

Ao comparar os subgrupos em que foi aplicado o mesmo agente cimentante, observa-se que a utilização do primer cerâmico Z-Prime Plus eleva os valores de resistência, independentemente do agente cimentante utilizado (Tabela 3 e Gráfico 1).

As falhas observadas foram predominantemente adesivas (100%).

Tabela 3- Descrição e comparação da resistência ao microcisalhamento, de acordo com a composição do material utilizado

Composição do material	Resistência (MPa)			p*	p†
	mín	máx	\bar{x} (s)		
RelyX U100	4,98	9,36	6,17 (1,38) ^a		
RelyX U100 + Porcelain Liner M	0,80	6,17	3,93 (1,57) ^b	<0,001	0,04
RelyX U100 + Z-Prime Plus	7,56	12,34	9,59 (1,59) ^c		<0,001
MaxCem	1,00	4,38	2,32 (1,02) ^a		<0,001
MaxCem + Porcelain Liner M	0,00	3,78	2,11 (1,26) ^a	<0,001	<0,001
MaxCem + Z-Prime Plus	3,98	6,37	5,36 (0,85) ^b		0,91
RelyX ARC	0,00	1,19	0,43 (0,43) ^a		<0,001
RelyX ARC + Porcelain Liner M	1,19	5,37	2,94 (1,34) ^b	<0,001	<0,001
RelyX ARC + Z-Prime Plus	3,98	9,55	6,07 (1,89) ^c		1,00

n=12 em cada grupo.

* p-valor da ANOVA entre os grupos com o mesmo agente cimentante. Entre os grupos com o mesmo agente cimentante, médias com letras diferentes são estatisticamente diferentes entre si ($p \leq 0,05$).

† p-valor do teste *post hoc* Dunnett T3. Grupo de referência: RelyX U100. P-valor da ANOVA <0,001.

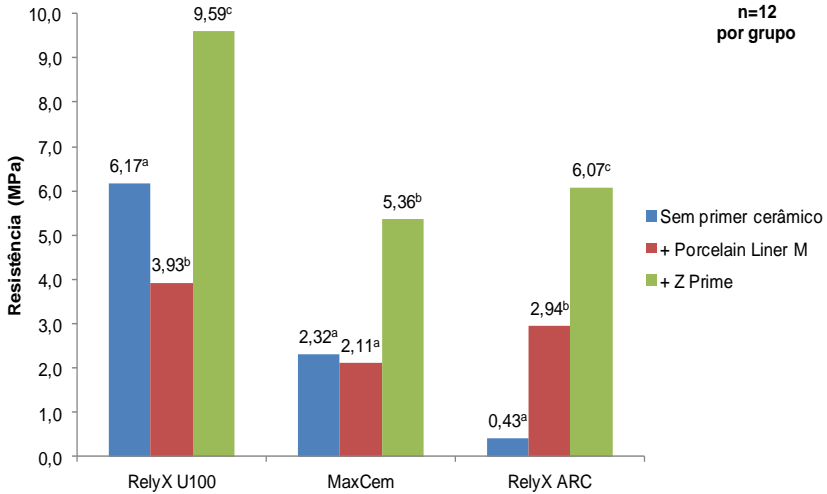


Gráfico 1. Resistência ao microcisalhamento, de acordo com o agente cimentante e o primer cerâmico. Entre os grupos com o mesmo agente cimentante, médias com letras diferentes são estatisticamente diferentes entre si ($p \leq 0,05$).

6 DISCUSSÃO

Para avaliar a resistência adesiva à cerâmica de zircônia, utilizou-se o teste de microcisalhamento. A característica principal deste teste é o tamanho reduzido do espécime quando comparado ao teste de cisalhamento. Dois estudos de PHRUKKANON *et al.* (1998a, 1998b) verificaram que quanto maior a área aderida ao substrato, menor é a resistência adesiva e mais complexas são as fraturas obtidas nos espécimes. Inúmeras vantagens são relatadas no teste de microcisalhamento, como no preparo de múltiplos espécimes em um mesmo corpo de prova e na utilização de materiais e substratos susceptíveis a efeitos negativos na preparação de espécimes como ionômero de vidro, esmalte e materiais friáveis (ARMSTRONG *et al.*, 2010). Embora inúmeros estudos utilizem o fio de aço (NAVES *et al.*, 2010; SHIMADA *et al.*, 2003, 2002; TOBA *et al.*, 2003) como dispositivo de cisalhamento e microcisalhamento, outros também utilizam uma lâmina de aço inoxidável (MAGNE *et al.*, 2010; SENSI *et al.*, 2005; SHINOHARA *et al.*, 2005; TORRES *et al.*, 2009), não havendo diferenças entre os resultados obtidos (TORRES *et al.*, 2009). Segundo SHIMAOKA *et al.* (2011), a delimitação da área adesiva, no ensaio de microcisalhamento, é fundamental, pois os valores de resistência adesiva diminuem quando comparados ao ensaio sem a delimitação; também diminui a incidência de fraturas coesivas, aumentando as falhas adesivas. Em contrapartida, DELLA BONA e VAN NOORT (1995), através da análise de elementos finitos, demonstraram que a força adesiva, no teste de resistência ao cisalhamento, é indicada pela resistência coesiva do material de base e não pela interface adesiva, concluindo que o teste não seria adequado para verificar a qualidade da resistência adesiva entre compósito e cerâmica.

Cerâmicas com alto conteúdo cristalino (Y-TZP) necessitam de uma ativação de superfície alternativa ao ácido fluorídrico (DELLA BONA, 2009). Resultados positivos foram encontrados quando se utilizou a silicatização, a silanização (CASTRO, 2010) e o jateamento com óxido de alumínio (BLATZ *et al.*, 2004; DELLA BONA, 2009). Todavia, KERN e WEGNER (1998) provaram que a silicatização não promove uma resistência adesiva duradoura às cerâmicas. Mesmo com o tratamento triboquímico, as cerâmicas de zircônia permanecem pobres em sílica aderida à sua superfície e as ligações siloxanas (Zr-O-Si) são sensíveis à degradação hidrolítica, afetando a estabilidade da interface adesiva (MAGNE *et al.*, 2010).

Após a sinterização das pastilhas cerâmicas, um jateamento com óxido de alumínio de 50 μ m, durante 10 segundos, foi realizado para a padronização do tratamento de superfície dos grupos. GUZZATO et al. (2005) observaram que o jateamento com óxido de alumínio aumenta a resistência flexural das cerâmicas de zircônia (1540 MPa), pois ocorre um aumento significativo da fase monoclínica, cerca de 9,5%, criando uma camada de estresse compressivo, que neutraliza a degradação da resistência de superfície causada pelas falhas induzidas pelo jateamento. Corroboram com os resultados KOSMAC et al. (1999), KOSMAC et al. (2000), MICHIDA et al. (2010) e KARAKOCA e YILMAZ (2009). No entanto, ZHANG et al. (2004) relataram que o jateamento com óxido de alumínio causa severos danos, de até 4 μ m abaixo da superfície, além da diminuição de 30% da resistência à fadiga cíclica. Assim, para que não ocorra interferência nos resultados adesivos, no presente estudo a padronização do tamanho das partículas de óxido de alumínio (50 μ m), tempo (10 s) e distância (10 mm) foram padronizados, para manter a uniformidade de rugosidade superficial entre as superfícies cerâmicas.

Cimentos resinosos convencionais à base de BisGMA não conseguem estabelecer uma união adesiva efetiva com as cerâmicas. Isso pôde ser comprovado, no presente estudo, pelo grupo G3, que atingiu valores adesivos médios de 0,43 MPa. Resultados similares foram encontrados por KERN e WEGNER (1998) através do teste de tração, no qual utilizaram um cimento resinoso à base de BisGMA, diretamente sobre uma cerâmica somente jateada (grupo JAT), e somente silanizada (grupo SIL), demonstrando baixos valores adesivos imediatos e falhas adesivas pré-teste, em todos os corpos de prova, após a termociclagem. Entretanto, a utilização de um cimento convencional (RelyX ARC), na presente metodologia, teve como objetivo demonstrar a efetividade da adesão química dos primers cerâmicos à Y-TZP. Os grupos que utilizaram o RelyX ARC foram diferentes estatisticamente: G3- 0,43^a MPa, G6- 2,94^b MPa e G9- 6,07^c MPa. Corroborando com os resultados encontrados, MAGNE et al. (2010), através do cisalhamento, elevaram os valores adesivos de uma cerâmica à base de zircônia, de 5,95 MPa (somente cimento resinoso) para 26,68 MPa (cimento resinoso + primer cerâmico). O melhoramento dos valores adesivos pela utilização de primers cerâmicos (contendo monômeros organofosforados e monômeros de ácido carboxílico) é justificado pelo poder de copolimerização dos monômeros organofosforados, que possuem uma parte organofuncional, com os monômeros dos cimentos resinosos. Em conjunto, os monômeros fosfatados contidos nos primers possuem

grupamentos de ácido fosfórico que se ligam aos óxidos metálicos do substrato cerâmico, agindo como os silanos, que são bifuncionais (CAVALCANTI *et al.*, 2009; MAGNE *et al.*, 2010; YAMADA *et al.*, 2007; YUN *et al.*, 2010).

Através do mesmo princípio, os cimentos resinosos autoadesivos possuem monômeros fosfatados em sua formulação, a fim de simplificar o processo de cimentação, eliminando o processo de tratamento do substrato dental e dos materiais restauradores (ZHANG; DEGRANGE, 2010a). A utilização do cimento autoadesivo RelyX U100 (6,17 MPa) e do MaxCem Elite (2,32 MPa) mostrou valores superiores ao cimento convencional RelyX ARC (0,43 MPa), comprovando a interação dos monômeros fosfatados contidos nos cimentos autoadesivos com o substrato cerâmico. Resultados semelhantes foram encontrados em outro estudo, realizado por PIWOWARCZYK *et al.* (2004), avaliando a resistência adesiva a uma cerâmica com alto conteúdo de óxido de alumínio, utilizando um cimento autoadesivo (RelyX Unicem) e convencional (RelyX ARC), após um período de 14 dias, seguido de termociclagem. Apenas o cimento autoadesivo conseguiu manter altos valores adesivos após o período de armazenamento. Contrariando os resultados, ATTIA (2011), através da microtração, realizou diferentes tipos de tratamentos de superfície (jateamento, silicatização e silicatização + silanização) em uma cerâmica de zircônia, obtendo resultados semelhantes entre um cimento resinoso convencional (Multilink Automix) e um cimento resinoso autoadesivo (RelyX Unicem): jateamento- 18,7 MPa e 19,1 MPa, silicatização- 20,4 MPa e 21,6 MPa e silicatização + silanização- 31,8 MPa e 28,6 MPa (respectivamente).

Entretanto, a interação entre cimento resinoso autoadesivo e convencional, associados aos primers cerâmicos, mostram resultados promissores, aliando a adesão micromecânica com adesão química. A utilização do Z-Prime Plus elevou todos os valores de resistência adesiva, independente do cimento utilizado. O grupo G1 (controle) obteve valores de resistência adesiva de 6,17 Mpa; no entanto, quando se utilizou a associação do Z-Prime Plus com o RelyX U100 (grupo G7), os valores de união aumentaram para 9,59 Mpa, diferença estatisticamente significativa. O mesmo ocorreu entre os grupos G3 (0,43MPa), quando comparado ao grupo G9 (6,07 MPa), e entre os grupos G2 (2,32 MPa), em relação ao G8 (5,36 MPa). Corroborando com isso (BLATZ *et al.*, 2004; DELLA BONA, 2009; MAGNE *et al.*, 2010; OZCAN *et al.*, 2011; SOUZA, DE *et al.*, 2010; YAMADA *et al.*, 2007; YUN *et al.*, 2010) encontraram resultados semelhantes, nos quais

os valores de resistência adesiva aumentaram significativamente quando se utilizou a associação dos primers cerâmicos aos cimentos resinosos.

Contudo, a utilização do Porcelain Liner M com os cimentos resinosos não obteve uma melhor efetividade adesiva à cerâmica de zircônia. Se compararmos o grupo G1 (controle) com o grupo G4, os valores de resistência adesiva diminuíram de 6,17 MPa para 3,93 MPa (respectivamente), e os grupos G2 e G5 mantiveram os valores adesivos estatisticamente semelhantes (2,32 MPa e 2,11 MPa). Nenhum relato foi encontrado na literatura explicando o decréscimo dos valores adesivos no presente estudo, resultante de uma interação química com os monômeros fosfatados do cimento RelyX U100 ou do monômero GPDM, encontrado no cimento MaxCem Elite com o 4-META, contido no primer cerâmico Porcelain Liner M. Sugerem-se estudos adicionais a fim de esclarecer os resultados encontrados.

Com base nos resultados obtidos e nas limitações inerentes da metodologia, a utilização dos primers cerâmicos possibilitou um aumento na adesão da cerâmica à base de zircônia estabilizada por ítrio. No entanto, outros estudos laboratoriais são necessários, comparando a resistência imediata e em longo prazo, para se padronizar um correto protocolo de cimentação.

7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos e nas limitações da metodologia pode-se concluir que:

- ✚ Após 24 horas de armazenamento, o cimento resinoso autoadesivo, contendo monômeros fosfatados (RelyX U100), demonstrou valores de resistência adesiva mais elevados quando comparado ao cimento autoadesivo, contendo GPDM (MaxCem Elite) e ao cimento convencional (RelyX ARC), rejeitando a primeira hipótese.
- ✚ A utilização do primer cerâmico Z-Prime Plus elevou todos os valores de resistência adesiva dos três cimentos resinosos, rejeitando a segunda hipótese.
- ✚ O primer cerâmico Z-Prime Plus teve melhor desempenho que o primer Porcelain Liner M, rejeitando a terceira hipótese.

8 REFERÊNCIAS

ABOUSHELIB, M. N. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 13, n. 3, p. 255-260, Jun 2011.

ABOUSHELIB, M. N.; MATINLINNA, JUKKA P; SALAMEH, Z.; OUNSI, H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. **Dental Materials**, v. 24, n. 9, p. 1268-1272, Sep 2008.

ABOUSHELIB, M. N.; MIRMOHAMADI, H.; MATINLINNA, JUKKA P; *et al.* Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. **Dental Materials**, v. 25, n. 8, p. 989-993, Aug 2009.

ARMSTRONG, S.; GERALDELI, S.; MAIA, R. *et al.* Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. **Dental Materials**, v. 26, n. 2, p. e50-62, Feb 2010.

ATSU, S. S.; KILICARSLAN, M. A.; KUCUKESMEN, H. C.; AKA, P. S. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 95, n. 6, p. 430-436, Jun 2006.

ATTIA, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. **Journal of Applied Oral Science: Revista FOB**, v. 19, n. 4, p. 388-395, Aug 2011.

ATTIA, A.; LEHMANN, F.; KERN, MATTHIAS. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. **Dental Materials**, v. 27, n. 3, p. 207-213,

Mar 2011.

BARGHI, N.; CHUNG, K.; FARSHCHIAN, F.; BERRY, T. Effects of the solvents on bond strength of resin bonded porcelain. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 26, n. 11, p. 853-857, Nov 1999.

BLATZ, M. B.; SADAN, AVISHANI; KERN, MATTHIAS. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 3, p. 268-274, Mar 2003.

BLATZ, M. B.; SADAN, AVISHAI; MARTIN, J.; LANG, B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 91, n. 4, p. 356-362, Apr 2004.

CASTRO, H. L. **Avaliação de três cimentos resinosos na resistência de união entre dentina e uma cerâmica de zircônia estabilizada por ítria; Ceramic Treatment and Different Resin Cements on Bond Strength to Dentin.** [S.l.]: UNESP-Univ Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, 2010.

CATTANI, M.; SCHERRER, S. S.; RICHARD, J. *et al.* Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet™ Sand. **Dental Materials**, v. 26, n. 11, p. 1035-1042, Nov 2010.

CAVALCANTI, A. N.; FOXTON, RICHARD MARK; WATSON, T. F. *et al.* Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 3, p. 344-351, Jun 2009.

CHEN, J. H.; MATSUMURA, H; ATSUTA, M. Effect of

different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **Journal of Dentistry**, v. 26, n. 1, p. 53-58, Jan 1998.

DELLA BONA, A. **Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico**. 1. ed. [S.l.]: São Paulo: Artes Médicas, 2009. v. 1

DELLA BONA, A.; KELLY, J. R. The clinical success of all-ceramic restorations. **Journal of the American Dental Association (1939)**, v. 139 Suppl, p. 8S-13S, Sep 2008.

DELLA BONA, A.; NOORT, R VAN. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **Journal of Dental Research**, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, Sep 1995.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. **Dental Materials**, v. 20, n. 4, p. 338-344, May 2004.

DEVILLE, S.; CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. **Biomaterials**, v. 27, n. 10, p. 2186-2192, Apr 2006.

DIAS DE SOUZA, G. M.; THOMPSON, V. P.; BRAGA, R. R. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 105, n. 5, p. 296-303, May 2011.

EVANS, A. G. Perspective on the Development of High Toughness Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 73, n. 2, p. 187-206, 1990.

FILHO, A. M.; VIEIRA, L. C. C.; ARAÚJO, E.; MONTEIRO

JÚNIOR, S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **Journal of Prosthodontics**, v. 13, n. 1, p. 28-35, Mar 2004.

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; RINGER, S. P.; SWAIN, M. V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dental Materials**, v. 20, n. 5, p. 449-456, Jun 2004.

GUAZZATO, M.; QUACH, L.; ALBAKRY, M.; SWAIN, M. V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. **Journal of Dentistry**, v. 33, n. 1, p. 9-18, Jan 2005.

KARAKOCA, S.; YILMAZ, H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials**, v. 91, n. 2, p. 930-937, Nov 2009.

KELLY, J. R.; DENRY, I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. **Dental Materials**, v. 24, n. 3, p. 289-298, Mar 2008.

KERN, M; BARLOI, A.; YANG, B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. **Journal of Dental Research**, v. 88, n. 9, p. 817-822, Sep 2009.

KERN, M; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dental Materials**, v. 14, n. 1, p. 64-71, Jan 1998.

KITAYAMA, S.; NIKAIDO, T.; TAKAHASHI, R. *et al.* Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. **Dental Materials**, v. 26, n. 5, p. 426-432,

May 2010.

KOSMAC, T.; OBLAK, C.; JEVNIKAR, P.; FUNDUK, N.; MARION, L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dental Materials**, v. 15, n. 6, p. 426-433, Nov 1999.

KOSMAC, T.; OBLAK, C.; JEVNIKAR, P.; FUNDUK, N.; MARION, L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 53, n. 4, p. 304-313, 2000.

MAGNE, P.; PARANHOS, M. P. G.; BURNETT, L. H., Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. **Dental Materials**, v. 26, n. 4, p. 345-352, Apr 2010.

MATINLINNA, J P; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 34, n. 8, p. 622-630, Aug 2007.

MAY, L. G.; PASSOS, S. P.; CAPELLI, D. B. *et al.* Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials**, v. 95, n. 1, p. 69-74, Oct 2010.

MICHIDA, S. M. . **Influência do tratamento de superfície na resistência à flexão e na transformação de fase de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por óxido de ítrio (y-tzp)/; Influence of surface treatment on flexural strength and on phase transformation of yttrium stabilized policristaline tetragonal zirconia (Y-TZP)**. [S.l.]: UNESP-Univ Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, 2010.

MOON, J.-E.; KIM, S.-H.; LEE, J.-B.; HA, S.-R.; CHOI, Y.-S. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. **Dental Materials**, v. 27, n. 7, p. 651-663, Jul 2011.

NAVES, L. Z.; SOARES, CARLOS J; MORAES, R. R. *et al.* Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. **Operative Dentistry**, v. 35, n. 4, p. 420-427, Aug 2010.

VAN NOORT, R. **Introdução Aos Materiais Dentários**. 2. ed. [S.l.]: Porto Alegre: Artmed, 2004.

OZCAN, M.; CURA, C.; VALANDRO, L. F. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. **Odontology / the Society of the Nippon Dental University**, v. 99, n. 1, p. 62-67, Jan 2011.

PASSOS, S. P.; MAY, L. G.; BARCA, D. C. *et al.* Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. **Operative Dentistry**, v. 35, n. 6, p. 689-696, Dec 2010.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M F; TYAS, M. J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials**, v. 14, n. 2, p. 120-128, Mar 1998a.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M F; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dental Materials**, v. 14, n. 3, p. 212-221, Jun 1998b.

PIWOWARCZYK, A.; LAUER, H.-C.; SORENSEN, J. A. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 92, n. 3, p. 265-273, Sep 2004.

SENSI, L. G.; LOPES, G. C.; MONTEIRO, S., Jr; BARATIERI, L. N.; VIEIRA, L. C. C. Dentin bond strength of self-etching primers/adhesives. **Operative Dentistry**, v. 30, n. 1, p. 63-68, Feb 2005.

SHIMADA, Y.; IWAMOTO, N.; KAWASHIMA, M.; BURROW, MICHAEL F; TAGAMI, J. Shear bond strength of current adhesive systems to enamel, dentin and dentin-enamel junction region. **Operative Dentistry**, v. 28, n. 5, p. 585-590, Oct 2003.

SHIMADA, Y.; YAMAGUCHI, S.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dental Materials**, v. 18, n. 5, p. 380-388, Jul 2002.

SHIMAOKA, A. M.; ANDRADE, A. P. DE; CARDOSO, M. V.; CARVALHO, R. C. DE. The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 13, n. 4, p. 307-314, Aug 2011.

SHINOHARA, M. S.; PERIS, A. R.; PIMENTA, L. A. F.; AMBROSANO, G. M. B. Shear bond strength evaluation of composite resin on enamel and dentin after nonvital bleaching. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 17, n. 1, p. 22-29; discussion 29, 2005.

SOUZA, G. M. D. DE; SILVA, N. R. F. A.; PAULILLO, L. A. M. S. *et al.* Bond strength to high-crystalline content zirconia

after different surface treatments. **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials**, v. 93, n. 2, p. 318-323, May 2010.

TAKEUCHI, K.; FUJISHIMA, A.; MANABE, A. *et al.* Combination treatment of tribochemical treatment and phosphoric acid ester monomer of zirconia ceramics enhances the bonding durability of resin-based luting cements. **Dental Materials Journal**, v. 29, n. 3, p. 316-323, May 2010.

TOBA, S.; VEERAPRAVATI, W.; SHIMADA, Y.; NIKAIIDO, T.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strengths of adhesive resins to coronal dentin versus the floor of the pulp chamber. **American Journal of Dentistry**, v. 16 Spec No, p. 51A-56A, Sep 2003.

TORRES, S. M. P.; BORGES, G. A.; SPOHR, A. M. *et al.* The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 4, p. 399-407, Aug 2009.

YAMADA, K.; KOIZUMI, H.; KAWAMOTO, Y. *et al.* Effect of single-liquid priming agents on adhesive bonding to aluminum oxide of a methacrylic resin. **Dental Materials Journal**, v. 26, n. 5, p. 642-646, Sep 2007.

YUN, J.-YEON; HA, S.-RYONG; LEE, J.-BONG; KIM, S.-HUN. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. **Dental Materials**, v. 26, n. 7, p. 650-658, Jul 2010.

ZHANG, C.; DEGRANGE, M. Shear bond strengths of self-adhesive luting resins fixing dentine to different restorative materials. **Journal of Biomaterials Science. Polymer Edition**, v. 21, n. 5, p. 593-608, 2010a.

ZHANG, C.; DEGRANGE, M. Shear bond strengths of self-adhesive luting resins fixing dentine to different restorative materials. **Journal of Biomaterials Science. Polymer Edition**, v. 21, n. 5, p. 593-608, 2010b.

ZHANG, Y.; LAWN, B. R.; REKOW, E. D.; THOMPSON, V. P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials**, v. 71, n. 2, p. 381-386, 15 Nov 2004.

APÊNDICE A-**Grupo 1- RelyX U100**

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0035	3,50	6,967	A
2	0,80	0,5024	0,0028	2,80	5,573	A
3	0,80	0,5024	0,0025	2,50	4,976	A
4	0,80	0,5024	0,0025	2,50	4,976	A
5	0,80	0,5024	0,0026	2,60	5,175	A
6	0,80	0,5024	0,0031	3,10	6,170	A
7	0,80	0,5024	0,0041	4,10	8,161	A
8	0,80	0,5024	0,0027	2,70	5,374	A
9	0,80	0,5024	0,0026	2,60	5,175	A
10	0,80	0,5024	0,0047	4,70	9,355	A
11	0,80	0,5024	0,0028	2,80	5,573	A
12	0,80	0,5024	0,0033	3,30	6,568	A
Min	0,80	0,5024	0,0025	2,50	4,976	
Max	0,80	0,5024	0,0047	4,70	9,355	
Média	0,80	0,5024	0,0031	3,10	6,170	
DP	0,00	0,0000	0,0007	0,70	1,384	

Grupo 2- Maxcem Elite

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0008	0,80	1,592	A
2	0,80	0,5024	0,0022	2,20	4,379	A
3	0,80	0,5024	0,0015	1,50	2,986	A
4	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	A
5	0,80	0,5024	0,0005	0,50	0,995	A
6	0,80	0,5024	0,0010	1,00	1,990	A
7	0,80	0,5024	0,0013	1,30	2,588	A
8	0,80	0,5024	0,0016	1,60	3,185	A
9	0,80	0,5024	0,0008	0,80	1,592	A
10	0,80	0,5024	0,0015	1,50	2,986	A
11	0,80	0,5024	0,0015	1,50	2,986	A
12	0,80	0,5024	0,0007	0,70	1,393	A
Min	0,80	0,5024	0,0005	0,50	0,995	
Max	0,80	0,5024	0,0022	2,20	4,379	
Média	0,80	0,5024	0,0012	1,17	2,322	
DP	0,00	0,0000	0,0005	0,51	1,020	

Grupo 3- RelyX ARC

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	A
2	0,80	0,5024	0,0005	0,50	0,995	A
3	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	A
4	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	A
5	0,80	0,5024	0,0001	0,10	0,199	A
6	0,80	0,5024	0,0001	0,10	0,199	A
7	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	A
8	0,80	0,5024	0,0003	0,30	0,597	A
9	0,80	0,5024	0,0001	0,10	0,199	A
10	0,80	0,5024	0,0003	0,30	0,597	A
11	0,80	0,5024	0,0001	0,10	0,199	A
12	0,80	0,5024	0,0005	0,50	0,995	A
Min	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	
Max	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	
Média	0,80	0,5024	0,0002	0,22	0,431	
DP	0,00	0,0000	0,0002	0,22	0,431	

Grupo 4- RelyX U100 + Porcelain Liner M

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0024	2,40	4,777	A
2	0,80	0,5024	0,0022	2,20	4,379	A
3	0,80	0,5024	0,0016	1,60	3,185	A
4	0,80	0,5024	0,0023	2,30	4,578	A
5	0,80	0,5024	0,0015	1,50	2,986	A
6	0,80	0,5024	0,0026	2,60	5,175	A
7	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
8	0,80	0,5024	0,0007	0,70	1,393	A
9	0,80	0,5024	0,0024	2,40	4,777	A
10	0,80	0,5024	0,0031	3,10	6,170	A
11	0,80	0,5024	0,0004	0,40	0,796	A
12	0,80	0,5024	0,0024	2,40	4,777	A
Min	0,80	0,5024	0,0004	0,40	0,796	
Max	0,80	0,5024	0,0031	3,10	6,170	
Média	0,80	0,5024	0,0020	1,98	3,931	
DP	0,00	0,0000	0,0008	0,79	1,570	

Grupo 5- Maxcem Elite + Porcelain Liner M

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	A
2	0,80	0,5024	0,0010	1,00	1,990	A
3	0,80	0,5024	0,0017	1,70	3,384	A
4	0,80	0,5024	0,0005	0,50	0,995	A
5	0,80	0,5024	0,0016	1,60	3,185	A
6	0,80	0,5024	0,0019	1,90	3,782	A
7	0,80	0,5024	0,0002	0,20	0,398	A
8	0,80	0,5024	0,0008	0,80	1,592	A
9	0,80	0,5024	0,0019	1,90	3,782	A
10	0,80	0,5024	0,0011	1,10	2,189	A
11	0,80	0,5024	0,0009	0,90	1,791	A
12	0,80	0,5024	0,0011	1,10	2,189	A
Min	0,80	0,5024	0,0000	0,00	0,000	
Max	0,80	0,5024	0,0019	1,90	3,782	
Média	0,80	0,5024	0,0011	1,06	2,107	
DP	0,00	0,0000	0,0006	0,63	1,257	

Grupo 6- RelyX ARC + Porcelain Liner M

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0019	1,90	3,782	A
2	0,80	0,5024	0,0027	2,70	5,374	A
3	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	A
4	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	A
5	0,80	0,5024	0,0010	1,00	1,990	A
6	0,80	0,5024	0,0018	1,80	3,583	A
7	0,80	0,5024	0,0012	1,20	2,389	A
8	0,80	0,5024	0,0016	1,60	3,185	A
9	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
10	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
11	0,80	0,5024	0,0014	1,40	2,787	A
12	0,80	0,5024	0,0007	0,70	1,393	A
Min	0,80	0,5024	0,0006	0,60	1,194	
Max	0,80	0,5024	0,0027	2,70	5,374	
Média	0,80	0,5024	0,0015	1,48	2,936	
DP	0,00	0,0000	0,0007	0,68	1,345	

Grupo 7- RelyX U100 + Z Prime Plus

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0040	4,00	7,962	A
2	0,80	0,5024	0,0042	4,20	8,360	A
3	0,80	0,5024	0,0038	3,80	7,564	A
4	0,80	0,5024	0,0056	5,60	11,146	A
5	0,80	0,5024	0,0055	5,50	10,947	A
6	0,80	0,5024	0,0058	5,80	11,545	A
7	0,80	0,5024	0,0046	4,60	9,156	A
8	0,80	0,5024	0,0062	6,20	12,341	A
9	0,80	0,5024	0,0043	4,30	8,559	A
10	0,80	0,5024	0,0050	5,00	9,952	A
11	0,80	0,5024	0,0048	4,80	9,554	A
12	0,80	0,5024	0,0040	4,00	7,962	A
Min	0,80	0,5024	0,0038	3,80	7,564	
Max	0,80	0,5024	0,0062	6,20	12,341	
Média	0,80	0,5024	0,0048	4,82	9,753	
DP	0,00	0,0000	0,0008	0,80	1,594	

Grupo 8- Maxcem Elite + Z Prime Plus

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
2	0,80	0,5024	0,0032	3,20	6,369	A
3	0,80	0,5024	0,0032	3,20	6,369	A
4	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
5	0,80	0,5024	0,0020	2,00	3,981	A
6	0,80	0,5024	0,0026	2,60	5,175	A
7	0,80	0,5024	0,0028	2,80	5,573	A
8	0,80	0,5024	0,0026	2,60	5,175	A
9	0,80	0,5024	0,0028	2,80	5,573	A
10	0,80	0,5024	0,0030	3,00	5,971	A
11	0,80	0,5024	0,0028	2,80	5,573	A
12	0,80	0,5024	0,0031	3,10	6,170	A
Min	0,80	0,5024	0,0020	2,00	3,981	
Max	0,80	0,5024	0,0032	3,20	6,369	
Média	0,80	0,5024	0,0027	2,69	5,358	
DP	0,00	0,0000	0,0004	0,43	0,851	

Grupo 9- RelyX ARC + Z Prime Plus

Espécime	Diâmetro	Área (mm ²)	Carga (KN)	Carga (N)	Tensão (MPa)	Falha
1	0,80	0,5024	0,0034	3,40	6,768	A
2	0,80	0,5024	0,0048	4,80	9,554	A
3	0,80	0,5024	0,0043	4,30	8,559	A
4	0,80	0,5024	0,0025	2,50	4,976	A
5	0,80	0,5024	0,0030	3,00	5,971	A
6	0,80	0,5024	0,0041	4,10	8,161	A
7	0,80	0,5024	0,0034	3,40	6,768	A
8	0,80	0,5024	0,0020	2,00	3,981	A
9	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
10	0,80	0,5024	0,0021	2,10	4,180	A
11	0,80	0,5024	0,0024	2,40	4,777	A
12	0,80	0,5024	0,0025	2,50	4,976	A
Min	0,80	0,5024	0,0020	2,00	3,981	
Max	0,80	0,5024	0,0048	4,80	9,554	
Média	0,80	0,5024	0,0031	3,05	6,071	
DP	0,00	0,0000	0,0009	0,95	1,889	