



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
ODONTOLÓGICAS**



**COMPARAÇÃO DE DIFERENTES ENSAIOS
MECÂNICOS PARA AVALIAR A RESISTÊNCIA
ADESIVA A UMA CERÂMICA Y-TZP**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Aline Campos Otani

**Santa Maria, RS, Brasil
2012**

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES ENSAIOS MECÂNICOS PARA AVALIAR A RESISTÊNCIA ADESIVA A UMA CERÂMICA Y-TZP

Por

Aline Campos Otani

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Ciências Odontológicas, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS) como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências Odontológicas**, com ênfase em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Dr. Luiz Felipe Valandro
Co-orientador: Prof. Assoc. Dr. Paulo Francisco Cesar

Santa Maria, RS, Brasil
2012

**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências da Saúde
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
aprova a Dissertação de Mestrado

**COMPARAÇÃO DE DIFERENTES ENSAIOS MECÂNICOS PARA
AVALIAR A RESISTÊNCIA ADESIVA A UMA CERÂMICA Y-TZP**

elaborada por
Aline Campos Otani

como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Ciências Odontológicas, com ênfase em Prótese
Dentária

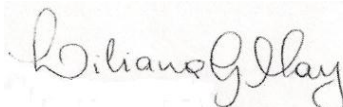
COMISSÃO EXAMINADORA:



Luiz Felipe Valandro, Dr.
(Presidente/Orientador)



Tatiana Pereira Cenci, Dr^a. (UFPeI)



Lillian Gressler May, Dr^a. (UFSM)

Santa Maria, 23 de março de 2012

Dedicatória

*Aos meus pais, **Claudio** e **Silja**, pelo amor, apoio e exemplo. Por estarem sempre ao meu lado, me dando conselhos nas horas de dúvida, me confortando nas horas de tristeza e vibrando nas horas de alegria. Por não medirem esforços para que eu alcançasse os meus objetivos e sonhos. Vocês são as pessoas que mais admiro em minha vida.*

*As minhas irmãs, **Nicole** e **Michele**, por sempre me apoiarem e me ouvirem. Obrigada pela amizade, companhia, pelas conversas, risadas, viagens, conselhos e passeios com a Nina. Sei que posso contar com vocês em todos os momentos de minha vida.*

*Ao meu namorado, **Eduardo**, pelo amor, incentivo constante e apoio incondicional. Por me ouvir e tornar meus momentos de lazer mais felizes. Estou feliz por você estar ao meu lado.*

AMO VOCÊS!

Agradecimientos

À Universidade Federal de Santa Maria por me proporcionar um estudo gratuito e de qualidade, tanto na graduação quanto na pós-graduação.

À CAPES pelo suporte financeiro durante o meu mestrado.

*Ao meu orientador, **Luiz Felipe Valandro**, que meu deu a oportunidade de fazer parte de seu grupo de estudo como mestranda. De confiar e acreditar que eu realizaria um trabalho de qualidade, apesar do pouco contato que tivemos durante a graduação e de me proporcionar um grande crescimento como pesquisadora.*

*À professora **Katia Braun**, pela amizade, carinho e todo ensinamento que me proporcionou em todos esses anos de convívio no PET, na graduação e pós-graduação. Ao professor **Henrique Hoffweg** pela amizade, conversas e todo ensino que me proporcionou em clínica, em seu consultório e na especialização. E a todos os demais professores da prótese, **Liliana Mayer**, **Letícia Jacques**, **Cláudio Figueiró**, **Afonso Burmann**, **Oswaldo Kaizer**, **Manuel Pimenta** e **Clarissa Krob**. Se hoje sou uma protesista é por mérito de todos vocês.*

*À comissão de professores responsáveis pela coordenação da PPGCO, **Roselaine Pozzobon**, **Luiz Felipe Valandro** e **Carlos Heitor Moreira**, pelo empenho e dedicação no crescimento de nosso programa.*

*Aos professores da pós-graduação, **Afonso Burmann**, **Alexandre Suzin**, **Beatriz Unfer**, **Bruno Silveira**, **Carlos Alexandre Bier**, **Carlos Heitor Moreira**, **Karla Kantorski**, **Luiz Felipe Valandro**, **Maria Teresa de Campos Velho**, **Oswaldo Kaizer**, **Rachel Rocha**, **Renésio Grehs**, **Roselaine Pozzobon**, **Tiago Ardenghi** e **Vilmar Ferrazzo**, por todos os ensinamentos para a construção da pesquisa.*

*À **Jéssica Dalcin da Silva** por todo seu carinho, dedicação, competência e agilidade no auxílio de qualquer problema e dúvida que pudesse surgir durante o mestrado.*

*Ao professor **Paulo Francisco César**, por sua atenção e total disponibilidade para ajudar em minha dissertação.*

*As minhas queridas amigas “fofoletes”, **Ana Carolina de Oliveira Ferreira**, **Débora Chiele Palma**, **Deise Osmari**, **Manuela Santini**, **Carine Pires** e **Gabrielle Ruat**,*

por estarem ao meu lado tanto nos momentos ruins como nos momentos de descontração, cuja amizade pretendo preservar por toda minha vida. Amo todas vocês.

Aos colegas de mestrado, **Bruna Buzatti, Cláudia Flores, Gisele Franciscatto, Hélen Oliveira, Juliana Broch, Lizandra Mozzaquatro, Maristela Lago, Regina Miranda, Renata Guedes, Rodrigo Ardais, Stefanie Werle, Tatiana Perrone, Victor Hugo Morari e Vinícius Wandscher** pelo convívio, troca de experiências e pelas divertidas horas de laboratório.

Aos colegas de grupo de estudo: **Andressa Venturini, Ariele Oliveira, Carolina Druck, Cerar Bergoli, Emília Prochnow, Fabiola Arrais, Gabriel Pereira, João Luiz Pozzobon, Manuela Santini, Mariane Konzen e Mateus Lançanova**, pela amizade, inúmeras discussões enriquecedoras e jantinhas; e em especial, **Marília Rippe e Marina Amaral**, que me ajudaram na estatística e sinterizando centenas de “cubinhos de cerâmica”, e ao **Vinícius Wandscher**, por todos esses anos de convívio e amizade na graduação, mestrado e especialização. Podemos dizer que trilhamos o mesmo caminho, nos graduamos e pós-graduamos juntos.

Aos amigos **Pedro Borsa, Sara Fraga e Carine Pires**, pela amizade e companhia na várias horas de laboratório.

À minha querida **Nina**, pela companhia e por fazer parte dessa etapa da minha vida.

E aos funcionários da recepção e vigilantes do CCSH, por nos receber na universidade mesmo aos domingos, feriados e madrugadas.

Obrigada a todos!

*"Para adquirir conhecimento, é preciso
estudar; mas para adquirir sabedoria, é
preciso observar"*

Marilyn Vos Savant

RESUMO

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas
Universidade Federal de Santa Maria

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES ENSAIOS MECÂNICOS PARA AVALIAR A RESISTÊNCIA ADESIVA A UMA CERÂMICA Y-TZP

AUTORA: ALINE CAMPOS OTANI

ORIENTADOR: LUIZ FELIPE VALANDRO

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 23 de março de 2012

Esse trabalho teve como objetivo avaliar a resistência adesiva, utilizando diferentes geometrias de teste, entre uma cerâmica policristalina tetragonal estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) e uma resina composta, em função de dois tipos de tratamentos de superfície. Trezentos e sessenta blocos de Y-TZP, receberam dois tratamentos de superfície (N=180): UT- controle (sem tratamento) e SS- silicatização + silanização. Espécimes de resina composta foram confeccionados para as diferentes geometrias e cimentados aos blocos de Y-TZP com cimento resinoso. Para cada tratamento de superfície, os espécimes foram distribuídos em 6 subgrupos (n=30) segundo os ensaios mecânicos: tração (TBS); microtração (μ TBS); cisalhamento (SBS); microcisalhamento (μ SBS); push-out (PSH) e micropush-out (μ PSH). Para análise dos dados, foi utilizados os parâmetros de Weibull, módulo de Weibull (m) e resistência característica (σ_0), para verificar a dispersão e magnitude dos dados de resistência, o teste One-way ANOVA para avaliar os resultados com distribuição normal e Mann-Whitney para os com distribuição não-normal. Tanto o tipo de tratamento de superfície quanto a área adesiva foram fatores significantes, apresentando diferença estatística entre os grupos ($p=0,00$). Independente do tipo de tratamento de superfície, os valores obtidos nos testes de microtração e microcisalhamento foram mais elevados que seus correspondentes “macro”, porém no push-out foram encontrados valores superiores nos testes “macro”. Os testes que apresentaram maiores valores de m e σ_0 , foram PSH, μ PSH, μ TBS e μ SHS. A silicatização + silanização aumentou significativamente a resistência adesiva. Os testes de push-out, micropush-out, microcisalhamento e microtração mostraram-se testes mais satisfatórios para avaliar resistência de união, apesar do teste de microtração ser inviável para Y-TZP não tratada, devido à impossibilidade de obtenção dos espécimes em forma de barra durante o corte.

Palavras-chave: Cerâmica, Y-TZP, Adesão, Teste mecânico.

ABSTRACT

Master Dissertation
MSD Program in Oral Science
Federal University of Santa Maria

COMPARISON OF DIFFERENTS MECHANICAL TESTS TO EVALUATE THE BOND STRENGTH TO A Y-TZP CERAMIC

Author: Aline Campos Otani

Tutor: Luiz Felipe Valandro

Date and Local: Santa Maria, March 23, 2012

This study aimed to evaluate the bond strength using different test types for bonding evaluation, between a yttrium tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP) ceramic and composite resin, considering two types of Y-TZP surface treatments. Three hundred and sixty Y-TZP blocks, received one of the two surface treatments (N= 180): UT- control (untreated) and SS- silica coating + silanization. Specimen of composite resin were made in different geometries and cemented with resin cement to Y-TZP blocks. The 180 specimens for each surface treatment were divided into six subgroups (n = 30) according to the configuration of bond test: tensile (TBS); microtensile (μ TBS); shear (SBS); microshear (μ SBS); push-out (PSH) and micropush-out (μ PSH). For data analysis were used Weibull parameters, Weibull modulus (m) and resistance characteristic (σ_0), to check the dispersion and magnitude of the resistance data, One-way ANOVA test to evaluate the results with normal distribution and Mann-Whitney for those with non-normal distribution. Both the surface treatment's type and specimen size showed a statistically significant difference between groups ($p = 0.00$). Independent of the type of surface treatment, microtensile test and microshear had higher values than their equivalent "macro" test. On contrary, push-out presented higher values in the "macro" tests. The tests that showed higher m and σ_0 , were: PSH, μ PSH, μ TBS and μ SBS. Silica coating + silanization significantly increased bond strength. Push-out, micropush-out, microshear and microtensile tests have proved to be more appropriate for evaluating bond strength, although the microtensile be inapplicable for Y-TZP untreated, due to the impossibility of obtaining the bar shaped specimens during cutting.

Keywords: Ceramics, Y-TZP, Adhesion, Mechanical test

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- Y-TZP – Zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítrio
- μ SBS – Microshear (Microcisalhamento)
- μ TSB – Microtensile (Microtração)
- TBS – Tensile (Tração)
- SBS – Shear (Cisalhamento)
- m – Módulo de Weibull
- σ_0 – Resistência característica
- AEF – Análise de Elementos Finitos
- MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura
- PMMA – Polimetilmetacrilato
- PTFE - Politetrafluoretileno
- Y_2O_3 – Óxido de ítrio
- TZP – Zircônia policristalina tetragonal
- M – Monoclínica
- C – Cúbica
- T - Tetragonal
- CAD/CAM - Computer Aided Design/ Computer-aided manufacturing
- cp – corpo de prova
- RU – Resistência de união
- $t \rightarrow m$ – Transformação da fase tetragonal em monoclínica

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - Testes, materiais, modo de falha e valor de resistência adesiva segundo cada autor.....	46
TABELA 2 - Grupos experimentais.....	61
TABELA 3 - Média e Desvio padrão dos resultados de resistência à fratura	80
TABELA 4 – Parâmetros de Weibull.....	81
TABELA 5 – Modo de falha de todos os grupos (%)......	81
TABELA 6 – Média da resistência adesiva de cada teste x modo de fratura	82

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – Matriz de polivilsiloxano.....	62
FIGURA 2 - Dispositivo de padronização do microjateamento.....	63
FIGURA 3 – (A) Conjunto resina composta + cimento + cerâmica; (B) Fixação do conjunto em uma placa de vidro; (C) Preenchimento com resina acrílica quimicamente ativa; (D) Remoção do cilindro de silicone.....	64
FIGURA 4 – Aplicação de polivinilsiloxano de consistência leve entre as fatias do teste de microtração.....	65
FIGURA 5 - Cilindro metálico para o teste de tração.....	66
FIGURA 6 - Bloco de Y-TZP embutido em resina acrílica.....	67
FIGURA 7 - Cimentação no teste de tração.....	68
FIGURA 8 – Dispositivo adaptado com duas juntas universais, superior e inferior para o teste de tração.....	69
FIGURA 9 – Cimentação no teste de microcisalhamento.....	70
FIGURA 10 – Corpo de prova do teste de cisalhamento.....	71
FIGURA 11 -. Dispositivo de fixação da caneta de alta rotação para perfuração dos blocos de Y-TZP nos testes de push-out e micropush-out.....	72
FIGURA 12 – Marcação com grafite.....	73
FIGURA 13 – Desenho esquemático da área do push-out.....	74
FIGURA 14 – Gráfico das médias de resistência adesiva.....	80

LISTA DE ANEXO

ANEXO A – Tabela de resistência adesiva e número de barras obtidas e perdidas durante o corte no teste de microtração.....	98
---	----

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	17
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	23
2.1. Testes “Macro”	24
2.1.1. Teste de Cisalhamento.....	26
2.1.2. Teste de Tração.....	32
2.2. Testes “Micro”.....	35
2.2.1. Teste de Microcisalhamento.....	36
2.2.2. Teste de Microtração.....	37
2.3 Testes “Macro” x “Micro”	42
2.4 Teste de Push-out e Micropush-out.....	44
2.5 Zircônia Y-TZP.....	53
3. OBJETIVOS.....	56
4. HIPÓTESES.....	58
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	60
5.1. Delineamento experimental.....	61
5.2. Microtração.....	62
5.3. Tração.....	66
5.4. Microcisalhamento.....	69
5.5. Cisalhamento.....	70
5.6. Micropush-out.....	72
5.7. Push-out.....	75
5.8. Análise do modo de falha.....	75
5.9 Análise estatística.....	76
6. RESULTADOS	77
7. DISCUSSÃO.....	83
8. CONCLUSÃO.....	91
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	93
10. ANEXOS.....	99

Introdução

1. INTRODUÇÃO

Os testes de resistência de união tem sido tradicionalmente realizados na Odontologia como forma de avaliar a resistência adesiva entre diferentes substratos. Embora a validade dos testes de resistência de união para prever o desempenho clínico dos adesivos dentais seja questionável, pois não há uma relação de confiança entre os dados laboratoriais e o desempenho clínico (VAN NOORT et al, 1989; DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999), estes testes tem sido de grande valor para identificar as variáveis do substrato (ØILO, 1993; SHONO et al, 1997; SHONO et al, 1999), assim como para avaliar preliminarmente o potencial adesivo de novos produtos (ARMSTRONG et al, 2010).

Até metade dos anos noventa, os testes de tração e cisalhamento eram realizados exclusivamente em corpos de prova com interface de união relativamente extensa, normalmente de 3-6 mm de diâmetro e 2-5 mm de altura (aproximadamente 7-28 mm²), classificados como testes “macro” (BRAGA et al, 2010). Embora ainda amplamente utilizados (BRAGA et al, 2010), estes testes passaram a ser questionados, devido a sua heterogeneidade de distribuição de tensões na interface adesiva, avaliados através da Análise de Elementos Finitos (AEF) e das constantes falhas coesivas dos espécimes. (VAN NOORT et al, 1989; DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; PASHLEY et al, 1995; BRAGA et al, 2010).

A distribuição heterogênea dos testes “macro” gera alta concentração de tensões em regiões restritas, fazendo com que a fratura seja iniciada a partir de defeitos pré-existent de difícil localização, que subsequentemente se propagaria para a interface adesiva (VAN NOORT et al, 1989; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995). Isso impede uma avaliação mais precisa da resistência de união substrato/aderente, já que a falha coesiva não é representativa da verdadeira resistência adesiva interfacial (SANO et al, 1994; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999). A popularidade destes testes convencionais é justificada pelo fato de que são de fácil realização e requerem o mínimo de equipamentos

e preparação dos corpos de prova (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; BRAGA et al, 2010).

Assim, a necessidade de novos métodos para superar as limitações dos testes “macro” levou ao uso de corpos de prova com áreas de união reduzidas, abaixo de 2 mm², denominados de microtração e microcisalhamento (SANO et al, 1994; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a; SCHREINER et al, 1998; MCDONOUGH et al, 2002). A partir do desenvolvimento desses dois testes, a relação entre área de união e valor de resistência passou a receber uma maior atenção, já que o valor de resistência à tração aumentou com a diminuição da interface adesiva, seguindo uma função logarítmica (SANO et al, 1994; SHONO et al, 1997; VALANDRO et al, 2008; BRAGA et al, 2010; SHERRER; CESAR; SWAIN, 2010). Isso ocorre, pois segundo a Teoria de Defeito de Griffith (1921), quanto maior for a área de união, maior é a probabilidade de uma falha de tamanho crítico estar presente e, conseqüentemente, mais baixa é a resistência do corpo de prova.

Outro teste de resistência de união amplamente utilizado em várias áreas é o teste de push-out. Segundo Chandra e Ananth (1995) o teste de push-out é uma importante ferramenta experimental para caracterizar qualitativamente o comportamento de cisalhamento da interface de diferentes compósitos. Este consiste em empurrar um material para fora de uma base através da aplicação de forças compressivas. Segundo o trabalho de Goracci et al (2004), o teste de push-out proporciona resultados com pouca variabilidade e parece ser a técnica mais precisa e confiável em medir a união de pinos de fibra à dentina radicular. Na odontologia este tem sido amplamente utilizado para avaliar a resistência de união em retentores intrarradiculares (VALANDRO, 2007a; BERGOLI; AMARAL; VALANDRO, 2012; BERGOLI et al, 2012). Porém, não há na literatura trabalhos que tenham utilizado o teste de push-out ou micropush-out para avaliar resistência adesiva em cerâmica Y-TZP.

Levando em consideração o substrato a ser aderido, a cerâmica designada Y-TZP (*yttrium tetragonal zirconia polycrystals*) tem sido uma alternativa às demais cerâmicas devido a seus altos valores de resistência à fratura (900-1200 MPa) (PICONI; MACCAURO, 1999), tenacidade (5,53±0,78MN.m^{-3/2}) (TAIRA et al, 1990) e módulo Weibull ($m=18,4$), tornando-a um material mais confiável (TINSCHERT et al, 2001; MORAES et al, 2003).

Além disso, a zircônia pura tem as propriedades mais favoráveis entre as chamadas *high-strength ceramics*, sendo seu valor de resistência à fratura praticamente duas vezes maior do que os materiais a base de alumina (TINSCHERT et al, 2000; MORAES et al, 2003). Portanto, devido à sua alta resistência, ela tem sido apontada como a principal alternativa para substituir o metal na confecção de infraestruturas para próteses parciais fixas (GUAZZATO et al, 2004; ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008).

Porém, em termos de adesão, esse tipo de zircônia não é suscetível ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico, o que dificulta sua adesão a materiais resinosos (DÉRAND; DÉRAND, 2000; ÖZCAN; KERKDIJH; VALANDRO, 2007; MAIR; PADIVATVUTHIKUL, 2010; MAY et al 2010; PASSOS et al, 2010). Como forma de solucionar esse problema, diversas técnicas para deposição de sílica na superfície de adesão tem sido sugeridas, como o jateamento com partículas contendo óxido de silício seguido de aplicação de *primers* a base de silano (sistema Rocatec e CoJet) (MATINLINNA et al, 2006; MAIR; PADIVATVUTHIKUL, 2010; MAY et al, 2010; PASSOS et al, 2010). A pressão do jateamento gera impacto das partículas e a deposição de um filme de óxido de silício na superfície da cerâmica, proporcionando uma superfície quimicamente mais reativa ao silano e modificada micromorfológicamente para união micromecânica (ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008; MAY et al., 2010; PASSOS et al. 2010).

Torna-se difícil empregar testes de resistência adesiva às cerâmicas a base de Y-TZP, já que esse material além de altamente resistente, apresenta uma baixa adesão a materiais resinosos (ÖZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008; MAY et al, 2010; PASSOS et al, 2010; ÖZCAN; CURA; VALANDRO, 2011). Além disso, a viabilidade da produção de corpos de prova em forma de barras para o teste de microtração pode ser, de certa forma, dependente do tipo de substrato que deverá ser seccionado.

O que foi exposto anteriormente já está bem consolidado na literatura em relação à resina composta e estruturas dentárias, porém até o presente momento ainda não foram realizados estudos para avaliação e comparação dos diferentes testes para resistência de união à Y-TZP. A maioria dos trabalhos encontrados utiliza testes de adesão “macro”, como tração e cisalhamento, enquanto os testes “micro”, como o microcisalhamento e a

microtração, são bastante escassos. Principalmente a microtração, consiste em um método meticuloso, que requer tempo e empenho, especialmente durante o preparo e corte dos espécimes (ABOUSHLIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2007). Pois, são de difícil execução, devido a alta resistência da Y-TZP e a alta tensão durante o corte em forma de barra. Mesmo havendo estudos a respeito da adesão à Y-TZP, nenhuma investigação considerou a questão de pesquisa relacionada a possível influência dos testes mecânicos na resistência adesiva a esse substrato.

Portanto, os valores de resistência de união nominal (carga dividida pela área de união), modo de falha e distribuição de tensões são dependentes entre si, assim como defeitos pré-existentes, tamanho do espécime, geometria, propriedades do material, método e tipo de dispositivo de aplicação de carga (VAN NOORT et al, 1989; Øilo, 1993; DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; PECORA et al, 2002; ARMSTRONG et al, 2010; SHERRER; CESAR; SWAIN, 2010). Assim, o valor de resistência de união não é suficiente para indicar as condições de adesão entre substrato e aderente, uma vez que a resistência depende das condições locais descritas acima (VAN NOORT et al, 1989; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999).

Como existem inúmeras variáveis que podem influenciar os resultados dos testes de resistência de união e como cada um desses testes apresentam vantagens e limitações, essas questões devem ser entendidas para que os testes sejam selecionados, conduzidos e interpretados, não somente pelos resultados de resistência de união nominal, mas também pela análise do modo de falha, que pode expressar a verdadeira união ou falsas interpretações, dependendo da região de falha (VAN NOORT et al, 1989; DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; PASHLEY et al, 1995; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; ARMSTRONG et al, 2010; SHERRER; CESAR; SWAIN, 2010).

Portanto, considerando o fato que a resistência de união do cimento resinoso à cerâmica Y-TZP pode ser modulada pela configuração do teste empregado, este trabalho teve como objetivo avaliar a influência da configuração de diferentes testes mecânicos na resistência adesiva entre uma cerâmica a base de zircônia (Y-TZP) e um cimento resinoso, considerando dois tipos de tratamentos de superfície, com e sem tratamento. O qual teve como

objetivo avaliar a sensibilidade dos testes, quando estes apresentavam alta ou baixa resistência adesiva.

Revisão Bibliográfica

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Testes “Macro”

Os testes de tração e cisalhamento são testes de fácil realização e requerem o mínimo de equipamentos e preparação dos corpos-de-prova (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; BRAGA et al, 2010).

Van Noort et al (1989) realizaram um estudo em que o propósito foi realizar uma análise crítica dos testes “macro” utilizando Análise de Elementos Finitos. Segundo os autores, existe uma ambiguidade na interpretação dos dados, pois procedimentos experimentais iguais resultam em valores pouco consistentes. Para isso, foram construídos virtualmente, blocos de 6 x 6 mm de resina composta unidos a uma superfície plana de dentina. Foram simulados tanto teste de tração quanto cisalhamento, utilizando corpos de prova de diferentes alturas (6; 5; 4; 3; 2; 1 e 0,5 mm de altura) e com força aplicada em diferentes distâncias da interface adesiva (0,1; 1; 2; 3; 4 e 5 mm). Verificou-se que a resistência de união tanto em tração quanto cisalhamento são altamente dependentes da geometria do teste e do material envolvido. Além disso, no teste de cisalhamento, a distribuição de tensão na interface adesiva não é uniforme e se apresenta mais acentuada nas margens, onde excede a tensão nominal de tração. Com o estudo, concluiu-se que a tensão é dependente da geometria, forma, tamanho e módulo de elasticidade.

Øilo (1993) fez uma revisão sobre importantes fatores relacionados aos testes de tração e cisalhamento que poderiam estar influenciando nos resultados entre pesquisas. Segundo o autor, três condições experimentais foram consideradas muito influentes na variabilidade dos resultados: tipo de teste, a qualidade do substrato dental e as condições de armazenagem. O teste de tração apresenta como problema principal manter o alinhamento das partes unidas durante o ensaio, enquanto o teste de cisalhamento foi tratado como crítico, pois com facilidade pode transformar a força de cisalhamento em momento de força. Sendo assim, o autor concluiu que as variações de

resistência obtidas entre os pesquisadores são muito grande e que uma padronização das condições experimentais são fundamentais para a interpretação e comparação dos estudos.

Sudsangiam e Van Noort (1999) discutiram sobre a utilidade dos ensaios mecânicos na obtenção de valores de resistência adesiva. Foram avaliadas as limitações dos testes de resistência de união da dentina, no contexto de conhecer melhor sobre os métodos utilizados. Com isso, concluíram que as técnicas utilizadas para avaliar resistência de união não são preditores confiáveis do desempenho clínico e que não há ainda metodologias que estabeleçam uma relação de confiança entre laboratório e clínica.

Embora ainda amplamente utilizados (BRAGA et al, 2010), os testes de tração e cisalhamento passaram a ser questionados após a Análise de Elementos Finitos (AEF), devido a sua heterogeneidade de distribuição de tensões na interface adesiva e das constantes falhas coesivas (VAN NOORT et al, 1989; DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; PASHLEY et al, 1995; BRAGA et al, 2010).

Della Bona e Van Noort (1995) questionaram a validade do teste de cisalhamento. Foram testadas três configurações da mesma interface adesiva, em termos de geometria e área de superfície para cisalhamento, e uma configuração para o teste de tração. Os grupos para o cisalhamento foram: "A" convencional (base cerâmica e cilindro de resina), "B" invertido (base resina e cilindro de cerâmica) e "C" todo de resina (base e cilindro de resina) e para o teste de tração foram confeccionados dois cilindros de cerâmica de mesma área, porém em um foi testado ácido hidrófluídrico (grupo 1) e o outro flúor fosfato acidulado (grupo 2), os quais foram tracionados. Para a confecção da configuração convencional foi confeccionado discos de cerâmica ($\varnothing=10$ mm e $h=3$ mm) e cilindros de resina ($\varnothing=3$ mm e $h=4$ mm). Para a configuração invertida foi confeccionado uma base de resina composta ($\varnothing=20$ mm) e cilindros de cerâmica ($\varnothing=3$ mm e $h=4$ mm). O mesmo foi feito para o espécime totalmente de resina composta. Para o teste de cisalhamento foi utilizado o dispositivo em forma de cinzel, o mais próximo possível da interface adesiva a uma velocidade de 0,5 mm/min. Para avaliar qualitativamente a distribuição de tensões foi utilizado AEF em duas dimensões. A resistência nominal de cisalhamento do grupo A foi significativamente diferente dos grupos B e C,

apresentando 50% das falhas coesivas em cerâmica, enquanto o grupo B e C apresentaram 80% e 100% das falhas coesivas em resina composta. Como esperado, o modo de tensão no teste de cisalhamento não é uniforme. Já no teste de tração as fraturas foram todas próximas ou na interface adesiva. Assim, o teste de cisalhamento, tem como característica inerente, a medição da resistência do material da base ao invés da resistência da interface adesiva. Já o teste de tração, invariavelmente, ocorre na interface de união. Portanto, segundo os autores, o teste de cisalhamento é inadequado para medir a qualidade da resistência de união entre cerâmica e resina composta, sendo o teste de tração o mais apropriado para avaliar a capacidade adesiva entre esses dois materiais.

Sendo assim, a não uniformidade na distribuição de tensão dos testes “macro”, cria locais de alta concentração fazendo com que a fratura seja iniciada a partir de defeitos pré-existentes de difícil localização que subsequentemente se propagariam para a interface adesiva, (VAN NOORT et al, 1991). Isso impediria uma avaliação mais precisa da resistência de união da interface, já que a falha coesiva não é representativa de uma situação clínica (SANO et al, 1994; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999).

2.1.1. Teste de Cisalhamento

Anusavice, DeHoff e Fairhurst (1980) compararam a distribuição de tensões no teste de cisalhamento utilizando AEF. Porém, neste foi realizado teste de resistência de união em 11 metalo-cerâmicas para avaliar a distribuição de tensão na interface adesiva de vários tipos de testes de cisalhamento como: teste de cisalhamento sob tração, sob compressão, em interface cônica, teste de tração/cisalhamento, teste de flexão de 3 pontos, flexão de 4 pontos, flexão de arco semi-circular e teste de cisalhamento paralelo. Segundo seu trabalho, a concentração de tensões esteve presente em todos os testes exceto no teste retangular paralelo de cisalhamento. E dos 11 testes, em 8 a tensão de tração excedeu a tensão de cisalhamento, fazendo

com que a falha ocorresse como consequência da tensão de tração, induzida pelo momento, e que esta foi superior a própria tensão de cisalhamento.

DeHoff, Anusavice e Wang (1995) através da AEF, avaliaram o teste de cisalhamento, a relação do módulo de elasticidade, espessura do agente adesivo e as condições de aplicação de carga na interface agente-dentina. Através de modelos virtuais, foram construídos corpos de prova de dentina ($\varnothing=6$ mm) aderidos a um cilindro de resina composta ($\varnothing=4$ mm). Foram simulados o teste de cisalhamento, com lâmina e wire-loop em 5 distâncias da interface de união: uma força concentrada próxima da interface, uma força concentrada a 0,5 mm da interface, forças distribuídas a 0,5 mm da interface; forças concentradas a 0,5 mm da interface simulando o dispositivo em forma de lâmina e forças distribuídas a 0,5 mm da interface simulando wire loop. Foi aplicado uma força de 200N, que produziu uma tensão média de aproximadamente 16 MPa. Segundo o trabalho, confirmou-se a presença de alta concentração de tensão próxima a aplicação de carga. A tensão vertical máxima de cisalhamento ocorreu aproximadamente 0,3 mm abaixo da carga e então decresceu nitidamente em todas as direções. Quando a força foi aplicada a uma distância de 0,5 mm da interface, o cisalhamento e a tensão máxima principal foram consideradas baixas. O dispositivo wire-loop apresentou a menor concentração de tensão. Porém, determinar a resistência de cisalhamento, dividindo a carga da falha pela área (resistência nominal), causa uma subestimação da verdadeira resistência da interface de união. Portanto, ainda não há evidências de que a resistência de união é relevante para o desempenho clínico. Conforme os autores, o teste de resistência de união ajudaria a entender melhor as condições de tensão que causam a falha, para então avaliar se esse estado de tensão também existe em uma situação clínica.

Rasmussen (1996) investigou a resistência de união do teste de cisalhamento usando um teste análogo. Foram construídos corpos de prova de diferentes designs: 1- quadrado (3,35 x 3,35 x 3,35 mm), 2- paralelepípedo (2,47 x 4,86 x 2,47 mm), 3- paralelepípedo (2,11 x 5,68 x 2,11 mm), 4- tronco-cônico com base menor na interface adesiva (2,07 x 3,91 x 3,96 mm) e 5- tronco-cônico com base maior na interface adesiva (3,96 x 3,91 x 2,07 mm). Todos foram testados ao cisalhamento e posteriormente as fraturas foram

examinadas em estereomicroscópio 10-40x de aumento. Segundo o trabalho, sugere-se que a falha adesiva da maioria dos testes de cisalhamento não ocorra como consequência da tensão de cisalhamento, mas como consequência da tensão de tração induzida pelo momento. A resistência a tração mostrou menor variação com a forma do espécime do que a resistência nominal de cisalhamento. Assim, segundo o autor, calcular a resistência de cisalhamento é inapropriado nesse teste, sugerindo-se que se meça a tensão inicial de falha e não a resistência nominal (carga dividida pela área de união). Portanto, se o autor assumir que a falha foi induzida pela tensão de cisalhamento, os resultados serão altamente dependentes da forma do espécime e do braço de momento, pois foi encontrado resultados que variaram de 4,7 a 25 MPa. Já se o autor assumir que a falha foi induzida pela tensão de tração, os resultados serão considerados menos dependentes da forma e do braço de momento, pois a variação dos resultados foram menores, de 20,9 a 35,5 MPa. Sendo assim, constatou-se que realmente a maioria das falhas no teste de cisalhamento é consequência da tensão de tração.

Pecora, Dennison e Herrero (2002) utilizaram dois tipos de dispositivos para avaliar a resistência ao cisalhamento de 3 sistemas adesivos de frasco único com seus equivalentes de vários frascos. Cento e vinte terceiros molares extraídos foram divididos em 12 grupos (n=10). Foram testados 6 sistemas adesivos: Optibond Solo Plus/ Optibond FL (Kerr); 3M Single Bond/ 3M MultiPurpose Plus (3M); Excite/ Syntac (Ivoclar); utilizando dois tipos de dispositivos de aplicação de carga: o restrito Ultradent e o cinzel. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união mais altos ocorreram quando estes foram testados com o dispositivo Ultradent, pois como ele envolve o espécime em 180°, ele distribui as forças de forma mais homogênea, semelhantemente ao Wire Loop.

Portanto, o teste de cisalhamento é considerado um método fácil para avaliar a performance de união entre materiais adesivos e cerâmicas reforçadas (PASHLEY et al, 1995; VALANDRO et al, 2007b), que tenham valores de resistência entre 18-20 MPa ou menos (EICK et al, 1991). Porém, segundo a literatura, ainda existem poucos trabalhos de resistência de união utilizando diferentes testes mecânicos para avaliar a resistência de união da Y-

TZP. Os que existem, são na maioria testes de cisalhamento e alguns poucos, teste de tração.

Dérand e Dérand (2000) avaliaram a resistência adesiva de cimentos resinosos à zircônia utilizando diferentes métodos de tratamento de superfície. Para isso, foram confeccionados cilindros de resina composta (Charisma-Kulzer), os quais foram cimentados (Panavia 21- Kuraray, Twinlook- Kulzer, Superbond C&B- Sun Medical) em blocos de zircônia (Denzir- Dentronic). Foram divididos em 5 grupos: 1- Desgaste com broca e sistema Rocatec; 2- Óxido de alumínio (250 μm); 3- Óxido de alumínio (50 μm); 4- Óxido de alumínio (50 μm) + ácido hidrofúorídrico 38% por 12 min. Os corpos de prova foram fixados em uma mesma posição e realizado o teste de cisalhamento. O modo de falha foi avaliado e classificado em adesivo e coesivo e inspecionado com MEV. Segundo o trabalho, todos falharam na interface entre a cerâmica e o cimento resinoso. Porém, o Superbond apresentou as médias de resistência adesiva maiores. O tratamento de superfície com o sistema Rocatec resultou em alta resistência adesiva para o Panavia e o Twinlook. Além disso, o condicionamento com ácido hidrofúorídrico da superfície demonstrou uma fraca tendência a proporcionar adesão, porém o aumento só foi significativo para o Superbond. Após 2 meses, os valores reduziram para a Panavia e o Twinlook, porém aumentaram para o Superbond.

Lüthy, Loeffel e Hammerle (2006) avaliaram a resistência adesiva de diferentes cimentos à zircônia densamente sinterizada, após envelhecimento em termociclagem, utilizando o teste de cisalhamento. Foram usados nesse estudo os seguintes cimentos: Ketac-Cem (3M/ESPE), Nexus (Kerr), RelyX Unicem (3M/ESPE), Superbond C&B (Sun Medical), Panavia F e Panavia 21 (Kuraray). Grupos de 30 cilindros de liga de aço inoxidável ($\varnothing=3$ mm) foram tratados com sistema Rocatec para, então, cimentá-los à Y-TZP. Previamente ao teste, todos os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) por 48h. Porém, 15 de cada grupo foram submetidos à ciclagem térmica (10000 x) em água (5°C–55°C) durante 333h. A interface adesiva foi analisada em microscópio ótico com 50x de aumento e classificados em adesiva e coesiva. Todas as fraturas ocorreram na interface entre a cerâmica e o cimento ou no cimento (falha coesiva). A termociclagem afetou a resistência de união de todos os cimentos resinosos estudados exceto Panavia e RelyX Unicem. Os

valores de resistência do Panavia 21 foram significativamente maiores do que os demais cimentos estudados. Sendo assim, os quatro cimentos resinosos (RelyX Unicem, Superbond C&B, Panavia F e Panavia 21) tiveram resultados superiores.

Özcan, Kerkdijk e Valandro (2007) avaliaram a resistência de união de quatro cimentos resinosos de diferentes composições químicas seguindo somente as instruções do fabricante e testaram sua durabilidade a seco e em condições de envelhecimento térmico quando unidos à zircônia Y-TZP. Discos de zircônia (LAVA/ 3M ESPE) foram embutidos em moldes de polietileno utilizando polimetilmetacrilato (PMMA). Estes foram polidos com lixas de 1200 e limpos em ultrassom com água destilada por 3 min. Quatro tipos de materiais foram avaliados: Panavia F 2.0 (Kuraray), Multilink (Ivoclar Vivadent), Superbond (Sun Medical) e uma resina composta (Quadrant Posterior Dense-Cavex) como controle. Estes foram introduzidos em moldes de polietileno ($\varnothing=3,6$ mm e $h=5$ mm) e seguidos as recomendações do fabricante. O teste de cisalhamento foi realizado imediatamente após a cimentação, sob velocidade de 1 mm/min. O cimento Panavia F 2.0 a seco, apresentou os maiores resultados de resistência adesiva ($9,6\pm 4,1$ MPa), porém após 6000 ciclos térmicos, o cimento se despreendeu da zircônia. Sendo assim, quando as instruções dos fabricantes foram seguidas para os cimentos testados, não houve adesão à Y-TZP após 6000 ciclos térmicos. Porém, em condições seca o cimento Panavia F 2.0 apresentou os maiores resultados de resistência adesiva. Portanto, os autores não recomendam o uso de zircônia para próteses fixas, em que a adesão se faz estritamente necessária.

Na mesma linha de pesquisa, Özcan, Nijhuis e Valandro (2008) avaliaram o efeito dos métodos de condicionamento de superfície realizados em laboratório e consultório, na adesão de cimentos resinosos duais com monômero funcional MDP à zircônia Y-TZP, após termociclagem. Quarenta cerâmicas Y-TZP (LAVA/3M) foram utilizadas, sendo que todas foram polidas com lixas 1200 e limpas em ultrassom com água destilada por 3 min. Estes foram divididos em 4 grupos ($n=10$): 1- Jateamento com $50\ \mu\text{m}$ de Al_2O_3 + Alloy Primer (Kuraray); 2- Jateamento com $50\ \mu\text{m}$ de Al_2O_3 + Opaque Primer (Kuraray); 3- Jateamento com $50\ \mu\text{m}$ de Al_2O_3 + Silano-Pen + agente silano (Bredent); e 4- Sistema Rocatec (ESPE-Sil) em laboratório. O cimento Panavia

F 2.0 (Kuraray) foi unido a cerâmica em incrementos usando um molde de polietileno ($\varnothing=3,6$ mm e $h=5$ mm) e polimerizado. Posteriormente, o molde foi removido, retirado o excesso de cimento com Oxyguard (Kuraray) e polimerizado novamente. Foram submetidos ao cisalhamento ($v= 1$ mm/min). Não foi encontrado diferenças estatísticas entre os 4 grupo ($8,43\pm1,3$ Mpa; $8,98\pm3,6$ MPa; $12,02\pm6,7$ MPa e $8,23\pm3,8$ MPa, respectivamente). Portanto, após 6000 ciclos em ciclagem térmica, não houve diferença significativa na adesão do cimento à zircônia utilizando métodos laboratoriais e clínicos de tratamento de superfície.

Yun et al (2010) avaliaram a efetividade do jateamento e primers metálicos no teste de cisalhamento de 3 cimentos comerciais à cerâmica Y-TZP. Cento e vinte cilindros de zircônia ($\varnothing=7$ mm e $h=12$ mm) foram embutidos em moldes de politetrafluoretileno (PTFE) e os espécimes foram divididos aleatoriamente em 12 grupos ($n=10$) de acordo com o tratamento de superfície (N= controle, S= somente jateamento com $90\mu\text{m}$ de Al_2O_3 , MP= só alloy-primer, SMP= jateamento com $90\mu\text{m}$ de Al_2O_3 + alloy primer) e segundo o primer e o cimento (alloy primer + Panavia F 2.0- Kuraray, V-primer + Superbond C&B-Sun Medical, Metaltite + M Bond- Tokuyama). Previamente a cimentação, a superfície foi polida com lixa 1200 e limpa em ultrassom com água destilada por 5 min. O cimento foi aplicado sobre a superfície da zircônia tratada utilizando moldes cilíndricos de PTFE ($\varnothing=3$ mm e $h=3$ mm). Todos os espécimes foram armazenados em água destilada por 24h a 37°C e então termociclados (5000 ciclos entre 5°C e 55°C) e submetidos ao cisalhamento a uma velocidade de $0,5$ mm/min. Imagens em MEV foram utilizadas para avaliar o modo de falha. No Panavia F 2.0 a resistência adesiva dos espécimes tratados com jateamento + metal primer foram significamente maiores que os demais grupos. E no Superbond C&B e no M Bond, o jateamento aumentou significamente a resistência ao cisalhamento, porém o efeito do metal primer não foi significante. Portanto, o uso apenas do metal primer não garante longa adesão entre o cimento e a zircônia Y-TZP. Porém, junto ao jateamento, ele foi efetivo para os 3 cimentos, apesar do Panavia apresentar os maiores valores de cisalhamento.

Özkurt, Kazazoglu e Ünal (2010) investigaram a resistência ao cisalhamento de cerâmicas de cobertura a 4 tipos de zircônia. As zircônias

selecionadas para esse estudo foram: Zirkonzahn (Steger), Cercon (DeguDent), Lava (3M/ ESPE) e DC-Zircon (DCS Dental AG) e as cerâmicas de cobertura: IK= Ice Keramik (Steger), IPS= IPS e.max Ceram (Ivoclar-Vivadent), VM9= Vita VM9 (Vita), CC= Cercon Ceram (DeguDent), LC= Lava Ceram (Lava), TC= TriCeram (Esprident). A partir de cada uma das zircônias foram confeccionados 30 discos ($\varnothing=7$ mm e $h=3$ mm). A Zirkonzahn, a Cercon e a Lava foram cortadas segundo as recomendações do fabricante, limpas e sinterizadas, enquanto a DC-Zircon, que é totalmente sinterizada foi necessário apenas cortá-la. Para a execução do teste, os espécimes foram embutidos em resina acrílica e armazenados em água destilada a 37°C por 24h antes de serem testados. Durante o cisalhamento, o dispositivo de aplicação da carga ficou o mais próximo possível da interface cerâmica de cobertura- zircônia e foi aplicado uma velocidade de 1 mm/min até ocorrer a fratura. Foi realizada a análise do modo de falha e esta classificada em adesiva, coesiva e mista. Segundo o trabalho, DC-Zircon unido ao TriCeram apresentou os maiores valores de cisalhamento ($40,49\pm 8,43$ MPa), seguido por Lava ($27,11\pm 2,72$ MPa), Zirkonzahn ($24,46\pm 3,72$ MPa) e Cercon ($20,19\pm 5,12$ MPa). O Zirkonzahn e o Cercon não apresentaram diferença significativa entre as 3 cerâmicas de cobertura utilizadas, enquanto a Lava e o DC-Zircon apresentaram os maiores valores com as cerâmicas de cobertura recomendadas. Assim, a resistência de união foi influenciada pelo tipo de zircônia e cerâmica de cobertura. Além disso, também houve influencia do teste mecânico, pois os valores de cisalhamento foram inferiores aos encontrados por Aboushelib et al (2006), que utilizaram o teste de microtração para avaliar a resistência adesiva entre Cercon e uma cerâmica de cobertura. Portanto, segundo os autores, no caso do teste de cisalhamento, esforços devem ser feitos para padronizar o teste assim como proporcionar utilidade clínica para os estudos *in vitro*, além de considerar condições de armazenamento, tipo de espécime utilizado, método de preparo, aplicação de carga, área de secção transversal e a experiência dos pesquisadores.

2.1.2. Teste de Tração

O teste de tração apresenta a distribuição de tensões, ainda que não uniforme, mais homogênea na área de interface do que no teste de cisalhamento, o que permite que os valores máximos de tensão principal (tensão real) sejam próximos ao da resistência nominal (carga dividida pela área) (BRAGA et al, 2010).

Assim, Kern e Wegner (1998) avaliaram se os métodos de adesão utilizados para alumina poderiam ser usados para YPSZ. Para isso, foi avaliada a resistência à tração, modo de falha e sua durabilidade *in vitro*. Foram utilizadas nesse estudo amostras de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio (YPSZ- 94% ZrO_2 e 5,1% Y_2O_3 – BC Special Ceramics) que após terem sido microjateadas (JAT) com partículas de Al_2O_3 110 μ m e lavadas ultrassonicamente (3 min) em isopropanol 96%, os seguintes grupos foram constituídos: SAND – união com o cimento resinoso Twinlook (Kulzer); SIL – silanização da superfície com ESPE-Sil + Twinlook; ROC – Sistema Rocatec + Twinlook; KEV – Sistema Kevloc – Kevloc primer foi aplicado por 2min, seguido do Kevloc bond (Kulzer) e da termoativação + Twinlook; PAN – cimento Panavia EX; PAN21 – cimento Panavia 21 (Kuraray); DYR – cimento Dyract-Cem (DeTrey/Dentsply). Um tubo acrílico ($\varnothing=3,3$ mm e $h=15$ mm) foi preenchido com resina composta autopolimerizável (Clearfil FII) e após 8 min, o cilindro foi cimentado na cerâmica sob carga de 750 g. O excesso de cimento foi removido e então fotopolimerizado. O teste de tração foi realizado a uma velocidade de 2 mm/min. A fratura foi analisada em microscópio ótico 30x de aumento e classificados em adesiva e coesiva. E amostras representativas foram avaliadas em MEV. Conforme os resultados, o jateamento e o uso adicional de silano resultou em uma união inicial ao cimento resinoso convencional a base de BisGMA e a YPSZ, porém estes falharam espontaneamente após o tempo de armazenamento. O uso de cimentos resinosos a base de BisGMA após deposição de sílica na zircônia e o uso de cimento resinoso poliácido modificado após jateamento resultou em uma união inicial que diminuiu significativamente após o tempo de armazenamento. Portanto, a união entre o cimento e a YPSZ só foi durável após jateamento e uso de um dos dois cimentos resinoso contendo monômero fosfatado. Os resultados de maior valor apresentaram falhas 100% coesivas.

Kim et al (2005) avaliaram a resistência à tração de uma resina composta a 3 diferentes coping cerâmicos, dentre eles a Y-TZP, com diferentes tratamentos de superfície. Foram confeccionados 30 espécimes (10x10x2 mm) de cada uma das cerâmicas: dissilicato de lítio (IPS Empress 2/ Ivoclar Vivadent; alumina (In-Ceram Alumina/ Vita) e zircônia (Zi-Ceram/ Dental Graphics). Dez de cada grupo receberam um tipo de tratamento de superfície: 1- partículas de alumina 50µm; 2- partículas de alumina 50 µm + ácido fluorídrico 4% e; 3- partículas de óxido de silício 30 µm + silano. Foram unidos à cerâmica, cilindros de resina composta ($\varnothing=5$ mm e h=10 mm) (Z100/ 3M ESPE) e estes foram submetidos ao teste de tração a uma velocidade de 2 mm/min. Segundo o trabalho, os espécimes de alumina e zircônia microjateadas com partículas de sílica 30 µm + silano (18,6±1,9 MPa e 17,3±2,3 MPa, respectivamente) e a cerâmica de dissilicato de lítio microjateada com partículas de alumina 50 µm + ácido fluorídrico 4% (17,7±2,5 MPa) apresentaram os maiores valores de resistência à tração. Porém, a zircônia só apresentou alta resistência quando houve a deposição de sílica e silano, nos demais tratamentos, apresentou os valores mais baixos dentre todos.

Attia, Lehmann e Kern (2011) avaliaram a influência de diferentes condicionamentos de superfície, novos primers e métodos de limpeza na resistência adesiva de cimentos resinosos à zircônia (e. Max ZirCAD). Um total de 96 discos de zircônia foram divididos em 6 grupos (n=16) de acordo com a superfície de tratamento (ABR= Al_3O_2 e ROC= SiO_2) método de limpeza (A= jato de ar e U= ultrassom) e uso de primers (S= silano convencional/Espe Sil-3M ou P= universal primer/Monobond Plus- Ivoclar Vivadent). Tubos transparentes preenchidos com resina composta foram unidos aos discos de zircônia utilizando cimento resinoso (Multilink Automix- Ivoclar Vivadent). Foram submetidos ao teste de tração com velocidade de 2 mm/min. As fraturas foram analisadas em microscópio óptico com 20x de aumento e classificados em falha coesiva quando fraturado em cimento ou resina composta, adesivo quando fraturado na interface adesiva entre cerâmica e cimento ou mista, quando adesiva e coesiva. Espécimes representativos foram analisados em MEV. A resistência à tração após 3 dias foi entre 31,5 e 45,2 MPa e após 30 dias armazenado em água, com ciclagem térmica, de 10,6 a 38,8 MPa. Após

envelhecimento artificial a diminuição da resistência adesiva foi significativa quando o silano convencional foi aplicado após jateamento com sílica ou quando o primer universal foi utilizado após jateado com Al_3O_2 com ou sem limpeza em ultrassom. A interação entre tempo de armazenamento e uso de primers foi significativa. Sendo assim, a forma de limpeza não teve influência após 30 dias de armazenamento e após envelhecimento, o primer universal mostrou melhora da adesão do cimento à sílica quando comparado ao silano convencional.

2.2 Testes “Micro”

A necessidade de novos métodos para superar as limitações dos testes “macro” levou ao uso de corpos de prova com áreas de união reduzidas, abaixo de 2 mm^2 , denominados de microtração e microcisalhamento (SANO et al, 1994; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b; SCHREINER et al, 1998; MCDONOUGH et al, 2002). A partir do desenvolvimento desses dois testes, a relação entre área de união e valor de resistência passou a receber uma maior atenção, já que o valor de tração aumentou com a diminuição da interface adesiva, seguindo uma função logarítmica (SANO et al, 1994; SHONO et al, 1997; BRAGA et al, 2010; SHERRER; CESAR; SWAIN, 2010).

Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998a) estudaram a influência da área adesiva na resistência à microtração e ao microcisalhamento. Parte da superfície oclusal de molares foi removida e posteriormente seccionada longitudinalmente, sendo que uma metade foi utilizada para o ensaio de microtração e a outra para o de microcisalhamento. Quatro sistemas adesivos foram aplicados: Scotchbond MP Plus (3M), OptiBond FL (Kerr), OptiBond Solo (Kerr) e One-Step (Bisco). Após realizado a união da dentina à resina composta (3M Silux Plus) com os sistemas adesivos, estes foram fatiados em corpos de prova de secção quadrada e desgastados até obter corpos de prova de secção circular (halter) com áreas de $1,1 \text{ mm}^2$, $1,5 \text{ mm}^2$ e $3,1 \text{ mm}^2$ para ambos os ensaios. Os espécimes foram ensaiados sob tração (passivo) e cisalhamento a velocidade de 1 mm/min . Os resultados mostraram que os

valores de resistência adesiva dos corpos de prova com área de 1,1 mm² e 1,5 mm² foram semelhantes entre si e mais altos que aqueles de 3,1 mm², indicando que a resistência adesiva foi dependente da área. A maioria do modo de falha dos espécimes submetidos à microtração foi adesiva. O padrão de falha nos corpos de prova com área de 1,1 mm² e 1,5 mm² sob microtração foi 70% adesiva. Os autores relataram que, embora os valores de resistência tenham sido semelhantes entre os dois métodos (microtração e microcisalhamento), o teste de cisalhamento gerou distribuição irregular de tensões na interface adesiva, as quais foram comprovadas pela grande quantidade de falha coesiva. E os corpos de prova de secções menores permitiram uma distribuição mais regular de tensões na interface e menores defeitos na união, prevalecendo, portanto, falhas adesivas.

2.2.1. Teste de Microcisalhamento

Como forma de tentar melhorar o design do teste de microcisalhamento, para que ele pudesse fornecer informações precisas e confiáveis de resistência de união ao cisalhamento, McDonough et al (2002) confeccionaram espécimes de tamanho reduzido, com aproximadamente 0,7 mm. Assim, foi possível testar vários espécimes em uma mesma superfície de dentina, devido ao tamanho reduzido dos corpos de prova. A dentina/ esmalte foram seccionadas em fatias de 1 mm de espessura e sobre ela foi posicionado o Tygon ($\varnothing=0,7$ mm e $h=0,4$ mm), onde foi introduzido resina composta (Clearfil/Kuraray) de baixa viscosidade. Dois tipos de método de adesão foram testados: CP= K-etchand gel + Clearfil PhotoBond e CL= Clearfil Liner Bond 2V). Após o teste de resistência, todos os espécimes foram examinados em microscópio óptico com 30x de aumento e classificados segundo o modo de fratura. Segundo o trabalho, o teste de microcisalhamento pode ser um instrumento útil para ajudar a entender a interação complexa que ocorre na interface entre compósito e dentina e/ou esmalte, especialmente em locais não passíveis de utilizar o teste de cisalhamento tradicional. Assim, através da Análise de Elementos Finitos verificou-se que as forças de tração durante o teste de microcisalhamento

podem ser minimizadas otimizando-se as dimensões dos espécimes e a localização da aplicação de carga.

Poucos trabalhos se propuseram a avaliaram a resistência adesiva à Y-TZP fazendo uso de testes de microcisalhamento. Miragaya et al (2011) avaliaram a influencia de 4 tratamentos de superfície na resistência adesiva de cimentos autocondicionantes à zircônia (Y-TZP). Quarenta fatias (8x6x1 mm) de Y-TZP (LAVA™ Frame Zirconium Oxide- 3M) foram aleatoriamente atribuídas a 4 grupos (n=10) de acordo com o tratamento de superfície: 1- sem tratamento (controle); 2- jateamento com 50 µm de Al₂O₃; 3- utilização de MDP primer e; 4- sistema Rocatec. As fatias de cerâmica tratadas com cada um dos 4 métodos foram então divididos em 2 subgrupos de acordo com o cimento testado: RelyX ARC e RelyX Unicem. O cimento foi introduzido em um tubo de PVC (Ø=0,75 mm e h=0,5 mm), o qual estava fixado com cianocrilato à cerâmica. Após 30 min., os tubos de PVC foram removidos, expondo os cilindros de cimento sobre a zircônia. Antes de serem testados, todos foram analisados em estereomicroscópio com 10x de aumento em ordem de verificar defeitos ou bolhas aparentes na interface. Foram armazenados em água por 24h a 37°C, para então serem submetidos ao microcisalhamento sob velocidade de 1 mm/min. Após o teste, todos os espécimes foram analisados novamente em estereomicroscópio com 40x aumento e classificados em falha adesiva, coesiva em cimento ou mista. Segundo o trabalho, o tratamento de superfície assim como o cimento influenciou significamente no microcisalhamento. O melhor resultado foi obtido como o cimento Unicem com primer MDP (36,2 ± 2,1 MPa) e sistema Rocatec (37,4 ± 2,3 MPa). O Unicem aplicado na superfície da cerâmica sem tratamento (controle) apresentou valores similares ao ARC jateado com 50 µm de Al₂O₃. Quanto ao modo de falha, os cimentados com ARC foram 100% adesiva, enquanto o Unicem apresentou falha adesiva apenas no grupo controle, sendo os demais grupos predominantemente coesivos. Sendo assim, independente do tratamento de superfície, o cimento autoadesivo apresentou melhor desempenho no que diz respeito à adesão a Y-TZP do que o cimento convencional.

2.2.2. Teste de Microtração

Sano et al (1994) foram os precursores do teste de microtração. Através deste, conseguiram diminuir a distribuição não uniforme de tensão com a confecção de corpos de prova em forma de ampulheta. Em seu trabalho, testaram a relação entre área de união e resistência adesiva à microtração. Foram confeccionados espécimes (dente/resina composta) em forma de ampulheta com área entre 1,6 – 1,8 mm². Segundo seu trabalho, a resistência a tração é inversamente proporcional a área de união. Assim, este novo método (microtração) permitiu medir alta resistência de união sem falhas coesivas da dentina.

Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998b) compararam espécimes com secção transversal circular com espécimes de secção transversal quadrada para o teste de microtração e estudaram o efeito da área da secção transversal assim como o efeito na superfície de união. Além disso, foi investigado a forma de distribuição de tensão através da Análise de Elementos Finitos usando espécimes com 3 diferentes áreas adesivas. Para a confecção dos espécimes de secção circular (halter), a área de união foi modelada com broca diamantada, produzindo espécimes com áreas de união de 3 tamanhos diferentes: 1,1; 1,5; 3,1 mm². Já os espécimes de secção quadrada foram seccionados até obter a forma de uma ampulheta com as mesmas áreas do espécime de área circular. Os espécimes foram testados em microtração a uma velocidade de 1 mm/min. O modo de fratura foi examinado em MEV. E, posteriormente, foram criados modelos virtuais para avaliar a distribuição de tensão em Análise de Elemento Finito. Segundo o trabalho, o grupo de área de união de 3,1 mm² apresentou resistência de união significativamente inferior ao grupo de área de 1,1 mm². A maioria dos espécimes de secção circular de área 1,1 e 1,5 mm² apresentaram falhas adesivas, além disso, não foram encontradas diferenças estatísticas entre os valores de resistência de união de área 1,1 e 1,5 mm². Os espécimes de secção quadrada de área 3,1 mm² apresentaram falhas predominantemente coesivas, o que não foi encontrado no espécime em forma de halter. Também não foi encontrado diferenças entre a forma do espécime, mas sim no tamanho da área da secção transversal. Portanto, os testes que utilizam áreas adesivas menores apresentam maior resistência de união do que aqueles que utilizam áreas maiores. E a forma da secção transversal tem pouca influência na resistência de união.

Shono et al (1999) desenvolveram uma versão alternativa a metodologia do ensaio de microtração proposto originalmente por Sano et al em 1994. Nesta nova técnica, o esmalte oclusal dos dentes foi removido e 2 sistema adesivo (One-Step- Bisco e MacBond- Tokuyama) foram aplicados a resina composta. Cada dente foi seccionado verticalmente obtendo-se uma fatia da porção mediana com espessura de 1 mm, que foi novamente recortada em cortes de 1 mm, resultando em corpos de prova retangulares com dimensões de 1x1x8 mm (área adesiva de $\pm 1 \text{ mm}^2$). Para execução do ensaio, cada corpo de prova foi fixado com adesivo cianocrilato no aparato Bencor Multi-T, que foi acoplado na máquina de ensaio universal para executar o ensaio. Conforme a análise estatística dos dados, os autores ponderaram que esta proposta de configuração do espécime sem desgaste, resultou em valores de resistência semelhante ao trabalho de Sano et al (1994). Entenderam ainda que a distribuição de tensões na interface adesiva pode ter sido similar ao trabalho original, tendo em vista os resultados parecidos.

Soares et al (2008) avaliaram, através da AEF, se a distribuição de tensões dos espécimes no teste de microtração é afetada pela forma e método de fixação dos corpos de prova. Foram confeccionados espécimes em forma de barra, ampulheta e halter, de área de secção de 1 mm^2 , cuja interface de união foi cerâmica cimentada em dentina. Além disso, foram investigados 3 métodos de fixação: (1) fixada apenas a superfície posterior, (2) fixada as superfícies posterior, superior e lateral e (3) todas as superfícies fixadas (posterior, superior, lateral e anterior). Verificou-se uma correlação direta entre o método de fixação e a distribuição de tensão, sendo que nos métodos de fixação com menor envolvimento de superfícies, verificou-se maior tensão de cisalhamento. Aumentando o número de superfícies fixadas ao dispositivo, aumentou a homogeneidade de distribuição de tensão, com a tensão de tração concentrada na interface adesiva. O espécime em forma de halter mostrou melhor distribuição de tensão quando comparado com os espécimes em forma de barra e ampulheta, devido a sua configuração cilíndrica e não quadrangular como da barra e da ampulheta. Porém, a barra apresentou distribuição de tensão mais homogênea ao redor da área de união do que o modelo em forma de ampulheta que resultou em concentração de tensão nas superfícies laterais.

Com o trabalho, confirmou-se a existência de relação direta entre método de fixação e distribuição de tensão.

Apesar do teste de microtração na Y-TZP ser um método meticuloso, que requer tempo e empenho, especialmente durante o preparo e corte dos espécimes, Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2007) avaliaram a resistência adesiva à microtração, da Y-TZP (Cercon Base/ DeguDent) cimentada a resina composta (Filtek Z250/3M), utilizando um novo método para aumentar a retenção da zircônia, a maturação induzida pelo calor com uma técnica de condicionamento com infiltração seletiva. Assim, 3 cimentos: Panavia F 2.0 (Kuraray), RelyX ARC (3M ESPE) e Bistite II DC (J Morita) e 2 tratamentos de superfície: HIM/SIE - técnica de condicionamento com infiltração seletiva e APA – jateamento com 110 μm de Al_2O_3 , foram utilizados para unir os espécimes de zircônia (N=40), os quais foram cortados em Isomet, sinterizados e polidos (120-800). Previamente a cimentação, foi realizado o tratamento de superfície e, então, cimentados a discos de resina composta sob uma pressão de 50N. Os excessos foram removidos e os corpos de prova fotopolimerizados. Os espécimes cimentados foram cortados em Isomet em forma de barras (6 x 1 x 1 mm) e examinados em estereomicroscópio para avaliar se estavam livres de defeitos ou trincas. O teste de microtração foi conduzido imediatamente após o corte. Foi utilizado o MEV (1000 e 5000x) para examinar e classificar as fraturas das barras. Os espécimes jateados e unidos com Panavia F 2.0, RelyX ARC ou Bistite II DC resultaram nas seguintes médias e desvio padrão, respectivamente: 23,3 (2,4); 33,4 (2,1); 31,3 (2,8) MPa. Os valores mais altos foram obtidos nos espécimes condicionados com infiltração seletiva unidos a Panavia F 2.0, 49,8 (2,7). Porém, não houve diferença estatisticamente significativa entre os condicionados com infiltração seletiva e os microjateados, quando cimentados com Panavia. Houve a redução dos valores de microtração com o tempo de armazenamento para todos os espécimes, com exceção do Panavia F 2.0. Além disso, o modo de falha foi primariamente coesivo para os espécimes condicionados com infiltração seletiva, em contraste com os outros grupos, os quais apresentaram principalmente falhas mistas. Portanto, o condicionamento com infiltração seletiva é um método real para estabilizar uma adesão forte e durável a zircônia, pois observou-se diferenças estruturais entre os espécimes que receberam esta técnica de condicionamento e os que

receberam jateamento. Os espécimes jateados apresentaram a superfície danificada, com criação de defeitos e superfície arranhada, enquanto na nova técnica houve criação de uma rede tri-dimensional entre os espaços dos grãos.

Mirmohammadi et al (2010) realizaram um dos poucos trabalhos que comparou dois testes mecânicos com Y-TZP. Segundo seu trabalho eles compararam os valores de resistência adesiva e ranquearam a ordem de 3 cimentos contendo monômero fosfatado utilizando os testes de microtração e microcisalhamento. Assim, discos de zircônia (Procera Zirconia/ NobelBiocare) foram unidos a discos de resina composta (Filtek Z250/3M) usando 3 diferentes cimentos: Panavia F 2.0 (Kuraray), RelyX Unicem (3M ESPE) e Multilink (Ivoclar Vivadent). No teste de microtração, cada espécime cimentado a resina composta ($\varnothing=11,8$ mm e $h=3$ mm) foi seccionado com disco de corte ($\varnothing=0,3$ mm) na Isomet, obtendo assim barras com medidas de 6x1x1 mm. As barras foram testadas após 24h de armazenamento em água desmineralizada (37°C). Já para o teste de microcisalhamento, discos de zircônia ($\varnothing=22,2$ mm e $h=0,8$ mm) foram unidos a resina composta ($\varnothing=0,7$ mm e $h=0,9$ mm), a qual foi injetada em um tubo plástico e mantida entre duas placas de vidro para ser polimerizada por 20s, para então, ser cimentada à zircônia. O excesso de cimento foi removido com jatos de ar e microbrush. Ambos os testes foram executados em uma máquina de ensaio universal a velocidade de 0,5 mm/min. A fratura após microtração e microcisalhamento foi examinada primeiramente em microscópio óptico com 30x de aumento e posteriormente em MEV e classificados em adesiva ou coesiva. Houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência adesiva e na ordem de ranqueamento na utilização dos dois métodos de teste. A microtração apresentou diferença significativa nos valores de resistência adesiva, enquanto o microcisalhamento falhou em detectar tais efeitos. Segundo o microcisalhamento o ranqueamento foi Multilink, Panavia e RelyX Unicem, enquanto para a microtração o Panavia ficou em primeiro, seguido do RelyX Unicem e Multilink. Ambos, Multilink e Panavia, demonstraram basicamente fraturas coesivas em cimento enquanto o RelyX Unicem demonstrou fraturas na interface adesiva (μ SBS 80% adesiva e 20% coesiva em cimento e em μ TSB 100% adesiva).

2.3 Testes “Macro” x “Micro”

Como existem inúmeras variáveis que podem influenciar os testes de resistência de união e como cada um desses testes apresentam vantagens e limitações, essas questões devem ser entendidas para que os testes sejam selecionados, conduzidos e interpretados corretamente. Porém, existem até hoje, poucos trabalhos que avaliaram mais de um tipo de ensaio mecânico, principalmente entre um “macro” e um “micro”.

Cardoso, Braga e Carrilho (1998) avaliaram a resistência de união entre dentina e três diferentes sistemas adesivos (Single Bond/3M, Scotchbond MultiPurpose Plus/3M e Etch&Prime/Degussa), utilizando os testes de microtração, cisalhamento e tração. Um mesmo dente foi preparado para ser submetido aos três testes. Para os testes de cisalhamento e tração, após a aplicação do adesivo, um cilindro de 3 mm de altura e 3 mm de diâmetro foi construído de resina composta (Z100/3M). O teste de cisalhamento foi realizado com o dispositivo em forma de cinzel, enquanto o teste de tração foi realizado tracionando o cilindro de resina composta através de um dispositivo metálico. Para o teste de microtração, um bloco de resina composta de aproximadamente 5 mm de altura foi unido à dentina exposta para, então, ser cortado em barras de $0,25 \text{ mm}^2$ de área retangular, com um disco perpendicular a interface adesiva. Segundo seu trabalho, o teste de tração mostrou valores médios estatisticamente similares ao teste de cisalhamento, enquanto o teste de microtração apresentou os valores mais altos.

Shono et al (1997) acreditavam que existia uma relação inversa entre a resistência de união entre esmalte-resina e a área de secção transversal. Em seu trabalho, eles compararam áreas de secção transversal maiores e menores que 1 mm^2 . As áreas testadas foram de $0,5 \pm 0,1$; $1,0 \pm 0,2$; $1,5 \pm 0,2$; $2,0 \pm 0,2$; $2,5 \pm 0,2$; $3,0 \pm 0,3 \text{ mm}^2$ e foram utilizados 2 sistemas adesivos: Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray) e Scotchbond Multi Purpose Plus (3M). Segundo o trabalho, encontrou-se uma significativa relação exponencial inversa entre resistência à microtração e a área de secção transversal. Leves variações dentro de 1 mm^2 da área não apresentaram efeito na resistência à microtração.

Scherrer, Cesar e Swain (2010) realizaram uma revisão sobre a resistência adesiva em dentina comparando seis sistemas adesivos (OptiBond FL/ Kerr, Scotch Bond MultiPurpose Plus/ 3M ESPE, Prime & Bond NT/ Dentsply/De Trey, Single Bond/ 3M Espe, Clearfil SE Bond/ Kuraray e Adper Prompt L Pop/ 3M ESPE), que utilizaram 4 diferentes testes (cisalhamento, microcisalhamento, tração e microtração). Analisaram criticamente os resultados com respeito à média de resistência de união, coeficiente de variação, modo de fratura e propriedades do material. Além de abordar alternativas para avaliação da resistência de união utilizando-se a estatística Weibull. Para isso, buscaram artigos publicados no Pubmed entre 1998 e 2009 relativos à resistência de união (RU) em dentina. Os dados foram compilados e analisados segundo: variabilidade na RU entre os testes para o mesmo sistema adesivo; coeficiente de variação da RU entre os testes para um mesmo sistema adesivo; modo de falha e dependência da categorização dos produtos pelo teste. Os testes de tração e cisalhamento mostraram valores de resistência de união menores que os testes de microtração e microcisalhamento. Clearfil SE Bond e Single Bond mostraram valores de adesão de 2 a 3 vezes maior nos testes “micro” que os seus testes “macro” equivalentes. Comparando os testes de tração e microtração, os valores da microtração foram de 2 a 5 vezes maiores que os da tração. Para “micro” e “macro” cisalhamento esta diferença é um pouco menor. Entre cisalhamento e tração, o cisalhamento apresentou resistência maior na maioria dos adesivos, mas não para os adesivos mais utilizados que são o Clearfil SE Bond e Single Bond. Portanto, estas comparações devem ser feitas levando-se em consideração a diferença na distribuição de tensões, variação da geometria dos espécimes, configuração da aplicação de carga e módulo de elasticidade dos materiais restauradores, os quais influenciam na tensão final e na medida da resistência de união. Como conclusão, esta revisão de literatura confirma que a dispersão dos resultados de resistência de união ainda está presente.

Braga et al (2010) revisaram os aspectos relacionados com a geometria dos corpos de prova e os testes mecânicos que podem influenciar nos resultados de resistência de união nos testes “macro”. Foram testados a resistência de união de 3 sistemas adesivos (Scotchbond MultiPurpose/ 3M, Single Bond 2/ 3M e SE Plus/ 3M) à dentina bovina, utilizando-se os testes de

tração, microtração, cisalhamento e microcisalhamento. Para os testes de tração e cisalhamento foram confeccionados corpos de prova com 3 mm de diâmetro, enquanto no microcisalhamento utilizou-se o Tygon de 0,76 mm de diâmetro e 0,4 mm de altura e para o teste de microtração foram confeccionados as barras de 0,8-1 mm². Através da análise por estereomicroscópio, os resultados revelaram incidência de 28% de falhas coesivas no teste de tração, 45% no teste de cisalhamento, 13% no microcisalhamento e 12% no teste de microtração. Através da Análise de Elementos Finitos verificou-se que a resistência de união tende a aumentar com áreas de união menores e com o uso de compósitos com alto módulo de elasticidade. Além disso, a concentração de tensões na interface de união é bem mais acentuada no teste de cisalhamento quando comparada ao teste de tração. Evidentemente, segundo os autores, fica claro que são necessários testes capazes de avaliar com precisão a interface adesiva.

2.4. Teste de Push-out e Micropush-out

O teste de push-out é uma importante ferramenta experimental para caracterizar qualitativamente o comportamento de cisalhamento da interface de diferentes compósitos. Este teste consiste em empurrar um material para fora de uma base, através da aplicação de forças compressivas (CHANDRA; ANANTH, 1995; CHANDRA; GHONEM, 2001). Embora, conceitualmente o procedimento pareça ser simples, segundo Chandra e Ghonem (2001), a interpretação dos resultados não é fácil, pois o teste de push-out implica em várias tensões atuantes, como tensão de cisalhamento (τ_s) e resistência friccional (f).

Tem sido mostrado que os resultados de push-out podem ser influenciados por diversos fatores, dentre eles a geometria do teste e principalmente a espessura do corpo de prova. Ao se utilizar espécimes de maior espessura ($\varnothing=5$ mm), a carga de compressão aumenta após completa desunião, devido ao aumento da tensão friccional, o que não é verificado com espécimes mais

delgados ($\varnothing = 2,31$ mm) (CHANDRA; ANANTH, 1995; CHANDRA; GHONEM, 2001).

Porém, na odontologia estes são utilizados apenas para avaliar a resistência de união em retentores intrarradiculares (VALANDRO, 2007a; BERGOLI; AMARAL; VALANDRO, 2012; BERGOLI et al, 2012). Não há na literatura trabalhos que tenham utilizado o teste de push-out ou micropush-out para avaliar resistência adesiva em cerâmica Y-TZP.

TABELA 1 – Testes, materiais, modo de falha e valor de resistência adesiva segundo cada autor.

(continua)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Cisalhamento	Metal Dentina	-----	-----	-----	-----	Anusavice, DeHoff e Fairhurst (1980)
Cisalhamento Tração	Resina composta Dentina	10	-----	-----	-----	Van Noort et al (1989)
Cisalhamento Tração	-----	-----	-----	-----	-----	Øilo (1993)
Microtração	Resina composta Dentina	-----	-----	-----	-----	Sano et al (1994)
Cisalhamento	Resina composta Dentina	16	-----	-----	-----	DeHoff, Anusavice e Wang (1995)
		A=10,37	50	50	0	
Cisalhamento	Resina composta Cerâmica	B= 18,02	20	80	0	Della Bona e Van Noort (1995)
		C= 21,82	0	100	0	
Tração		Grupo 1= 13,46	100	0	0	
		Grupo 2 = 13,43	100	0	0	
Cisalhamento	Metal Resina composta	1-14,6 2-17,3 3-22,1 4-14,9 5-15,8	-----	-----	-----	Rasmussen (1996)
Tração Microtração	Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray)	19,3 – 37,5	16	0	11	Shono et al (1997)
	Scotchbond Multi Purpose Plus (3M)	28,5 – 36,0	0	12	15	
			* número de espécimes e não %			

(continuação)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Tração	SAND –Twinlook (Kulzer)	14,2 ± 2,6	100	0	0	Kern e Wegner (1998)
	SIL –ESPE-Sil + Twinlook(Kulzer)	13,9 ± 2,3	95	5	0	
	ROC – Sistema Rocatec + Twinlook(Kulzer)	29 ± 4,6	75	25	0	
	KEV – Sistema Kevloc + Twinlook (Kulzer)	37,9 ± 4,2	0	100	0	
	PAN – Panavia EX (Kuraray)	49,7 ± 8,1	0	100	0	
	PAN21 – Panavia 21 (Kuraray)	46,0 ± 7,4	0	100	0	
	DYR – Dyract-Cem (DeTrey/Dentsply)	31,6 ± 3,4	10	90	0	
Cisalhamento Tração Microtração	Single Bond (3M)	μ TSB= 31,69 ± 10,67				Cardoso, Braga e Carrilho (1998)
	Scotchbond MultiPurpose Plus (3M)	SBS= 9,68 ± 5,08	-----	-----	-----	
	Etch&Prime (Degussa)	TBS= 6,85 ± 3,96				
Microtração	Área retangular	1,1= 0,06 – 90,29	25	0	23	Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998b)
		1,5= 0,08 – 94,61	26	0	22	
		3,1= 0,22 – 118,9	14	4	29	
	Área circular	1,1= 0,05 – 42,13	38	0	10	
		1,5= 0,08 – 46,32	35	0	13	
		3,1= 0,10 – 57,54	18	0	28	
		* valor mínimo e máximo	* número de espécimes e não %			

(continuação)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Microtração Microcisalhamento	μTSB Scotchbond MP Plus (3M)	1,1= 19,9 ± 5,3 / 1,5= 19,5 ± 2,8	10 / 9	0 / 0	2 / 3	Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998a)
		3,1= 16,0 ± 4,4	5	0	7	
	μSBS Scotchbond MP Plus (3M)	1,1= 22,8 ± 5,7 / 1,5= 21,5 ± 5,7	8 / 8	0 / 0	4 / 4	
		3,1= 16,2 ± 5,0	3	2	7	
	μTSB OptiBond FL (Kerr)	1,1= 20,2 ± 5,0 / 1,5= 19,2 ± 5,9	9 / 9	0 / 0	3 / 3	
		3,1= 15,6 ± 5,3	6	0	6	
	μSBS OptiBond FL (Kerr)	1,1= 22,7 ± 5,7 / 1,5= 22,9 ± 7,7	9 / 9	0 / 0	3 / 3	
		3,1= 17,3 ± 6,3	4	0	8	
	μTSB OptiBond Solo (Kerr)	1,1= 20,9 ± 3,2 / 1,5= 21,8 ± 4,7	9 / 8	0 / 0	3 / 4	
		3,1= 15,8 ± 3,0	4	0	8	
	μSBS OptiBond Solo (Kerr)	1,1= 26,5 ± 5,5 / 1,5= 25,6 ± 6,2	8 / 9	0 / 0	4 / 3	
		3,1= 21,4 ± 3,5	7	0	5	
μTSB One-Step (Bisco)	1,1= 19,9 ± 5,2 / 1,5= 19,2 ± 2,9	10 / 9	0 / 0	2 / 3		
	3,1= 15,8 ± 5,1	5	0	7		
μSBS One-Step (Bisco)	1,1= 21,8 ± 5,9 / 1,5= 21,5 ± 5,7	8 / 8	0 / 0	4 / 4		
	3,1= 17,1 ± 4,9	4	0	8		
			* número de espécimes e não %			
Cisalhamento Tração Microtração	-----	-----	-----	-	-----	Sudsangiam e Van Noort (1999)
Microtração	One Step (Bisco)	21,6 – 27,0	147	0	0	Shono et al (1999)
	MacBond (Tokuyama)	27,3 – 40,6	117	11	17	
			* número de espécimes e não %			

(continuação)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Cisalhamento	Panavia 21 (Kuraray)	8,9 ± 1,1	-----	-----	-----	Dérand e Dérand (2000)
	Twinlook (Kulzer)	8,9 ± 1,0				
	Superbond C&B (Sun Medical)	19,5 ± 2,1				
Cisalhamento	Optibond Solo Plus (Kerr)	26,85 ± 8,76	-----	-----	-----	Pecora, Dennison e Herrero (2002)
	Optibond FL (Kerr)	25,40 ± 4,44				
	3M Single Bond (3M)	28,12 ± 5,01				
	MultiPurpose Plus (3M)	34,40 ± 7,90				
	Excite (Ivoclar)	19,47 ± 6,17				
Microcisalhamento	CP= K-etchand gel + Clearfil PhotoBond	26 – 31	-----	-----	-----	McDonough et al (2002)
	CL= Clearfil Liner Bond 2V	20-22				
Tração	IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent)	1= 12,9 ± 2,0 / 2= 17,7 ± 2,5 3= 11,7 ± 1,2	-----	-----	-----	Kim et al (2005)
	In-Ceram Alumina (Vita)	1= 10,0 ± 1,2 / 2= 9,7 ± 1,2 3= 18,6 ± 1,9				
	Zi-Ceram (Dental Graphics)	1= 6,2 ± 1,3 / 2= 6,5 ± 1,1 3= 17,3 ± 2,3				
Cisalhamento	Ketac-Cem (3M/ESPE)	6,5 ± 2,4	8	92	0	Lüthy, Loeffel e Hammerle (2006)
	Nexus (Kerr)	7,3 ± 4,0	100	0	0	
	Rely X Unicem (3M/ESPE)	39,2 ± 10,4	55	45	0	
	Superbond C&B (Sun Medical)	44,5 ± 7,0	40	60	0	
	Panavia F (Kuraray)	52,4 ± 12,8	20	80	0	
Cisalhamento	Panavia 21 (Kuraray)	63,4 ± 7,8	0	100	0	Özcan, Kerkdijk e Valandro (2008)
	Panavia F 2.0 (Kuraray)	9,6 ± 4,1	-----	-----	-----	
	Multilink (Ivoclar Vivadent)	0				
	Superbond (Sun Medical) (Quadrant Posterior Dense- Cavex)	0				

(continuação)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Microtração	Panavia F 2.0 (Kuraray)	HIM/SIE= 49,8 ± 2,7	10	90	0	Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2007)
	RelyX ARC (3M ESPE)	APA = 33,4 ± 2,1	10	90	0	
	Bistite II DC (J Morita)	APA= 31,3 ± 2,7	10	90	0	
Cisalhamento	1- Jateamento com 50 µm de Al ₂ O ₃ + Alloy Primer (Kuraray)	8,43±1,3				Özcan, Nijhuis e Valandro (2008)
	2- Jateamento com 50 µm de Al ₂ O ₃ + Opaque Primer (Kuraray)	8,98±3,6				
	3- Jateamento com 50 µm de Al ₂ O ₃ + Silano-Pen + agente silano (Bredent)	12,02±6,7	-----	-----	-----	
	4- Sistema Rocatec (ESPE-Sil)	8,23±3,8				
Microtração	Resina composta Dentina	-----	-----	-----	-----	Soares et al (2008)
Cisalhamento Tração Microtração Microcisalhamento	Scotchbond Multi-Purpose (3M) Single Bond 2 (3M) SE Plus (3M)	5,6 – 11,5	44	25	31	Braga et al (2010)
Cisalhamento	Panavia F 2.0 (Kuraray)	N= 2,8 ± 1,0 / S= 13,8 ± 3,0 MP= 4,7 ± 1,2 / SMP= 17,1 ± 3,1				Yun et al (2010)
	Superbond C&B (Sun Medical)	N= 2,7 ± 1,4 / S= 13,1 ± 3,9 MP= 2,0 ± 1,1 / SMP= 16,7 ± 2,0	-----	-----	-----	
	M Bond (Tokuyama)	N= 0 ± 0,0 / S= 12,5 ± 2,5 MP= 3,1 ± 1,3 / SMP = 7,4 ± 1,7				

(continuação)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORES DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Cisalhamento	Zirkonzahn (Steger)	IK= 24,46 ± 3,72	50	0	50	Özkurt, Kazazoglu e Ünal (2010)
		IPS= 26,04±4,01 / VM9= 26,52±6,32	50 / 0	0 / 0	50 / 100	
	Cercon (DeguDent)	CC= 20,19 ± 5,12	80	0	20	
		IPS= 24,17±4,54 / VM9= 21,67± 7,80	50 / 0	0 / 0	50 / 100	
	Lava (3M/ ESPE)	LC= 27,11 ± 2,72	30	0	70	
		IPS= 23,05±4,88 / VM9= 18,66± 2,73	60 / 50	0 / 0	40 / 50	
	DC-Zircon (DCS Dental AG)	TC= 40,49 ± 8,43	50	0	50	
		IPS= 21,38±5,99 / VM9= 31,51± 8,15	50 / 0	0 / 0	50 / 100	
Microcisalhamento	Panavia F 2.0 (Kuraray)	μSBS= 29,1 ± 7,3 / μTBS= 32,5 ± 1,7	40 / 0	60 / 100	0 / 0	Mirmohammadi et al (2010)
Microtração	RelyX Unicem (3M ESPE)	μSBS= 25,4 ± 6,4 / μTBS= 21,4 ± 2,7	80 / 100	20 / 0	0 / 0	
	Multilink (Ivoclar Vivadent)	μSBS= 28,9 ± 6,7 / μTBS= 23,7 ± 2,3	40 / 0	60 / 100	0 / 0	
Cisalhamento Tração Microcisalhamento Microtração	OptiBond FL (Kerr)	SBS= 23,1 ± 7,9 / TBS= 18,7 ± 5,5	21 / 56	65 / 28	14 / 16	Scherrer, Cesar e Swain (2010)
		μSBS= 22,7 / μTBS= 48 ± 13,7	75 / 20	0 / 39	25 / 41	
	Scotch Bond MultiPurpose Plus (3M ESPE)	SBS= 17 ± 5,7 / TBS= 10,1 ± 8,6	23 / 0	17 / 0	61 / 0	
		μSBS= 20,7 ± 3 / μTBS= 30,2 ± 8,5	67 / 63	0 / 15	33 / 22	
	Prime & Bond NT (Dentsply/De Trey)	SBS= 17,7 ± 5,2 / TBS= 11,9 ± 2,4	57 / 70	26 / 0	17 / 30	
		μSBS= 20,8 / μTBS= 31,5 ± 10	0 / 53	0 / 14	0 / 33	
	Single Bond (3M Espe)	SBS= 12,4 ± 7,8 / TBS= 13,8 ± 4,6	41 / 52	25 / 7	35 / 42	
		μSBS= 38,9 / μTBS= 36,1 ± 10,4	50 / 31	15 / 5	35 / 63	
	Clearfil SE Bond (Kuraray)	SBS= 23,2 ± 7,1 / TBS= 22,9 ± 5,5	48 / 20	27 / 57	26 / 24	
		μSBS=41,5 ±11,6 / μTBS=42,5 ±11,8	17 / 32	13 / 20	70 / 49	
	Adper Prompt L Pop (3M ESPE)	SBS= 13,4 ± 5,1 / TBS= 4,5 ± 2,5	80 / 100	16 / 0	4 / 0	
		μSBS= 22,8 / μTBS= 25,8 ± 13,5	0 / 50	36 / 19	64 / 31	

* número de espécimes e não %

(conclusão)

TESTE	GRUPOS TESTADOS	VALORE DE RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	MODO DE FALHA (%)			AUTOR /ANO
			ADESIVA	COESIVA	MISTA	
Tração	ABR= Al ₃ O ₂	ABR-A-P= 42,5 ± 7	-----	-----	-----	Attia, Lehmann e Kern (2011)
		ABR-U-P= 44,1 ± 8,9				
	ROC-A-S= 38,3 ± 9,7					
	ROC-U-S= 31,5 ± 8,5					
	ROC-A-P= 44 ± 6,4					
	ROC= sistema Rocatec	ROC-U-P= 45,2 ± 4,7				
Microcisalhamento	RelyX ARC	1= 5,4 ± 1,8 / 2= 11,8 ± 1,9	100 / 100	0 / 0	0 / 0	Miragaya et al (2011)
		3= 15,9 ± 5,0 / 4= 10 ± 1,7	100 / 100	0 / 0	0 / 0	
	RelyX Unicem	1= 16 ± 1,7 / 2= 29,8 ± 3,5	100 / 40	0 / 20	0 / 40	
		3= 36,2 ± 2,1 / 4= 37,4 ± 2,3	20 / 0	70 / 80	10 / 20	

2.5. Zircônia Y-TZP

Dentre as cerâmicas, a zircônia apresenta vantagens devido ao seu Mecanismo de Tenacificação por Transformação, o qual ocorre em sua microestrutura proporcionando propriedades mecânicas interessantes a esse material. Como algumas de suas características podemos citar: boa estabilidade dimensional e química, alta resistência mecânica e à tenacidade e módulo de Young na mesma magnitude que o aço inoxidável (PICONI; MACCAURO, 1999).

A zircônia é um material polimorfo que se apresenta de 3 formas: monoclinica (M), cúbica (C) e tetragonal (T). Em sua forma pura (TZP), a zircônia é monoclinica em temperatura ambiente, sendo que essa fase só é estável a 1170° C, acima dessa temperatura é transformada em tetragonal e então em fase cúbica a 2370°C (PICONI; MACCAURO, 1999; CHEVALIER; GREMILLARD, 2009) Durante o resfriamento, a transformação da fase tetragonal para monoclinica ocorre em uma faixa de temperatura de cerca de 100°C abaixo de 1070°C. Assim, durante o resfriamento, subsequente à etapa de sinterização, ocorre expansão volumétrica de cerca de 3-4% (PICONI; MACCAURO, 1999) e tensões de cisalhamento, o que faz com que a tensão gerada pela expansão origine trincas na zircônia pura que, conseqüentemente, irá fraturar a temperatura ambiente (PICONI; MACCAURO, 1999; CHEVALIER; GREMILLARD, 2009).

No entanto, para manter a integridade da zircônia em temperatura ambiente sem que ela frature, pode-se ou sinterizar a zircônia em baixas temperaturas para permanecer monoclinica durante a sinterização, porém este procedimento leva a uma baixa resistência e dureza da cerâmica, ou estabilizar as fases tetragonais ou cúbicas a temperatura ambiente, evitando assim a transformação t→m durante o resfriamento (CHEVALIER; GREMILLARD, 2009).

Portanto, a Y-TZP normalmente é utilizada com a adição de agentes de estabilização estrutural (PICONI; MACCAURO, 1999). Quando estabilizada com 2-3 mol% de ítrio (Y_2O_3), a Y-TZP mantém sua estrutura quase que totalmente tetragonal (menos de 6% monoclinica) e torna-se metaestável a

temperatura ambiente (PICONI; MACCAURO, 1999; ARDLIN, 2002; GUAZZATO et al, 2004). Além disso, através do Mecanismo de Tenacificação por Transformação, ou seja, a transformação da fase tetragonal para monoclínica após tensão, evita a propagação de micro-trincas e apresenta conseqüentemente, melhor resistência (PICONI; MACCAURO, 1999; ARDLIN, 2002; CHEVALIER et al, 2004). Pois, durante a fase de transformação, as expansões volumétricas dos grãos monoclínicos resultam em forças compressivas que tendem a neutralizar o avanço da ponta da trinca (DÉRAND; DÉRAND, 2000, MORAES et al, 2003; CHEVALIER et al, 2004; GUAZZATO et al, 2004).

A quantidade de fase tetragonal retida a temperatura ambiente é dependente do tamanho dos grãos, do conteúdo de ítrio e do grau de compressão (PICONI; MACCAURO, 1999). Os grãos tetragonais da superfície do material podem se transformar em monoclínicas espontaneamente ou ser induzidos por tensões externas como processos abrasivos e impactos (PICONI; MACCAURO, 1999; GUAZZATO et al, 2004). Este por sua vez, pode induzir à forças compressivas de vários *microns* abaixo da superfície resultando em espécimes mais resistentes (PICONI; MACCAURO, 1999; ARDLIN, 2002). Tanto que Kosmac et al (1999), sugeriram que a superfície da zircônia fosse jateada, de maneira a aumentar a resistência da cerâmica.

O procedimento de transformação dos grãos está diretamente relacionado não apenas com o conteúdo de ítrio, o qual tem a função de revestir os grãos de zircônia, mas também com a sua distribuição no material (PICONI; MACCAURO, 1999), assim como a temperatura e tempo de sinterização (CHEVALIER et al, 2004). No entanto, se houver transformações excessivas em sua estrutura, irá ocorrer a degradação da cerâmica e menor resistência (ARDLIN, 2002). O mesmo ocorre, após longos períodos de sinterização, em que os grãos cúbicos atuam como pontos de nucleação para transformação. A presença de grãos cúbicos tem um impacto negativo na resistência ao envelhecimento, tanto que o envelhecimento da zircônia inicia preferencialmente em regiões próximas aos grãos cúbicos, já que esses causam o esgotamento do ítrio ao redor dos grãos tetragonais (CHEVALIER et al, 2004).

Ardlin (2002) avaliou a estabilidade química e o efeito do envelhecimento sobre a resistência flexural, superfície e estrutura da Y-TZP. E a partir de seu trabalho, a Y-TZP demonstrou alta resistência flexural, a qual não foi afetada após imersão em ácido acético 4% por 168h. Porém, após envelhecimento observou-se cerca de 20-25% de grãos monoclinicos, os quais se mantinham em menos de 2% antes do envelhecimento, além disso, surgiram pequenas elevações na superfície da cerâmica, o que poderia influenciar diretamente na adesão do material. Portanto, o processo de envelhecimento utilizado afetou a superfície estrutural da Y-TZP.

Objetivos

3. OBJETIVOS

Os objetivos desse estudo foram:

- (1) Comparar os valores de resistência adesiva à cerâmica Y-TZP e parâmetros de Weibull, utilizando testes de mesma geometria e diferente área de união.
- (2) Comparar a influência do tratamento de superfície na resistência adesiva considerando espécimes de mesma geometria e área de união;
- (3) Verificar a sensibilidade e reprodutibilidade de cada teste em detectar a influência do tratamento de superfície.
- (4) Avaliar a porcentagem dos tipos de falhas dos espécimes após os ensaios mecânicos.

Hipóteses

4. HIPÓTESES

As hipóteses desse estudo foram:

- (1) Os valores de resistência adesiva, módulo de Weibull e resistência característica dos testes “micro” seriam superiores aos valores dos seus testes “macro” correspondentes.
- (2) O tratamento de superfície proporcionaria maiores valores de resistência de união em todos os testes.
- (3) Todos os testes seriam capazes em detectar a influência do tratamento de superfície.
- (4) Os testes “macro” gerariam maior porcentagem de falhas coesivas que os testes “micro”.

Materiais e Métodos

5. MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Delineamento experimental

A partir de blocos pré-fabricados de cerâmica a base de zircônia policristalina tetragonal estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) (In Ceram YZ Cubes – 40/15, VITA) de dimensões 14 x 15 x 40 mm, foram confeccionados trezentos e sessenta (N=360) blocos com dimensões e forma segundo cada teste. Estes depois de cortados (IsoMet® 1000/ Buehler) foram regularizados com discos Sof-Lex (3M/ESPE) e lixas d'água 400, 600 e 1200 (®Norton Abrasivos), limpos em cuba ultrassônica em álcool 96° durante 10 min e sinterizados segundo recomendações do fabricante (1530°C por 120min.). Após sinterização, os blocos foram distribuídos em 12 grupos (Tabela 2), considerando o teste mecânico a ser utilizado para comparar a resistência de união entre resina composta (Opallis/FGM) e cerâmica Y-TZP, utilizando um cimento resinoso (RelyX U100/3M), em função de dois condicionamentos da superfície da cerâmica.

Tabela 2 - Grupos experimentais.

N	Teste mecânico	Tratamento de superfície	Grupos (n=30)
360	Tração	Sem tratamento (controle)	TSB/UN
		Silicatização + Silanização*	TSB/SS
	Microtração	Sem tratamento (controle)	μTSB/UN
		Silicatização + Silanização*	μTSB/SS
	Cisalhamento	Sem tratamento (controle)	SBS/UN
		Silicatização + Silanização*	SBS/SS
	Microcisalhamento	Sem tratamento (controle)	μSBS/UN
		Silicatização + Silanização*	μSBS/SS
	Push-out	Sem tratamento (controle)	PSH/UN
		Silicatização + Silanização*	PSH/SS
	Micropush-out	Sem tratamento (controle)	μPSH/UN
		Silicatização + Silanização*	μPSH/SS

* Sistema CoJet: 1°- Jateamento com partículas de Al₂O₃, 30 μm, modificadas por óxido de sílica (CoJet-Sand), 2°- aplicação de silano ESPE-Sil.

5.2. Microtração

Foram obtidos sessenta blocos com dimensões iniciais de 7,0x 6,5 x 6 mm, que após sinterização contraíram obtendo as dimensões de 5,5 x 5,0 x 5 mm.

Para a confecção dos blocos de resina composta foram confeccionadas matrizes de polivinilsiloxano de consistência densa (Elite HD, Zhermack) a partir da moldagem de blocos de cerâmica Y-TZP (Figura 1). Os blocos de cerâmica, após serem moldados, foram limpos em álcool isopropílico por 10 min. em vibração sônica (Vitasonic, VITA), devido à oleosidade do material de moldagem.

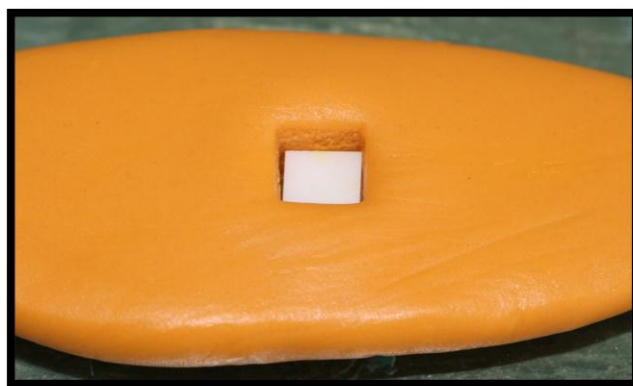


Figura 1 – Matriz de polivinilsiloxano

As matrizes confeccionadas a partir da moldagem dos blocos cerâmicos foram preenchidas com resina composta, a qual foi pressionada por duas placas de vidro e então fotopolimerizada por 2 min. de cada lado (Radium-cal, SDI). Após ser removido da matriz, o bloco foi fotopolimerizado novamente por mais 40s. de cada lado.

Os 30 blocos de cerâmica foram submetidos ao seguinte tratamento de superfície:

- *Silicatização/silanização* (SS): jateamento com partículas especiais de sílica (30µm) (Cojet-Sand, 3M/ESPE) a uma distância de 10 mm e perpendicular à

superfície por 10s, com uma pressão de 2,8 bar. Para padronizar o jateamento, um dispositivo apropriado que permite padronizar a distância e a angulação da cerâmica em relação à ponta do jateador foi utilizado (Figura 2). Após a silicatização, o agente de ligação silano a base de MPS (metacriloxipropiltrimetoxi-silano) (ESPE-Sil, 3M ESPE) foi aplicado com microbrush, aguardando-se 5 min para a evaporação do solvente (etanol), antes da aplicação do cimento.

O grupo sem tratamento recebeu apenas a aplicação do agente de ligação silano a base de MPS (metacriloxipropiltrimetoxi-silano) (ESPE-Sil, 3M ESPE), o qual foi aplicado com microbrush, aguardando 5 min. para a evaporação do solvente (etanol).

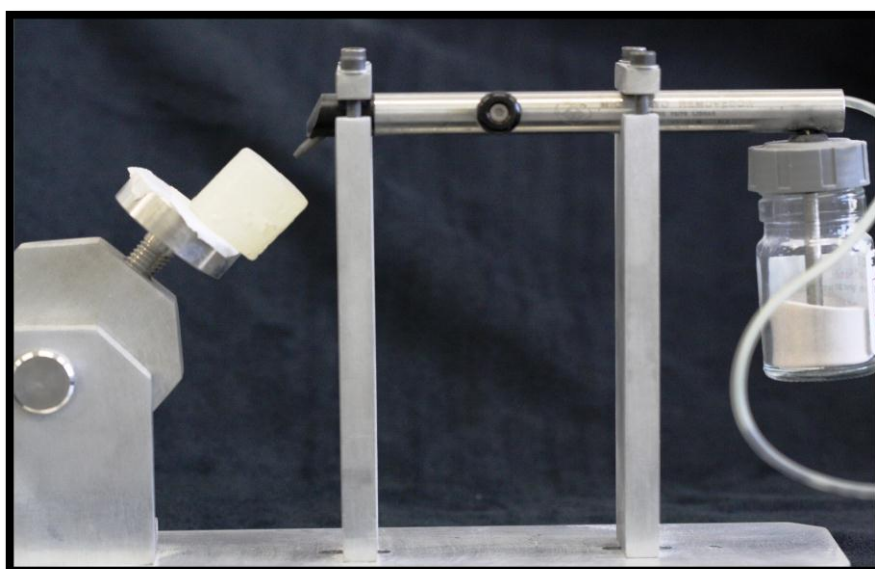


Figura 2 – Dispositivo de padronização do microjateamento

Os blocos de resina composta foram cimentados aos blocos de cerâmica utilizando um cimento resinoso (RelyX U100, 3M/ESPE). Este foi manipulado e aplicado na superfície da cerâmica. Os excessos foram removidos com microbrush e o cimento fotopolimerizado por 40s em cada um dos lados utilizando uma unidade fotoativadora LED (Radii-cal, SDI). O conjunto (resina composta + cimento + cerâmica) foi aderido a uma placa de vidro com fita dupla face com a superfície da cerâmica voltada para baixo (em contato com a

fita) e ao redor deste foi posicionado um cilindro de silicone ($\varnothing=15$ mm), o qual foi preenchido com resina acrílica incolor de polimerização química (Vipi® Flash). Após a resina acrílica atingir a fase borrachóide, o cilindro de silicone foi removido (Figura 3). Este procedimento teve como objetivo estabilizar o espécime e facilitar o corte.

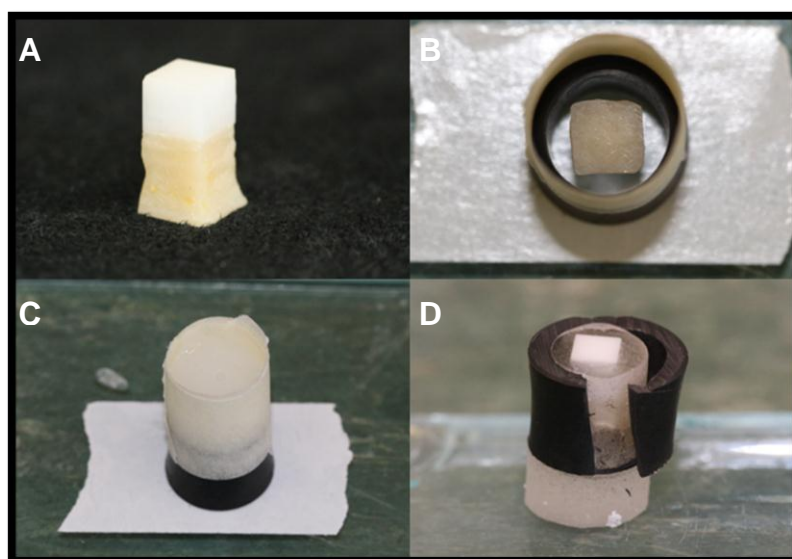


Figura 3 – (A) Conjunto resina composta + cimento + cerâmica; (B) Fixação do conjunto em uma placa de vidro; (C) Preenchimento com resina acrílica quimicamente ativa; (D) Remoção do cilindro de silicone.

O conjunto permaneceu armazenado em solução salina (água destilada) a 37°C durante 24h, quando foi realizado o corte dos corpos de prova em forma de barra. Cada bloco foi fixado por um dispositivo acoplado à máquina de corte (IsoMet 1000/ Buehler), com a superfície adesiva posicionada perpendicularmente em relação ao disco diamantado da máquina (ref. 15LC, Buehler). Foram feitas cerca de 3-4 secções de 1,0 mm de espessura (0°) com velocidade de 300 rpm e peso de 150g, levando em consideração a espessura de 0,5 mm do disco de corte, o qual era afiado a cada fatia. Antes de girar o corpo de prova em 90° , foi introduzido entre as fatias polivinilsiloxano de consistência leve (Elite HD, Zhermack) (Figura 4). Depois de girado em 90° foram realizadas outras 3-4 secções, com velocidade de 200rpm e mesmo

peso, também com 1,0 mm de espessura, totalizando aproximadamente 9-12 corpos de prova para cada conjunto, com medidas de aproximadamente de 1 x 1 x 8 mm. As secções da periferia, unidas à resina acrílica, foram descartadas e foi realizada a média das barras obtidas em um mesmo bloco, não considerando as barras perdidas (anexo 1) Assim, os corpos-de-prova confeccionados possuíam forma de barra de interface não usinada, com secção transversal quadrangular (1 x 1 mm) e área aderida de aproximadamente 1 mm².

Não foi possível obter corpos de prova para o grupo sem tratamento de superfície, pois a adesão era insuficiente para suportar a mínima tensão exercida durante o corte.

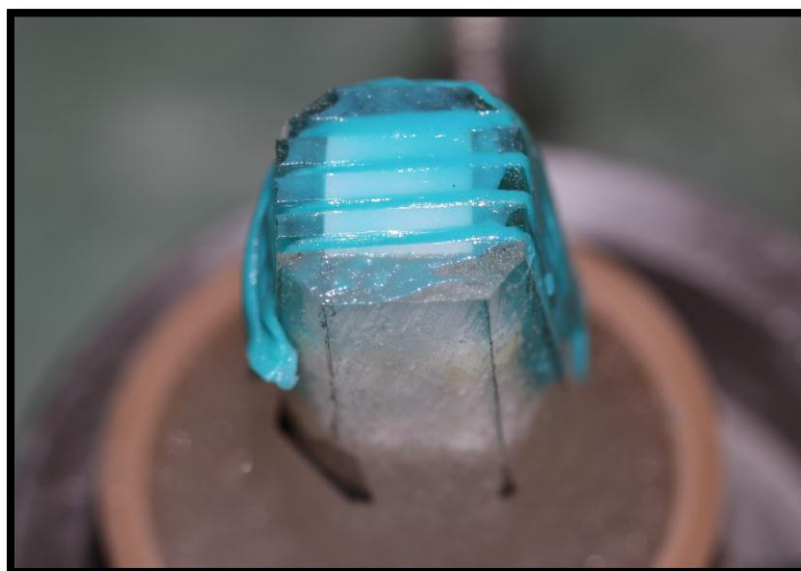


Figura 4 – Aplicação de polivinilsiloxano de consistência leve entre as fatias

Para o teste de microtração, foi utilizado um dispositivo adaptado (Cod. OD03d, Odeme) a máquina de ensaio universal (DL 2000, Emic, São Jose dos Pinhais, Brasil), sendo que cada corpo de prova foi fixado com adesivo cianocrilato gel (®Abratec) em uma peça bipartida. Este foi posicionado o mais paralelo possível ao longo eixo do dispositivo. Somente as extremidades do

corpo de prova foram fixados, permanecendo livre a zona adesiva. O ensaio foi realizado a velocidade de 1 mm/min.

A resistência de união “R” (em MPa) foi calculada conforme a fórmula $R=F/A$, onde, “F” é a carga para ruptura do corpo de prova (N) e “A” é a área interfacial do corpo de prova, que foi medida com paquímetro digital (Starrett®) antes do ensaio (mm^2).

5.3. Tração

Foram confeccionados sessenta blocos ($n=30$) de Y-TZP com dimensões iniciais de 7,0 x 6,5 x 4 mm, atingindo 5,5 x 5,0 x 3 mm após sinterização.

Cada bloco de Y-TZP foi preso com fita dupla face a uma placa de vidro e ao redor deste foi posicionado um cilindro metálico ($\varnothing=40$ mm), que possui um embolo e uma barra cilíndrica que o atravessa ao meio (Figura 5).

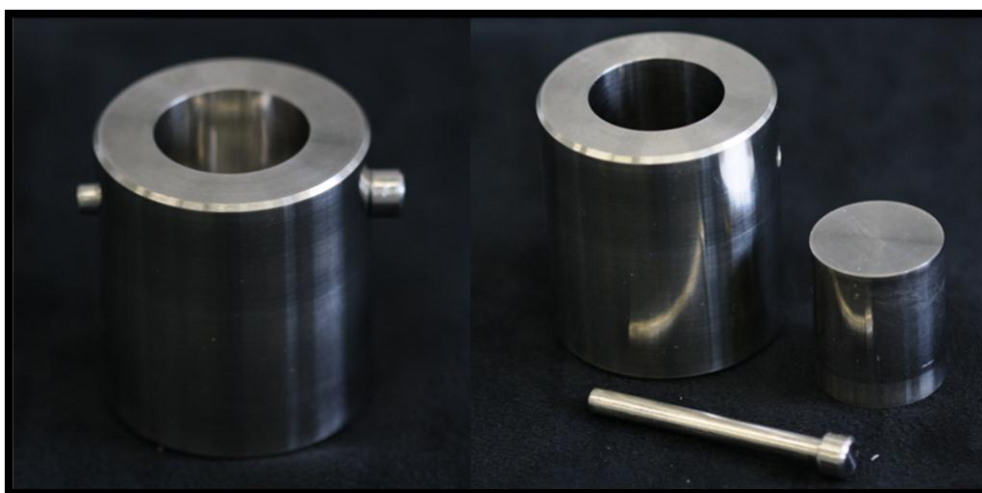


Figura 5 – Cilindro metálico para o teste de tração

Depois de aplicado isolante para resina acrílica (Celac/ Dentsply) no interior de todo o cilindro, foi vertida resina acrílica até cobrir a barra cilíndrica. Após a polimerização completa (25 min), foi removida a resina acrílica do

interior do cilindro, com o bloco de cerâmica embutido neste e uma perfuração em todo seu diâmetro, correspondente a barra cilíndrica (Figura 6). Após embutimento, 30 blocos foram condicionados pelo método de silicatização/ silanização e os 30 blocos restantes não receberam apenas o agente silano. A silicatização/ silanização foi executada como descrito anteriormente.



Figura 6 – Bloco de Y-TZP embutido em resina acrílica

Para a confecção dos espécimes de resina composta foram utilizadas matrizes bipartida de teflon de formato cônico, com altura de 3 mm e diâmetros menor e maior de 3,2 mm e 4 mm, respectivamente. A resina composta foi introduzida na matriz em incremento único, pressionada com placas de vidro e fotopolimerizada por 40s na porção superior e inferior. Depois de removida a matriz, o espécime foi fotopolimerizado novamente por 4 sequências de 40s nas laterais.

Para a cimentação, a matriz (lado com diâmetro menor) foi posicionada e fixada sobre a superfície da cerâmica para que a superfície de união do espécime de resina composta pudesse ser cimentado paralelo ao eixo x. O cimento resinoso foi manipulado e aplicado no corpo de prova de resina composta e cimentado à zircônia. Após o cimento ser fotopolimerizado por 20s

a matriz foi removida, retirado o excesso de cimento e este fotopolimerizado novamente por 4 sequencias de 40s nas paredes laterais.

Assim, os corpos de prova de resina composta foram confeccionados em forma de cone, com secção transversal circular ($\varnothing = 3,2 \text{ mm}$) e área aderida de 8 mm^2 .

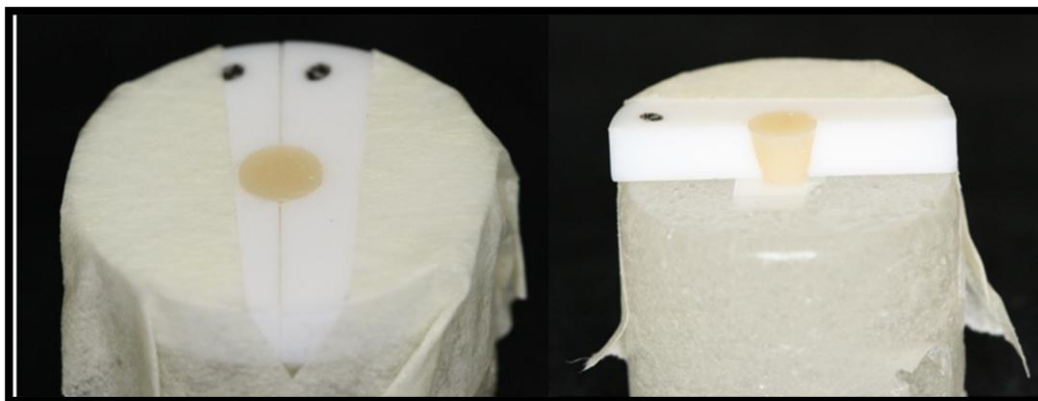


Figura 7 – Cimentação no teste de tração

Após 24h em solução salina (água destilada) a 37°C , o teste de tração foi realizado. Para tanto, um dispositivo adaptado com duas juntas universais, superior e inferior, foi fixado na máquina de ensaio universal. O espécime foi fixado na porção superior pela garra bipartida inferior do dispositivo, que apresenta conicidade igual ao cone de resina composta e na porção inferior por um parafuso, que atravessou a sua perfuração. A garra superior foi conectada a máquina universal de testes (EMIC DL 2000). Assim, a articulação presente no encaixe do mandril e a máquina permitem com que o conjunto se alinhe de forma correta, sem sofrer forças de torção ou compressão (Figura 8). O teste foi realizado a uma velocidade de 1 mm/min e a força máxima atingida para a falha foi registrada.

A resistência de união (em MPa) foi calculada dividindo-se a força para a falha do espécime (N) pela área aderida (mm^2).

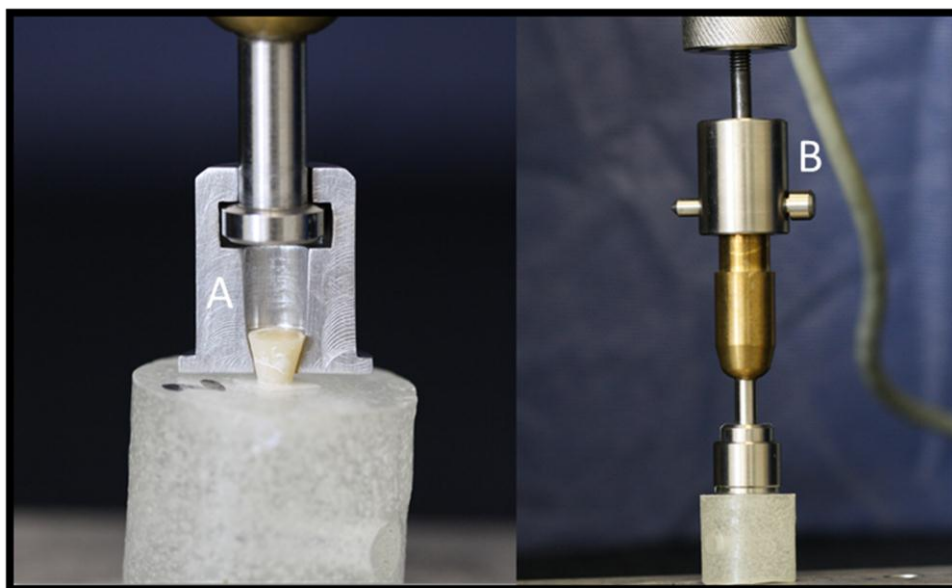


Figura 8 - Dispositivo adaptado com duas juntas universais, superior e inferior para o teste de tração. A - garra bipartida inferior do dispositivo; B - articulação do encaixe do mandril à máquina de ensaio universal.

5.4. Microcisalhamento

Foram produzidos 60 blocos (n=30) de Y-TZP com dimensões finais de 5,5 x 5,0 x 3 mm. Cada bloco de Y-TZP foi embutido em um cilindro plástico (h=14 mm e Ø=25 mm) com resina acrílica de polimerização química. Para isso, o bloco de cerâmica e o cilindro plástico foram fixados com fita dupla face a uma placa de vidro, sendo que o bloco estava centralizado no cilindro plástico. Realizado isso, foi vertida resina acrílica no interior do cilindro plástico, preenchendo-o, porém deixando a superfície de adesão livre de resina acrílica. Após embutimento, os 30 blocos sem tratamento de superfície receberam apenas agente silano enquanto os 30 blocos com tratamento foram condicionados pelo método da silicatização/silanização, conforme explicado anteriormente.

Para a confecção dos espécimes de resina composta, foram utilizadas matrizes cilíndricas bipartidas de teflon de 0,85 mm de diâmetro e 3 mm de altura. Sobre uma placa de vidro, a resina composta foi introduzida na matriz em incremento único e fotopolimerizada por 40s na porção superior e inferior.

Depois de removida a matriz, o bloco de resina composta foi fotopolimerizado novamente por 4 sequências de 40s nas laterais.

Para a cimentação, a matriz foi posicionada e fixada sobre a superfície da cerâmica para que o espécime de resina composta pudesse ser cimentado paralelo ao eixo x (Figura 9). O cimento resinoso foi manipulado como descrito anteriormente, aplicado no corpo de prova de resina composta e cimentado à zircônia. Após o cimento ser fotopolimerizado por 20s, a matriz foi removida, retirado o excesso de cimento com microbrush e este fotopolimerizado novamente por 4 sequências de 40s nas paredes laterais.

Assim, os corpos-de-prova foram confeccionados em forma de cilindro, com secção transversal circular ($\varnothing=0,85\text{mm}$) e área aderida de $0,57\text{mm}^2$.



Figura 9 – Cimentação no teste de microcisalhamento

Após 24h em solução salina (água destilada) a 37°C , o teste de microcisalhamento foi realizado. Os corpos de prova foram posicionados na máquina de ensaio universal (EMIC) e uma carga foi aplicada (1 mm/min) perpendicular a interface adesiva até ocorrer a falha. O teste foi realizado utilizando um fio metálico de $0,20\text{mm}$ de diâmetro (*Wire Loop*).

A resistência de união (em MPa) foi calculada dividindo-se força (N) pela área aderida (mm^2).

5.5. Cisalhamento

Sessenta blocos (n=30) de Y-TZP com dimensões finais de 5,5 x 5,0 x 3 mm foram produzidos. Cada bloco de Y-TZP foi embutido em um cilindro plástico (h: 14 mm e diâmetro: 25 mm) com resina acrílica de polimerização química da mesma forma que no teste de microcisalhamento. Após embutimento, os 30 blocos sem tratamento de superfície receberam apenas agente silano enquanto os 30 blocos com tratamento foram condicionados pelo método da silicatização/silanização, conforme explicado anteriormente.

Para a confecção dos espécimes de resina composta, foram utilizadas matrizes cilíndricas bipartidas metálicas de 3,25 mm de diâmetro e 3 mm de altura. A resina composta foi introduzida na matriz, previamente isolada com vaselina líquida, em incremento único, pressionada com placas de vidro e fotopolimerizada por 40s na porção superior e inferior. Depois de removida a matriz, o espécime foi fotopolimerizado novamente por 4 sequências de 40s nas laterais.

Para a cimentação, a matriz foi posicionada e fixada sobre a superfície da cerâmica para que a superfície adesiva do espécime de resina composta pudesse ser cimentado paralelo ao eixo x. O cimento resinoso foi manipulado, aplicado no corpo de prova de resina composta e cimentado à zircônia. Após o cimento ser fotopolimerizado por 20s, a matriz foi removida, retirado o excesso de cimento e este fotopolimerizado novamente por 4 sequencias de 40s nas paredes laterais (Figura 10).

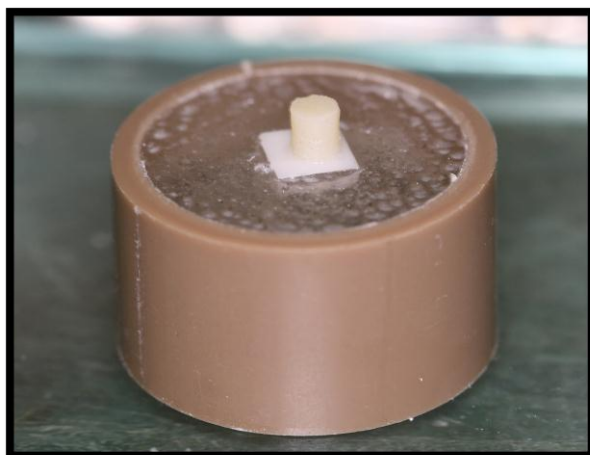


Figura 10 – Corpo de prova do teste de cisalhamento

Assim, os corpos de prova foram confeccionados em forma de cilindro, com secção transversal circular ($\varnothing=3,25$ mm) e área aderida de $8,30$ mm².

Após 24h em solução salina (água destilada) a 37°C, o teste de cisalhamento foi realizado com os mesmos procedimentos empregados no teste de microcisalhamento, apenas o fio (wire loop) utilizado tinha 0,30mm de diâmetro ao invés de 0,20mm como no teste de microcisalhamento.

A resistência de união (em MPa) foi calculada dividindo-se força (N) pela área aderida (mm²).

5.6. Micropush-out

Foram confeccionados sessenta blocos (n=30) de Y-TZP de dimensões 7,0 x 6,5 x 1,5 mm. Cada bloco de cerâmica foi perfurado no centro com uma broca diamantada cônica de bordas arredondadas 3131 (\varnothing menor: 1,92 mm; \varnothing maior: 2,43 mm e h: 4 mm) (KG Sorensen) até chegar à extremidade oposta. Para esse procedimento foi utilizado um dispositivo que permite fixar a caneta de alta rotação perpendicular à cerâmica, padronizando-as (Figura 11).

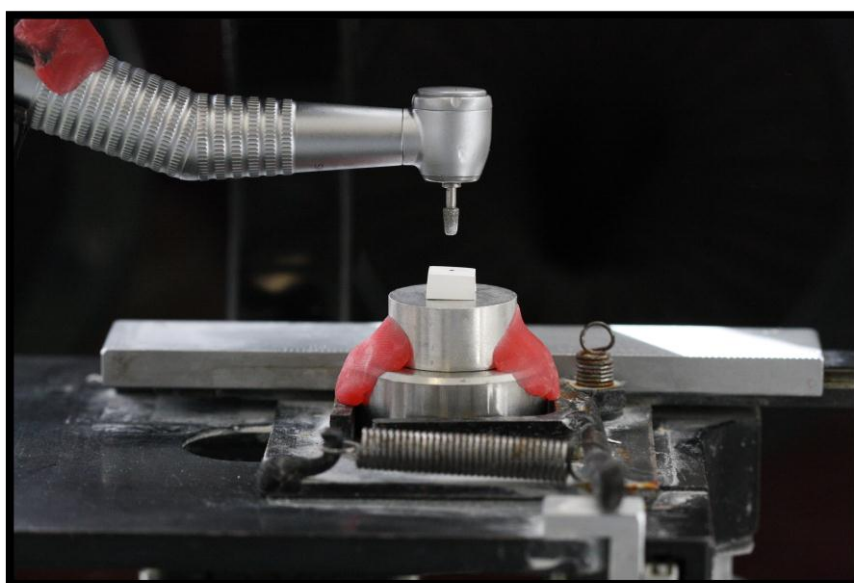


Figura 11 – Dispositivo de fixação da caneta de alta rotação para perfuração dos blocos de Y-TZP nos testes de push-out e micropush-out

Os blocos foram polidos, sinterizados e limpos da mesma forma que nos demais testes. Devido à contração de sinterização de 20% da zircônia, os blocos após sinterização adquiriram dimensões de 5,5 x 5,0 x 1,0 mm.

Para a confecção dos cones de resina composta foram utilizados como matrizes os blocos de zircônia já perfurados e sinterizados, como descrito anteriormente. O orifício do bloco de Y-TZP foi isolado com vaselina e preenchido com resina composta em um único incremento. Este foi pressionado com placas de vidro e fotopolimerizado por 40s na porção superior e inferior. Para cada bloco de Y-TZP foi confeccionado o seu respectivo tronco-cone de resina composta. Antes de remover o espécime de resina composta do interior da cerâmica, foi feita uma marcação com grafite para que posteriormente a resina composta pudesse entrar novamente na mesma posição de sua confecção (Figura 12).



Figura 12 – Marcação com grafite

Depois de removida do interior da zircônia, a resina composta foi fotopolimerizada novamente por 4 sequências de 40s nas laterais. Devido à necessidade de uso de vaselina líquida (Farmax), tanto a resina composta quanto o bloco de Y-TZP tiveram que ser novamente limpos. A cerâmica foi limpa em álcool isopropílico por 10 min. em vibração sônica (Vitasonic, VITA) e na resina composta foi aplicado ácido fosfórico 37% por 30 seg. Os blocos de Y-TZP foram secos e então trinta (n=30) do grupo sem tratamento receberam apenas agente silano, enquanto trinta foram tratados (sistema Cojet 3M/ESPE), conforme explicado anteriormente.

Para a cimentação, o cimento resinoso foi manipulado, aplicado no interior da zircônia e introduzido o espécime de resina composta, cuidando para que as marcações ficassem retas, permitindo assim uma excelente adaptação. O excesso de cimento foi removido e o conjunto foi fotopolimerizado por 40s em cada um dos lados. Após 24h em solução salina (água destilada) a 37°C, o teste de micropush-out foi realizado.

Para o teste de micropush-out, cada corpo de prova foi posicionado sobre um dispositivo metálico com abertura central ($\varnothing = 3 \text{ mm}$). Sempre o diâmetro maior do corpo de prova era colocado para baixo, ou seja, a carga foi sempre aplicada do menor para o maior diâmetro. Para o ensaio de extrusão (push-out), um cilindro metálico ($\varnothing_{\text{extremidade}} = 0,85 \text{ mm}$) induziu a carga somente sobre a porção central da resina composta, sem aplicá-la na cerâmica. Os corpos de prova foram submetidos a uma carga mais paralela possível em relação ao longo eixo do espécime (eixo y).

O teste foi executado em máquina de ensaio universal (EMIC) à velocidade de 1 mm/min. A resistência adesiva (MPa) foi obtida, conforme a fórmula $R = F/A$ onde, F = carga para ruptura do corpo de prova (N) e A = área interfacial (mm^2). Para isso, foi empregada a fórmula para cálculo de área lateral da figura de um tronco de cone circular reto de bases paralelas, conforme a Figura 1 (VALANDRO, 2007a).

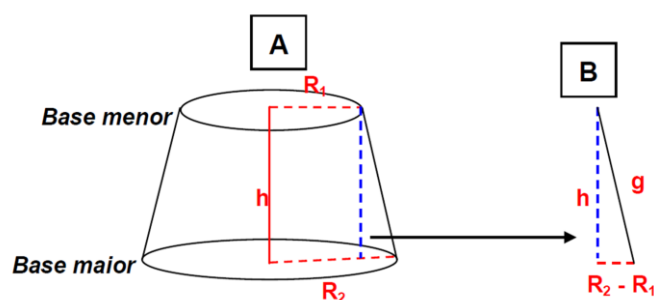


Figura 13 – Desenho esquemático correspondente à secção interna do cp (paredes cônicas), figura geométrica de um tronco de cone circular reto de bases paralelas; B – Figura geométrica (triângulo) para cálculo da geratriz g do tronco de cone ($g^2 = h^2 + [R_2 - R_1]^2$).

Então, $A = \pi \times g \times (R1 + R2)$ onde, A = área interfacial, $\pi = 3,14$, g = geratriz do tronco do cone, $R1$ = raio da base menor, $R2$ = raio da base maior. Para o cálculo da geratriz do tronco de cone “ g ” foi utilizado o Teorema de Pitágoras, o qual estabelece que o “quadrado da medida de hipotenusa = a soma dos quadrados das medidas dos catetos”, $g^2 = h^2 + [R2-R1]^2$, onde h = espessura do corpo de prova. Para obter $R1$ e $R2$, os diâmetros maior e menor foram medidos e divididos por 2. Esses diâmetros e a altura h do corpo de prova foram medidos por um paquímetro digital (Starrett 727, Starrett, Itu, Brasil) de cada um dos espécimes, previamente a cimentação.

5.7. Push-out

Foram confeccionados sessenta blocos ($n=30$) de Y-TZP de dimensões 7,0 x 6,5 x 4,0 mm. Como no teste de micropush-out cada bloco de cerâmica foi perfurado no centro com uma broca diamantada cônica de bordas arredondadas 3131 (KG Sorensen) até chegar à extremidade oposta, como descrito no teste de micropush-out. Os blocos foram polidos, sinterizados e limpos da mesma forma que nos demais.

A confecção dos espécimes de resina composta foi realizada assim como no teste de micropush-out, utilizando as cerâmicas como matrizes e se teve todos os mesmos cuidados. Trinta ($n=30$) blocos de Y-TZP receberam tratamento da superfície de união (Cojet 3M/ESPE) e os trinta blocos do grupo sem tratamento receberam apenas agente silano.

A cimentação da resina composta na porção perfurada do bloco de Y-TZP, foi realizada da mesma forma do teste de micropush-out. Após 24h em solução salina (água destilada) a 37°C, o teste de push-out foi realizado.

O teste de push-out foi feito como descrito no teste de micropush-out, assim como o cálculo da área aderida e da resistência de união.

5.8. Análise do modo de falha

Todos os corpos de prova foram analisados sob estereomicroscopia (Discovery V20, Carl-Zeiss) com aumento de 10-60x a fim de identificar o tipo de falha, classificando-a em adesiva, coesiva ou mista. A falha adesiva consiste em uma desunião na interface adesiva entre zircônia e cimento, a falha coesiva em uma ruptura do cimento ou da resina composta e a falha mista em uma desunião na interface adesiva, porém com presença de resíduos de cimento/resina composta. Todos foram avaliados pelo mesmo pesquisador, previamente treinado e não-cego.

5.9. Análise estatística

Os corpos de prova que apresentaram fraturas coesivas no cimento resinoso ou na resina composta foram excluídos da análise estatística, uma vez que os valores de resistência adesiva obtida não representam a resistência adesiva.

Os dados de resistência de união das versões “macro” e “micro” em cada geometria de ensaio mecânico foram comparados entre si, levando em conta os 2 tipos de tratamentos.

Inicialmente os testes de homogeneidade/homocedasticidade foram feitos. Posteriormente os grupos foram comparados utilizando-se teste de Análise de Variância 1-fator ($\alpha \leq 0,05$) para os valores paramétricos e para os valores não paramétricos, Mann Whitney ($\alpha \leq 0,05$).

O módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0) para cada tratamento de superfície em todos os testes mecânicos foi obtido. O módulo de Weibull representa a variação dos dados de resistência e expressa a distribuição de defeitos em uma estrutura (Kosmac 1999, Kosmac 2000, Salazar Marocho SM), enquanto a resistência característica indica o valor de resistência em que 63,21% dos espécimes sobrevivem ao valor determinado pela resistência característica.

O programa SPSS 13.0 foi utilizado para as análises estatísticas.

Resultados

6. RESULTADOS

A tabela 3 apresenta a estatística descritiva (médias e desvios padrão) de todos os grupos e a figura 14, a representação gráfica das médias de resistência adesiva.

Considerando o tratamento de superfície, os dados dos testes de tração, cisalhamento e microcisalhamento apresentaram distribuição normal, porém não houve homocedasticidade das variâncias ($p=0,000$), enquanto os testes de push-out e micropush-out apresentaram distribuição normal e homogênea ($p>0,05$) (teste de Shapiro-Wilk e Prova de Levene, ($p> 0,05$)).

O teste não paramétrico Mann-Whitney demonstrou diferenças estatisticamente significantes entre os grupos cisalhamento, tração e microcisalhamento com e sem tratamento de superfície, cujos valores foram superiores nos grupos com deposição de sílica ($p=0,000$). E o mesmo resultado foi verificado com o teste paramétrico de análise de variância (one way ANOVA) para os testes de push-out e micropush-out sem tratamento e com tratamento de superfície, sendo este superior ao grupo sem deposição de sílica ($p=0,000$).

Ao se analisar os grupos de mesmo tratamento de superfície e geometria, porém áreas adesivas diferentes houve diferenças entre os grupos microcisalhamento e cisalhamento tanto com quanto sem tratamento de superfície ($p=0,000$), sendo o microcisalhamento superior ao cisalhamento. Também houve diferença significativa entre os grupos micropush-out e push-out com e sem tratamento, sendo os valores do teste de push-out superiores, assim como nos grupos microtração e tração com tratamento, em que a microtração foi superior ($p=0,000$).

A tabela 4 apresenta os parâmetros de Weibull (resistência característica (σ_0) em MPa e módulo de Weibull (m) em função das condições dos ensaios de resistência de união e tratamento de superfície. O módulo de Weibull é o parâmetro que mede a homogeneidade dos dados de resistência, sendo que valores superiores a 10 estão associados com menor variabilidade de resistência, o que significa maior confiabilidade estrutural do material, no nosso

caso, da adesão. E a resistência característica é o valor de resistência em que 63,21% dos espécimes irão sobreviver.

Segundo a análise, a resistência característica foi significativa e diferente entre todos os ensaios micro e macro de mesma geometria, sendo superior nos testes de microcisalhamento, microtração e push-out, e significativa e diferente entre os grupos com e sem tratamento, sendo superior nos grupos com deposição de sílica.

Quanto ao módulo de Weibull, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos com e sem tratamento de superfície para os testes “macro” (cisalhamento, tração e push-out). No entanto, houve diferença estatística nos valores de m para os grupos com e sem tratamento para os testes microcisalhamento e micropush-out, sendo os valores superiores nos grupos com tratamento de superfície. Os ensaios de microcisalhamento e cisalhamento sem tratamento e microtração e tração com tratamento apresentaram módulo de Weibull estatisticamente diferentes, sendo os valores dos testes de cisalhamento e microtração superiores, enquanto os demais não apresentaram diferenças estatísticas entre os testes de mesma geometria, porém áreas de união diferentes.

E por fim, a tabela 5 apresenta a porcentagem (%) de todas as falhas segundo cada ensaio mecânico, enquanto na tabela 6, estão representadas as médias de resistência adesiva de cada um dos testes conforme o modo de fratura.

Tabela 3 -Médias e Desvio padrão dos resultados de resistência à fratura

	Cisalhamento (MPa)*		Tração (MPa)*		Push-out (MPa)*	
	Micro	Macro	Micro	Macro	Micro	Macro
Sem Tratamento	9,25 (5,45) ^{A,b}	4,22 (0,99) ^{B,b}	-----	4,58 (2,06) ^b	28,93 (10,69) ^{B,b}	41,47 (9,92) ^{A,b}
Com Tratamento	46,85 (11,63) ^{A,a}	11,89 (4,04) ^{B,a}	37,24 (5,63) ^A	10,47 (5,13) ^{B,a}	38,05 (6,67) ^{B,a}	50,96 (6,99) ^{A,a}

*Só foram comparados entre si os testes de mesma geometria

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística ($p=0,00$) entre as áreas de união dos espécimes, de mesma geometria, mantendo o mesmo tipo de tratamento.

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística ($p=0,00$) entre o tipo de tratamento de superfície, mantendo a área de união do espécime e geometria.

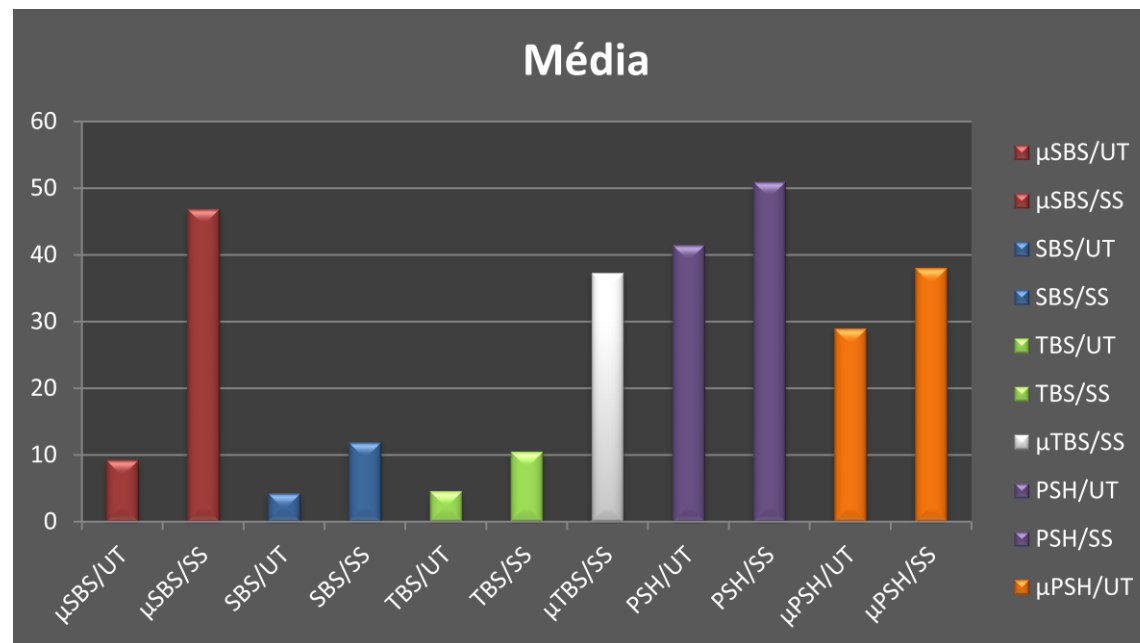


Figura 14 – Gráfico das médias de resistência adesiva (MPa)

Tabela 4 – Parâmetros de Weibull

Trat. de Superfície	Parâmetro Weibull	Ensaio de Resistência de União					
		Cisalhamento		Tração		Push-out	
		Micro	Macro	Micro	Macro	Micro	Macro
Sem	σ_0	10,5 (8,3-13,2) ^e	4,6 (4,2-5,0) ^f	---	5,2 (4,2-6,2) ^f	32,4 (27,9-37,4) ^d	45,2 (41,5-49,2) ^{b,c}
	m	1,8 (1,3-2,4) ^D	4,8 (3,5-6,4) ^{A,B,C}	---	2,3 (1,6-3,1) ^D	2,8 (2,0-3,8) ^{C,D}	4,8 (3,5-6,5) ^{A,B,C}
Com	σ_0	51,3 (46,5-56,5) ^{a,b}	13,3(11,6-15,1) ^e	39,6 (37,4-41,8) ^c	11,8 (9,6-14,6) ^e	40,8 (38,1-43,6) ^c	53,9 (51,2-56,7) ^a
	m	4,2 (3,1-5,7) ^{B,C}	3,1 (2,3-4,2) ^{C,D}	7,5 (5,4-10,1) ^{A,B}	2,1 (1,5-2,9) ^D	6,6 (4,7-9,0) ^{A,B}	8,1 (5,9-11,0) ^A

Parâmetros de Weibull (resistência característica, σ_0 , em MPa, e módulo de Weibull, m) em função do ensaio de resistência de união e do tratamento de superfície. Os intervalos de confiança de 95% estão entre parênteses. Valores com os mesmos sobrescritos são estatisticamente semelhantes, indicando que não houve sobreposição dos intervalos de confiança (letras minúsculas para valores de σ_0 e letras maiúsculas para módulo de Weibull). Não foi possível obter valores de resistência de união para ensaios de micro-tração.

Tabela 5 – Modo de falha de todos os grupos (%)

	MICROCISALHAMENTO		CISALHAMENTO		MICROTRAÇÃO	TRAÇÃO		MICROPUSH-OUT		PUSH-OUT	
	SEM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO	SEM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO	SEM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO	SEM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO	SEM TRATAMENTO	COM TRATAMENTO
Adesiva	70	3	90	13	6	3	-----	57	24	7	-----
Mista	30	97	10	87	86	94	87	43	63	93	97
Coesiva	-----	-----	-----	-----	8	3	13	-----	13	-----	3

Falha adesiva :desunião na interface adesiva entre zircônia e cimento; falha coesiva: ruptura no interior do cimento ou da resina composta; Fraturas mistas: falha na interface adesiva com presença de resíduos de cimento/resina composta.

Tabela 6 – Média da resistência adesiva de cada teste x modo de fratura

TESTE	MÉDIA DA RESISTÊNCIA ADESIVA DOS CP COM FALHA ADESIVA (MPa)	MÉDIA DA RESISTÊNCIA ADESIVA DOS CP COM FALHA MISTA (MPa)	MÉDIA DA RESISTÊNCIA ADESIVA DOS CP COM FALHA COESIVA (MPa)
μSHS/ UT	8,26	11,54	-----
μSHS/ SS	38,47*	47,13	-----
SHS/ UT	4,19	4,50	-----
SHS/ SS	10,42	12,12	-----
μTBS/ SS	35,65	37,57	34,28
TBS/ UT	6,11*	4,52	6,51*
TBS/ SS	-----	10,47	15,81
μPSH/ UT	23,15	36,48	-----
μPSH/ SS	32,77	40,00	44,97
PSH/ UT	22,60	42,82	-----
PSH/ SS	-----	50,96	34,99*

* Não foi possível calcular a média, pois havia apenas um espécime com aquele tipo de falha

Discussão

7- DISCUSSÃO

Como os testes de cisalhamento e tração apresentam limitações conhecidas, este trabalho buscou testar, além dos testes existentes, uma nova alternativa de avaliação, pois segundo Mirmohammadi et al (2010), eles acreditam que é necessário um novo teste para avaliar especialmente espécimes com forte interface de união. Assim, foram realizados os testes de push-out e micropush-out em zircônia, como uma nova alternativa para avaliar a resistência adesiva de diferentes materiais. Na engenharia, estes testes são amplamente utilizados para avaliar resistência adesiva entre fibra e compósitos (CHANDRA; ANANTH, 1995; LIN; GEUBELLE; SOTTOS, 2001) assim como entre implante e osso (DHERT et al, 1992). Na odontologia, são utilizados para avaliar a resistência adesiva entre pinos de fibra e dentina radicular (VALANDRO, 2007a; BERGOLI; AMARAL; VALANDRO, 2012; BERGOLI et al, 2012). Segundo Goracci et al (2004), o teste de push-out proporciona resultados com pouca variabilidade e parece ser a técnica mais precisa e confiável em medir a união de pinos de fibra à dentina radicular.

No presente trabalho, o teste de push-out apresentou os mais altos valores de resistência adesiva com e sem tratamento de superfície. Ambos os grupos, PSH/UT e PSH/SS, foram estatisticamente diferentes do μ PSH/UT e μ PSH/SS, que ao contrário dos demais, apresentou valores inferiores ao "macro". O que poderia ser explicado pelo aumento da tensão de cisalhamento (T_s) e resistência à fricção (T_f) do espécime de maior espessura (CHANDRA; GHONEM, 2001). Além disso, espécimes de menor espessura (≤ 1 mm) podem sofrer uma leve flexão, durante a execução do teste de push-out, fazendo com que ocorram forças de tração na porção inferior e portanto distribuição não homogênea na interface adesiva, sendo a desunião causada por outras tensões além do cisalhamento (CHANDRA; ANANTH, 1995)

Quanto ao modo de fratura, o PSH apresentou mais de 90% de suas falhas mistas, sendo que devido a sua espessura de 3 mm, a porção inferior foi completamente extruída, permanecendo uma porção de cimento e resina composta na porção interna da cavidade. Isso pode ser explicado pela alta

concentração de tensão próxima a porção inferior, onde a tensão de cisalhamento atinge valores críticos na fase de completa desunião (CHANDRA; ANANTH, 1995). Além disso, tanto PSH/UT como PSH/SS apresentaram os mais altos valores de resistência característica, assim como módulo Weibull. Portanto, apesar do teste de push-out apresentar influência da resistência de fricção, tanto no grupo sem tratamento como no grupo com deposição de sílica, ele foi capaz de detectar as diferenças entre os grupos com e sem tratamento e além disso, apresentou a menor variabilidade de resultados entre todos os testes, caracterizando-se como o teste mais confiável e talvez o mais indicado para a análise de resistência adesiva em zircônia Y-TZP.

O teste de micropush-out, apresentou valores de resistência inferiores ao teste “macro”, mas ainda com diferença estatisticamente significativa. Suas falhas foram predominantemente adesivas no grupo μ PSH/UT e mistas no μ PSH/SS, apresentando 13% de falhas coesivas, superior ao encontrado no teste de PSH/SS (3%). As falhas predominantemente adesivas podem ser explicadas pela menor resistência friccional, enquanto as coesivas podem ser explicadas pela distribuição não homogênea durante o teste, que devido a menor espessura do espécime, apresenta uma leve flexão, ocasionando no aparecimento de tensões de tração ao invés de apenas tensões de cisalhamento (CHANDRA; GHONEM, 2001).

Quanto à resistência característica e o módulo de Weibull, o micropush-out apresentou diferença estatisticamente significativa do PSH apenas quanto a (σ_0), sendo esta inferior ao teste “macro”. Sendo assim, o teste de micropush-out também poderia ser uma alternativa de teste para a Y-TZP.

Os mais baixos valores de resistência adesiva foram obtidos nos grupos SBS e TBS, o que está de acordo com a literatura, já que os testes “macro” tendem a ter valores de resistência inferior aos testes “micro” (SCHERRER, CESAR, SWAIN, 2010; ARMSTRONG et al, 2010; BRAGA et al, 2010), devido a maior probabilidade de uma falha de tamanho crítico estar presente (Griffith, 1920). E isto, foi confirmado no presente estudo, pois independente do tipo de tratamento de superfície, a área do espécime influenciou os valores de resistência adesiva, já que para todos os testes “micro” foram obtidos valores maiores e diferentes estatisticamente que seus correspondentes “macro”. A

exceção foi o teste de push-out, que apresentou valores superiores ao micropush-out.

O teste de tração (TBS), segundo Della Bona e Van Noort (1995). é considerado um teste mais apropriado para avaliar a capacidade adesiva que o teste de cisalhamento, pois sua distribuição de tensões, ainda que não uniforme, é mais homogênea na área de interface, do que no teste de cisalhamento. No presente trabalho, o teste de tração apresentou os menores valores de resistência adesiva, tanto sem tratamento como nos grupos com deposição de sílica (CoJet), cujos valores se mostraram muito inferiores aos encontrados em outros trabalhos (KERN; WEGNER, 1998; KIM et al, 2005). E apresentaram maior percentual de falhas coesivas nos grupos com e sem tratamento, o que está de acordo com os trabalhos em AEF, os quais afirmam que não há uma uniformidade de distribuição de tensões no teste de tração, o qual apresenta locais de alta concentração, fazendo com que a fratura seja iniciada a partir de defeitos pré-existentes de difícil localização (VAN NOORT, 1989; VAN NOORT et al, 1991; SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; BRAGA et al, 2010).

Em análise em esteromicroscópio com 30x aumento, as fraturas no teste de tração foram quase na sua totalidade mista, em forma de meia lua (mais de 85%), o que indica, segundo Øilo (1993), uma falta de alinhamento durante a adesão ou durante a execução do teste. Além disso, o teste de tração apresentou os valores mais baixos de resistência característica, valor cujo 63,21% dos espécimes fraturaram (σ_0), assim como módulo de Weibull (m), o que indica um teste de alta variabilidade para testar resistência adesiva em Y-TZP. Porém, esses achados podem estar diretamente relacionados com a falta de alinhamento do espécime, o que é considerado uma limitação dos testes de tração.

Ao contrário do teste de tração, o teste de microtração (μ TBS/SS) apresentou altos valores de resistência adesiva e diferente estatisticamente do teste de TBS/SS. Segundo Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2006), o teste de microtração em Y-TZP permite uma avaliação direta da resistência adesiva, ao contrário do teste de cisalhamento que ainda é o teste mais amplamente utilizado para avaliar resistência adesiva em zircônia (DÉRAND; DÉRAND, 2000; LÜTHY; LOFFEL; HAMMERLE, 2006; ÖZCAN; KERKDIJK; VALANDRO,

2008; OZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008; ÖZKURT; KAZAZOGLU; ÜNAL; 2010).

As fraturas do teste de microtração foram semelhantes aos do grupo TBS/SS, apresentando também falhas coesivas, o que pode ser talvez explicado pela tensão causada durante os cortes dos espécimes (SHONO et al, 1999). Pois, devido à alta resistência da zircônia, os cortes são de difícil execução, podendo durante este procedimento causar trincas e defeitos ao cimento e a resina composta (ABOUSHELIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2007; ARMSTRONG et al, 2010). O corte dos espécimes só foi possível devido à introdução de polivinilsiloxano de consistência leve entre as fatias, o que provavelmente amorteceu e melhorou a distribuição das tensões provocadas pelo corte. Tanto que não foi possível executar o teste de microtração sem tratamento, devido à perda de todas as barras durante o corte, pois este teste apresenta limitações em medir resistência adesiva menores que 5 MPa (PASHLEY et al, 1995; ARMSTRONG et al, 2010).

Além disso, μ TBS/SS apresentou alto módulo de Weibull, assim como os testes push-out, micropush-out e microcisalhamento com tratamento, porém entre os testes “micro”, a microtração apresentou o valor de resistência característica mais baixa. Portanto, apesar μ TBS/SS apresentar maiores valores de resistência, melhor distribuição de tensões e predomínio de falhas adesivas (ARMSTRONG et al, 2010), consiste em um teste de difícil execução em Y-TZP, sendo aplicável apenas em casos de alta resistência adesiva.

O teste de “macro” cisalhamento com e sem tratamento, apresentaram baixos valores de resistência adesiva e diferença estatisticamente significativa do teste de microcisalhamento. O grupo SBS/SS chegou a ter valores de resistência quase 4 vezes inferior ao grupo μ SBS/SS, ou seja, valores muito inferiores aos encontrados na literatura (LÜTHY; LOFFEL; HAMMERLE, 2006). Quanto às falhas, estas foram semelhantes entre o grupo “micro” e “macro” e não apresentaram falhas coesivas, que segundo a literatura era o esperado (Della Bona; Van Noort, 1995). O módulo de Weibull e a resistência característica do grupo SBS/SS foram baixos em relação aos demais, porém entre os grupos sem tratamento, o grupo SBS apresentou o maior módulo de Weibull, o que poderia ser interpretado com um teste alternativo para avaliar baixas resistências adesivas, tanto que o teste de cisalhamento não é

recomendado para valores de resistência adesiva acima de 20 MPa, devido a tendência de aumento no percentual de fraturas predominantemente coesivas no substrato (EICK et al, 1991; SCHREINER et al, 1998).

Já o teste de microcisalhamento apresentou altos valores de resistência adesiva, apresentando a maior diferença de valores entre os grupos μ SBS/UT e μ SBS/SS (aumento de 400%). Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Miragaya et al (2011), que tiveram valores semelhantes aos encontrados por nós. Porém, em seu trabalho o grupo tratado com sílica teve falhas predominantemente coesivas (80%), enquanto aqui estas não foram encontradas (0%), mesmo com valores de resistência um pouco superiores. E diferentemente de nós, eles encontraram um aumento de apenas 134% do grupo sem tratamento para o grupo silicatizado/sinalizado. A resistência característica e o módulo Weibull no grupo μ SBS/SS foram altos, enquanto no grupo μ SBS/UT ambos foram baixos, sendo o m o valor mais baixo entre todos, indicando uma alta variabilidade da interface de união em casos de baixa resistência adesiva.

Portanto, a primeira hipótese foi parcialmente aceita, pois a resistência adesiva dos testes “micro” obtiveram os maiores valores de resistência, exceto pelos testes de push-out e micropush-out. E quanto aos parâmetros de Weibull, o teste de micropush-out apresentou valores de m e σ_0 inferiores ao push-out e μ SHS/UT também apresentou m inferior ao SHS/UT

Como já verificado na literatura (KERN; WEGNER, 1998; DÉRAND; DÉRAND, 2000; ÖZCAN; KERKDIJK; VALANDRO, 2008; OZCAN; NIJHUIS; VALANDRO, 2008; MAIR; PADIPATVUTHIKUL, 2010; ATTIA; LEHMANN; KERN, 2011), o sistema de jateamento com partículas de Al_2O_3 modificadas por óxido de sílica seguido de silanização, aumentou significativamente a resistência adesiva, independentemente do teste. A técnica de silicatação consiste na deposição de partículas de Al_2O_3 (30-110 μ m) modificadas por sílica na superfície da cerâmica, através do impacto dessas partículas pela pressão do jateamento, proporcionando uma união química entre a superfície modificada pela sílica e os cimentos resinosos através do agente silano. Além disso, o aumento da rugosidade proporciona também um aumento da energia de superfície e da área, que favorece a união dos materiais (AMARAL, R. et al,

2006; ÖZCAN, M., NIJHUIS, H.; VALANDRO, LF, 2008; VALANDRO, L.F. et al, 2006).

No teste de microcisalhamento e microtração, os valores de resistência dos grupos com tratamento de superfície chegaram a ser, respectivamente 5 e 37 vezes maiores que os grupos sem tratamento, cuja adesão é muito fraca em função das características microestruturais das cerâmicas Y-TZP (sem conteúdo vítreo/sílica). Portanto, a segunda hipótese desse estudo foi aceita, já que todos os grupos com deposição de sílica obtiveram valores superiores aos grupos sem tratamento. E como todos os testes foram capazes de detectar diferença entre os grupos com e sem tratamento, a terceira hipótese foi totalmente aceita.

Devido à complexidade dos tipos de falhas, estes foram classificados em falhas adesiva, mista e coesivas (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a; SHONO et al, 2007; SHONO et al, 1999; BRAGA et al, 2010). Segundo Scherrer, Cesar e Swain (2010), as falhas mistas com grande quantidade de partes coesivas em cimento ou resina deveriam ser eliminadas. Portanto, o presente estudo eliminou as falhas coesivas e predominantemente coesivas da análise estatística, pois não são representativas da interface de união, porém estas foram mantidas no percentual de falhas, para um melhor conhecimento da distribuição das tensões de cada teste. Portanto, a quarta hipótese foi parcialmente aceita, já que apenas o teste de tração apresentou percentuais de falha coesiva superior à microtração, no cisalhamento estas foram semelhantes e no push-out, o teste “micro” foi superior ao teste “macro”.

Ao analisarmos a tabela 5, todos os testes com tratamento de superfície, exceto micro e macro cisalhamento, apresentaram algum percentual de falhas coesivas e ao avaliarmos a tabela 6, podemos ver que conforme aumenta a resistência adesiva dos espécimes, eles passam de falhas adesiva, para mista e então coesiva.

Segundo Øilo (1993) estudos de diferentes laboratórios não deveriam ser comparados entre si, devido a falta de padronização, já que além da diferença de materiais e metodologias, existe a influência de cada operador. Sendo assim, este trabalho buscou comparar as diferentes metodologias de avaliação de resistência adesiva em Y-TZP, uma vez que não existem trabalhos comparando todos os testes mecânicos, para que dentro dos

mesmos parâmetros pudessemos verificar os testes mais indicados para esse material. Porém, seria interessante, em trabalhos futuros, realizar AEF para compreender totalmente a magnitude da distribuição da tensão nos testes de push-out e micropush-out.

Conclusão

8. CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia empregada e os resultados obtidos, concluímos que:

- (1) O teste de tração, devido a alta variabilidade de seus resultados parece ser o teste menos recomendado para avaliar resistência adesiva em Y-TZP.
- (2) Os testes push-out, micropush-out, microtração e microcisalhamento apresentaram maiores valores de m , proporcionando maior confiabilidade e portanto, parecem ser os testes mais recomendados para avaliar a resistência adesiva em Y-TZP.
- (3) Os testes de microtração, microcisalhamento e “macro” push-out apresentaram os valores médios mais altos de resistência adesiva;
- (4) O condicionamento da superfície da Y-TZP com silicatização/silanização aumentou significativamente a resistência adesiva, independente do ensaio mecânico;
- (5) As maiores porcentagens de falhas coesivas foram encontradas nos ensaios de microtração, tração, micropush-out na condição de silicatização/silanização;

*Referências
Bibliográficas*

9. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABOUSHLIB, M. N.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: zirconia veneering ceramics. **Dent Mater**, v. 22, p. 857- 863. 2006.

ABOUSHLIB, M. N.; KLEVERLAAN, C. J., FEILZER, A. J. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. **J Prosthet Dent**, v. 98, p. 379- 388. 2007.

AMARAL, R.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Microtensile Bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. **Dent Mater**, v. 22, p. 283- 290. 2006.

ANUSAVICE, K. J.; DEHOFF, P. H.; FAIRHURST, C. W. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. **J Dent Res**, v. 59, n. 3, p. 608-613. 1980.

ARDLIN, B. I. Transformation-toughened for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. **Dent Mater**, v. 18, p. 590- 595. 2002.

ARMSTRONG, S. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. 50-62. 2010.

ATTIA, A.; LEHMANN, F.; KERN, M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. **Dent Mater**, v. 27, p. 207- 213. 2011.

BERGOLI, C.; AMARAL, M.; VALANDRO, L.F. The disk-specimen height does not influence the push-out bond strength results between fiber post and root dentin. **J Adhes**. 2012. (aceito para publicação)

BERGOLI, C.; AMARAL, M.; BOARO, L.; BRAGA, R.R.; VALANDRO, L.F. Fiber post cementation strategies: effect of mechanical cycling on push-out bond strength and cement polymerization stress evaluation. **J Adhes Dent** 2012. (aceito para publicação)

BRAGA, R. R. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. 38-49. 2010.

CARDOSO, P. E. C.; BRAGA, R. R.; CARRILHO, M. R. O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater**, v. 14, p. 394-398. 1998.

CHANDRA, N; ANANTH, C.R. Analysis of interfacial behavior in MMCs and IMCs by the use of thin-slice push-out tests. **Compos Sci Technol.**, v. 54, n. 1, p. 87-100. 1995.

CHANDRA, N.; GHONEM, H. Interfacial mechanics of push-out tests: theory and experiments. **Composites: Part A**, v. 32, p. 575- 584. 2001.

CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. **J Am Ceram Soc**, v. 92, n. 9, p. 1901-1920. 2009.

CHEVALIER, J. et al. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. **Biomaterials**, v. 25, p. 5539- 5545. 2004.

DEHOFF, P. H.; ANUSAVICE K, J.; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. **Dent Mater**, v. 11, p. 126-131.1995.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res**, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, sept. 1995.

DÉRAND, P.; DÉRAND, T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. **Int J Prosthodont**, v. 13, p. 131- 135. 2000.

DHERT, W. J. A. et al. A finite element analysis of the push-out test. Influence of test conditions. **J Biomed Mater Res**, v. 26, p. 119- 130. 1992.

EICK, J. D. et al. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. **Quintessence Int.**, v. 24, p. 571-582. 1993.

GORACCI, C. et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. **Eur J Oral Sci**, v. 112, p. 353-361. 2004.

GRIFFITH, A. A. The phenomena of rupture and flow in solids. **Phil Trans Roy Soc Lon (Series A)**, p. 168-198. 1921.

GUAZATTO, M. et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dent Mater**, v. 20, p. 449-456. 2004.

KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dent Mater**, v. 14, p. 64- 71. 1998.

KIM, B. K. et al. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **J Prosthet Dent**, v. 94, p. 357-62. 2005.

KOSMAC, T. et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dent Mater**, v.15, p. 426-33.1999.

LIN, G.; GEUBELLE, P. H.; SOTTOS, N. R. Simulation of fiber debonding with friction in a model composite push-out test. **Int J Solids Struct**, v. 38, p. 8547-8562. 2001.

LÜTHY, H; LOEFFEL, O.; HAMMERLE, C. H. F. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. **Dent Mater**, v. 22, p. 195-200. 2006.

MAIR, L.; PADIPATVUTHIKUL, P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. 17- 23, Feb. 2010.

MATINLINNA, J. P. et al. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. **Dent Mater**, v. 22, p. 824- 831. 2006.

MAY, L.G.; PASSOS, S.P.; BARCA, D.C.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M.A.; VALANDRO, L.F. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. **J Biomed Mater Res Part B, Appl Biomater**, v. 95, n. 1, p. 67 – 69, Oct. 2010.

MCDONOUGH, W. G. et al. A microshear test to measure bond strengths of dentin–polymer interfaces. **Biomaterials**, v. 23, p. 3603-3608. 2002.

MIRAGAYA, L. et al. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. **J Adhes Dent**, v. 13, n. 5, p. 473- 480, oct. 2011.

MIRMOHAMMADI, H. et al. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: part III. Phosphate monomer resin cements. **Dent Mater**, v. 26, p. 786- 792. 2010.

MORAES, M.C.C.S.B. et al. Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments. **J Mater Res**, v. 7, n. 4, p. 643-649. 2003.

ØILO, G. Bond strength – what does it mean? **Int Dent J**, v. 43, p. 492-498. 1993.

ÖZCAN, 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**, v. 99, n. 1, p. 62- 67. 2011.

ÖZCAN, M.; KERKDIJK, S.; VALANDRO, L.F. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturer's instructions of the cements only. **Clin Oral Invest.**, v. 12, n. 3, p. 279- 282. 2008.

ÖZCAN, M.; NIJHUIS, H.; VALANDRO, L. F. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. **Dent Mater J**, v. 27, n.1, p. 99-104. 2008.

ÖZKURT, Z.; KAZAZOGLU, E.; ÜNAL, A. In vitro evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zirconia. **Dent Mater J**, v. 29, n. 2, p. 138-146. 2010.

PASHLEY, D. H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, v. 11, p. 117-125.1995.

PASSOS, S.P.; MAY, L. G.; BARCA, D. C.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L. F. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after long-term storage and thermal cycling. **Oper Dent**, v. 35, n. 6, p. 689-696. 2010.

PECORA, N. et al. Comparison of shear bond strength relative to two testing devices. 2002. **J Prosthet Dent**, v. 88, p. 511- 515. 2002.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater**, v. 14, p. 120-8.1998a.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater**, v. 14, p. 212-221.1998b.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, p. 1-25. 1999.

RASMUSSEN, S. T. Analysis of dental shear bond strength test, shear or tensile? **Int J Adhesion and Adhesives**, v. 16, n. 3, p. 147-154.1996.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, v. 10, p. 236-240.1994.

SCHERRER, S. S.; CESAR, P. F.; SWAIN, M. V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. 78-93. 2010.

SCHREINER, R. F. et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater**, v. 14, p. 194-201. 1998.

SHONO, Y. et al. Effect of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. **Dent Mater**, v. 13, p. 290-296.1997.

SHONO, Y. et al. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res**, v. 78, n. 2, p. 699-705.1999.

SOARES, C. J. et al. Microtensile specimen attachment and shape- finite element analysis. **J Dent Res**, v. 87, n. 1, p. 89-93. 2008.

SUDSANGIAM, S.; VAN NOORT, R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J Adhes Dent**, v. 1, n. 1, p. 57-67.1999.

TAIRA, M. et al. Studies on fracture toughness of dental ceramics. **J Oral Rehab**, v. 17, p. 551-563. 1990.

TINSCHERT, J. et al. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. **J Dent**, v. 28, p. 529-535. 2000.

VALANDRO, L. F. Effect of mechanical cycling on the push-out bond strength of fiber posts adhesively bonded to human root dentin. **Oper Dent**, v. 32, n.6, p. 579- 588. 2007a.

VALANDRO, L. F. et al. Microtensile Bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. **Int J Prosthodont**, v. 20, p. 70-72. 2007b.

VALANDRO, L. F. et al. Does the bonded cross-sectional surface area affect the microtensile bond strength of resin cement to glass-ceramic? **Minerva Stomatol**, v. 57, n. 10, p. 497-504. 2008.

VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurement. **J Dent**, v. 17, p. 61-67.1989.

VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res**, v. 70, n. 5, p. 889- 893.1991.

YUN, J. Y. et al. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. **Dent Mater**, v. 26, p. 650-658. 2010.

Anexos

10. ANEXOS

Anexo A – Tabela de resistência adesiva e número de barras obtidas e perdidas durante o corte no teste de microtração

N	RESISTÊNCIA ADESIVA (MPa)	BARRAS OBTIDAS	BARRAS PERDIDAS
cp1	30,97	5	4
cp2	30,87	9	0
cp3	39,34	4	0
cp4	42,99	3	6
cp5	25,2	3	3
cp6	35,87	6	3
cp7	38,17	9	0
cp8	35,58	3	6
cp9	43,92	9	0
cp10	46,49	6	3
cp11	42,47	3	6
cp12	34,32	6	3
cp13	40,96	9	0
cp14	23,61	3	6
cp15	36,29	9	0
cp16	37,62	7	2
cp17	39,2	9	0
cp18	42,69	9	0
cp19	38,03	9	0
cp20	32,57	3	3
cp21	44,62	6	3
cp22	41,22	9	0
cp23	46,92	6	3
cp24	34,92	9	0
cp25	34,55	9	0
cp27	34,14	3	6
cp28	36,64	8	0
cp29	35,05	9	0
cp30	34,65	12	0

* O cp 26 foi excluído devido a falhas coesivas. Não foram atribuídos valores as barras perdidas, pois estas falharam em área de não-interesse ao estudo (coesiva em resina composta).