

# Influência do método de limpeza da zircônia na adesão da prótese após a contaminação com saliva

Influence of the zirconia cleaning method on prosthesis adhesion after saliva contamination

Katya Guerra Nassif Farah BLANC<sup>a</sup>, Deyse Tavares de CARVALHO<sup>b</sup>, Carlos Nelson ELIAS<sup>c\*</sup>

<sup>a</sup>UVA – Universidade Veiga de Almeida, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

<sup>b</sup>Clínica Privada, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

<sup>c</sup>IME – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

**Como citar:** Blanc KGNF, Carvalho DT, Elias CN. Influência do método de limpeza da zircônia na adesão da prótese após a contaminação com saliva. Rev Odontol UNESP. 2019;48:e20190068. <https://doi.org/10.1590/1807-2577.06819>

## Resumo

**Introdução:** A contaminação das restaurações de zircônia com saliva antes da cimentação influencia na resistência da adesão face à afinidade com os íons da saliva. **Objetivo:** Analisar os métodos de limpeza da zircônia na adesão à dentina após a contaminação com saliva. **Material e método:** Oitenta amostras de zircônia com dimensão 4×11×3 mm foram cortadas de blocos pré-sinterizados (3Y-TZP, In-Ceram - VITA) e sinterizadas. Após a sinterização, as amostras foram jateadas com partículas de óxido de alumínio, lavadas em água destilada e divididas em dois grupos com base no tipo de cimento de adesão: RelyX U200 Clicker® (grupo R) ou Multilink N® (grupo M). As amostras foram divididas em quatro subgrupos (n=10) de acordo com os métodos de limpeza e com o tipo de cimento: RG1 e MG1 (sem contaminação com saliva); RG2 e MG2 (sem contaminação e limpeza com Ivoclean®); RG3 e MG3 (com contaminação e limpeza com água); RG4 e MG4 (com contaminação e limpeza com Ivoclean®). Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água por 10 dias. A resistência da adesão foi determinada pelo teste de cisalhamento. **Resultado:** Os resultados mostraram que a maior e a menor resistência foram do Grupo RG2 e MG2, respectivamente. Entre as amostras cimentadas com RelyX™, somente o grupo RG4 apresentou diferença na resistência da adesão (p=0,018) em relação aos demais subgrupos. Entre os grupos cimentados com Multilink N®, não houve diferença estatística (p>0,05) na resistência. **Conclusão:** Os resultados mostraram que o agente de limpeza Ivoclean® não foi efetivo na descontaminação e não influenciou na resistência ao cisalhamento.

**Descritores:** Adesão da zircônia; contaminação com saliva; cisalhamento.

## Abstract

**Introduction:** An important clinical factor related to the adhesion of ceramic restorations is the contamination with saliva before cementation. The zirconia has strong affinity with the ions present in the saliva which can interfere in the cementation adhesion. **Objective:** to evaluate the influence of the zirconia cleaning methods on the dentin adhesion system after contamination with saliva. **Material and method:** Eight zirconia samples (4x11x3 mm) were cut from pre-sintered (3Y-TZP, In-Ceram-VITA®) zirconia blocks, sintered and sandblasted with alumina particles. After sintering the samples were washed in distilled water on the ultrasound and randomly divided into two groups based on the type of adhesion cement RelyX U200 Clicker® (group R) or Multilink N® (group M). Before cementation the samples were divided into four subgroups (n = 10) according to the cleaning and cementation methods: RG1 and MG1 (without contamination with saliva); RG2 and MG2 (without contamination and cleaning with Ivoclean®); RG3 and MG3 (with contamination and cleaning with H2O); RG4 and MG4 (with contamination and cleaning with Ivoclean®). After cementation, the samples were stored in water (37 °C for 10 days). The adhesion strength was determined by the shear strength test. **Result:** The results showed that the highest and lowest resistance were from the RG2 and MG2 subgroups, respectively. Among the samples



cemented with RelyX® only the RG4 subgroup presented a difference in adhesion resistance ( $p = 0.018$ ) in relation to the other subgroups. Among the subgroups cemented with Multilink N®, there was no statistical difference ( $p > 0.05$ ) in shear strength. **Conclusion:** Based on the results it was possible to conclude that the commercial cleaning agent Ivoclean® was not effective in the decontamination and did not influence the shear strength.

**Descriptors:** Adhesion of zirconia; contamination with saliva; shear strength.

## INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos são amplamente utilizados na Odontologia e seu emprego deve-se à sua boa resistência mecânica e à elevada qualidade estética, uma vez que permitem reproduzir cor, textura e forma dos dentes naturais<sup>1</sup>. Entre os cerâmicos usados nesta área, destaca-se a zircônia, desenvolvida para o emprego na preparação das próteses por sistemas CAD-CAM. A zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) é o principal cerâmico usado nesta área<sup>2,3</sup>. Estes materiais possuem elevada cristalinidade, propriedades mecânicas, resistência à degradação, propriedades estéticas favoráveis, resistência à flexão, biocompatibilidade e resistência à fadiga. A zircônia pode ser usada em próteses unitárias, múltiplas ou como infraestrutura para todos os tipos de restaurações<sup>4</sup>.

Uma das desvantagens da zircônia está associada à dificuldade da cimentação, a qual torna-se crítica com a contaminação com saliva. Quando ocorre a contaminação com saliva, há necessidade de limpeza e descontaminação antes de aplicar os agentes de união e cimentação.

O baixo potencial de adesividade é ainda uma desvantagem das cerâmicas Y-TZP, pois possuem uma estrutura cristalina entre 96% e 99% com uma mínima estrutura vítrea, tornando-a resistente ao tratamento de superfície com ácido fluorídrico<sup>5,6</sup>. Adicionalmente, devido à ausência de sílica em sua composição, a sinalização não é indicada, ou seja, o protocolo de cimentação adesiva convencional padronizada para porcelanas não é recomendado para as Y-TZP<sup>7</sup>.

Tzanakakis et al.<sup>8</sup> indicam a cobertura triboquímica (TBC) e o jateamento abrasivo com óxido de alumínio (JAA) no tratamento da superfície antes da cimentação. O JAA é um método comum para condicionar a superfície cerâmica, o qual garante microrretenções mecânicas.

O monômero de fosfato 10-metacrilóiloxidecyl di-hidrogenofosfato (10-MDP) promove a ligação química do cimento resinoso com a cerâmica zircônia<sup>9,10</sup>. Esta forte ligação entre o cimento resinoso e a cerâmica é obtida com controle restrito da limpeza. Porém, a união pode ser comprometida em situações clínicas, levando à redução significativa da resistência da interface de união.

Com os procedimentos clínicos para os ajustes das restaurações de zircônia antes das cimentações, frequentemente ocorre a contaminação das superfícies da cerâmica por saliva, sangue, silicone, resíduos de gesso e luvas de borracha<sup>11</sup>. Alguns estudos mostraram que a contaminação com saliva após os ajustes clínicos da restauração reduz significativamente a resistência de adesão do cimento com a cerâmica de zircônia. A contaminação das amostras foi confirmada por análise química feita com o aparelho de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS). Além disto, o jateamento com óxido de alumínio após a contaminação com saliva e/ou silicone aumenta a resistência da adesão em relação a outros processos de descontaminação<sup>12,13</sup>.

Convencionalmente, a limpeza com ácido fosfórico é uma das técnicas frequentemente usadas na preparação das superfícies de restauração de cerâmica após os ajustes clínicos. Este ácido apresenta eficácia na remoção de contaminantes salivares presentes nas cerâmicas à base de sílica<sup>14</sup>. Mas, a aplicação do ácido fosfórico na superfície da zircônia deixa resíduos de fósforo que prejudicam a força de união do 10-MDP<sup>23</sup>.

O produto Ivoclean® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Leichtenstein) disponível comercialmente foi desenvolvido com o objetivo de remover os contaminantes das restaurações<sup>15</sup>. Ele é composto por uma solução hipersaturada de partículas de dióxido de zircônio e hidróxido de sódio. Segundo o fabricante, o Ivoclean® é uma suspensão alcalina de partículas de óxido de zircônio e, com base no gradiente de composição química, atrai os contaminantes de fosfato existentes na superfície da restauração, deixando a superfície limpa.

Feitosa et al.<sup>16</sup> compararam alguns métodos de limpeza da zircônia após a contaminação com a saliva. Os resultados obtidos mostraram que a aplicação do Ivoclean® na superfície contaminada da zircônia é o método de limpeza mais efetivo. Kim et al.<sup>17</sup> mostraram que o método de limpeza JAA é excelente, embora uma simples aplicação do Ivoclean® ou hipoclorito de sódio 1% (SHC) remova efetivamente os contaminantes da saliva.

Negreiros et al.<sup>1</sup> também avaliaram a limpeza da zircônia com Ivoclean® após 24 horas e um ano de armazenamento. Eles observaram que não existe diferença significativa na resistência de adesão entre as amostras, com exceção quando é usado o agente de limpeza e o primer. Concluíram que o tipo de zircônia, o tratamento de superfície e o tempo de armazenamento influenciam na força de adesão.

Sankar et al.<sup>18</sup> compararam a força de adesão da zircônia utilizando diferentes métodos de limpeza (dentre os quais, o Ivoclean®) e dois cimentos resinosos. Não observaram diferenças entre as forças de adesão com uso de dois cimentos utilizados. Concluiu-se que o Ivoclean® pode ser uma alternativa efetiva para uso na clínica.

Devido à existência de resultados contraditórios em relação à eficiência do Ivoclean®, foram realizados testes de adesão da zircônia em amostras submetidas ou não à limpeza com Ivoclean®. A hipótese de nulidade testada no presente estudo foi que a contaminação da zircônia por saliva e os métodos de limpeza propostos não interferem na adesão da zircônia cimentada no remanescente dental.

## MATERIAL E MÉTODO

No presente trabalho, foram utilizados blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 3% de ítria (3Y-TZP; In-Ceram - VITA, Bad Säckingen, Alemanha). Os blocos foram cortados em 80 corpos de prova (CP) com dimensões 4×11×3mm, os quais foram sinterizados a 1.530 °C durante 12 horas. Após a sinterização, os CP foram lixados (lixas de carboneto de silício com granulação de 600#), lavados em ultrassom com água destilada durante 5 min e secos com jato de ar. A seguir, os CP foram jateados com partículas de óxido de alumínio com tamanho de 50 µm durante 15 s, sob uma pressão de 2,5 bar, a uma distância de 10 mm. Após o jateamento, as amostras foram novamente lavadas com água destilada em cuba ultrassônica durante 15 min e secos com jato de ar.

As amostras de zircônia foram contaminadas com a aplicação de 10 mL/amostra de saliva durante 5 min a 37°C. Antes da adesão aos blocos de NG10, as amostras de zircônia foram descontaminadas por dois processos:

- a) lavagem com jato de água por 15 s e secas com jato de ar.
- b) lavagem com jato de água por 15 s, secas com jato de ar e aplicação na superfície das amostras da solução comercial Ivoclean® durante 20 s, com emprego da ponta aplicadora (microbrush), lavagem com jato de água por 15 s e secas com jato de ar, conforme preconizado pelo fabricante.

As amostras foram cimentadas em blocos de resina epóxi reforçada por fibras de vidro com designação comercial NG10 (*National Association of Electrical Material* - NEMA G10®). A resina

NG10® possui rigidez (14,9 GPa) similar à dentina (18 GPa). As superfícies de adesão dos blocos de NG10 foram tratadas com ácido fluorídrico 10% por 60 s, lavadas e secas.

Para determinar a influência da contaminação com saliva e do método de descontaminação na resistência de união da zircônia ao NG10, foram usados os cimentos RelyX™ U200 Clicker® (3M ESPE, ST. Paul, MN, USA, Lote 1730500433) e o cimento Multilink N® (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein Lote W31438, W40132). A espessura da camada do cimento foi de 100 µm. Para padronizar a espessura de cimento em 100 µm, a área de cimentação (30,9 ± 4,0 mm<sup>2</sup>) foi limitada com a colocação de matrizes de poliéster sobre a superfície do NG10®.

Quarenta amostras de zircônia foram cimentadas nos blocos de NG10® com Relyx U200 Clicker®, observando-se as recomendações do fabricante. Seguindo as recomendações do fabricante, antes da cimentação, aplicou-se Monobond Plus com a ponta aplicadora (*microbrush*) apenas no NG10®, aguardaram-se 60 s e, em seguida, foram secas com jato de ar por 15 s.

Quarenta CP do segundo grupo foram cimentados com Multilink N. Igualmente, seguindo as recomendações do fabricante, aplicou-se o Monobond Plus com *microbrush*, tanto na Zr como no NG10®, aguardaram-se 60 s e, em seguida, foram secos.

Para simular as condições clínicas, as amostras de zircônia cimentadas com RelyX® U200 Clicker e Multilink N® foram comprimidas contra os blocos de NG10 com uma força de 300 gf, controlada com o dinamômetro. O excesso do cimento foi imediatamente removido com uma sonda exploradora. As uniões foram fotopolimerizadas durante 20 s de cada lado. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água destilada à 37°C durante 10 dias.

Com base na existência ou não da contaminação e no método de limpeza, as amostras foram divididas em oito subgrupos de 10 amostras, a saber, em que a primeira letra representa o tipo de cimento (R: RelyX e M: Multilink N®):

RG1: sem contaminação, limpeza com água e adesão com RelyX U200 Clicker®

RG2: sem contaminação, limpeza com Ivoclean® e adesão com RelyX U200 Clicker®

RG3: com contaminação, limpeza com água e adesão com RelyX U200 Clicker®

RG4: com contaminação, limpeza com Ivoclean® e adesão com RelyX U200 Clicker®

MG1: sem contaminação, limpeza com água e adesão com Multilink N®

MG2: sem contaminação, limpeza com Ivoclean® e adesão com Multilink N®

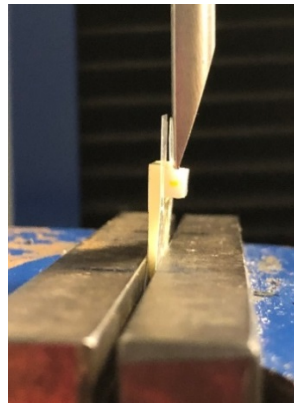
MG3: com contaminação, limpeza com água e adesão com Multilink N®

MG4: com contaminação, limpeza com Ivoclean® e adesão com Multilink N®

Para determinar a resistência da união da zircônia ao NG10, fez-se o ensaio de cisalhamento utilizando a máquina de ensaio Universal (EMIC DL10000) com célula de carga de 500 N. O ensaio foi realizado com velocidade de 1 mm/min. Mostra-se, na Figura 1, uma amostra sendo submetida ao cisalhamento para determinar a resistência ao cisalhamento da interface zircônia-NG10.

Os valores da resistência ao cisalhamento das interfaces de união foram submetidos ao teste de Tukey. O teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) foi utilizado para comparar os grupos testados com diferentes métodos de limpeza. Os cimentos utilizados foram comparados utilizando o teste de Student, ambos com nível de significância de 5%.

Considerando a grande dispersão na resistência ao cisalhamento da interface de união, empregou-se a metodologia da análise estatística de Weibull. Esta metodologia é usada na análise da resistência mecânica dos materiais cerâmicos. Os resultados da análise de Weibull mostram a probabilidade de sobrevivência (não fraturar) da amostra quando submetida a determinado carregamento mecânico.



**Figura 1.** Amostra de zircônia cimentada ao NG10® durante o ensaio de cisalhamento.

Após o ensaio de cisalhamento, as superfícies de união das amostras foram analisadas com aumento de 3× com o emprego de um microscópio. A seguir, as amostras foram recobertas com ouro para a análise da superfície de união remanescente no microscópio eletrônico de varredura (Field Emission Gun, FEI Quanta FEG250).

## RESULTADO E DISCUSSÃO

Os valores médios das tensões aplicadas para fraturar as interfaces de união das amostras são mostrados na Tabela 1. A análise estatística mostrou que somente o RG4 (contaminado com saliva, limpeza com Ivoclean®, cimentado com RelyX™ U200 Clicker®) apresentou diferença estatística significativa na união entre a zircônia e a dentina sintética ( $p=0,018$ ). Não houve diferença estatística significativa nas resistências da interface de união das amostras cimentadas com Multilink N®.

**Tabela 1.** Resistência ao cisalhamento (MPa) e tipos de fratura da interface de união da zircônia cimentada à dentina sintética NG10 após os diferentes processos de limpeza e descontaminação

	Grupos	Tensão	Fratura adesiva		
			na Zr2O3	no NG10	Mista
<b>Multilink N®</b>	<b>MG1</b>	5,29±2,19	-	7	3
	<b>MG2</b>	<b>4,12±2,43</b>	-	10	-
	<b>MG3</b>	5,03±1,66	1	7	2
	<b>MG4</b>	4,32±2,40	-	6	2
<b>Relyx U200®</b>	<b>RG1</b>	5,99±1,36	-	1	9
	<b>RG2</b>	<b>6,23±2,74</b>	-	-	10
	<b>RG3</b>	6,00±2,28	4	1	4
	<b>RG4</b>	4,16±2,84	-	-	10

Os resultados dos ensaios de cisalhamento mostraram que as interfaces de união das amostras contaminadas com saliva e limpas com Ivoclean® apresentaram as menores resistências ao cisalhamento. Este resultado indica que o emprego do Ivoclean® não tem ação efetiva na limpeza. Segundo Negreiros et al.<sup>1</sup>, o tipo de zircônia, o tratamento de superfície e o tempo de armazenamento influenciam na força de adesão.

Na comparação das médias e desvios padrões entre os cimentos e diferentes métodos de limpeza da superfície, observou-se que houve uma diferença estatística apenas entre os subgrupos RG2 e MR2, e que a força de adesão das amostras do grupo RG2 foi maior que a do grupo MG2 ( $p = 0,018$ ).

Comparando a eficiência da resistência de adesão da zircônia com uso de Multilink N<sup>®</sup>, pode-se observar que a contaminação não influencia na resistência da união da zircônia, independentemente do tipo de limpeza. Comparando os tipos de cimento, o emprego do Multilink N<sup>®</sup> apresenta menor eficiência, mesmo havendo limpeza das amostras com água ou Ivoclean<sup>®</sup>. Estes resultados sugerem que o agente de limpeza não melhora a adesão com emprego do cimento Multilink N<sup>®</sup>.

Nas análises do remanescente do cimento, pode-se observar que a falha da união da zircônia ao NG10 ocorreu em uma das interfaces:

- a) Interface de união entre o cimento de adesão e a dentina sintética (NG10);
- b) Interface de união entre o cimento e a zircônia;
- c) No cimento de adesão e,
- d) Mista.

No segundo tipo de falha, a fratura ocorre na interface de união da superfície da zircônia jateada com óxido de alumínio e o cimento. Este comportamento foi observado tanto no uso do adesivo com silano (Multilink N<sup>®</sup>) como no sem o silano (RelyXTM U200 Clicker<sup>®</sup>). Nas duas situações, ocorre a ligação química do cimento à zircônia.

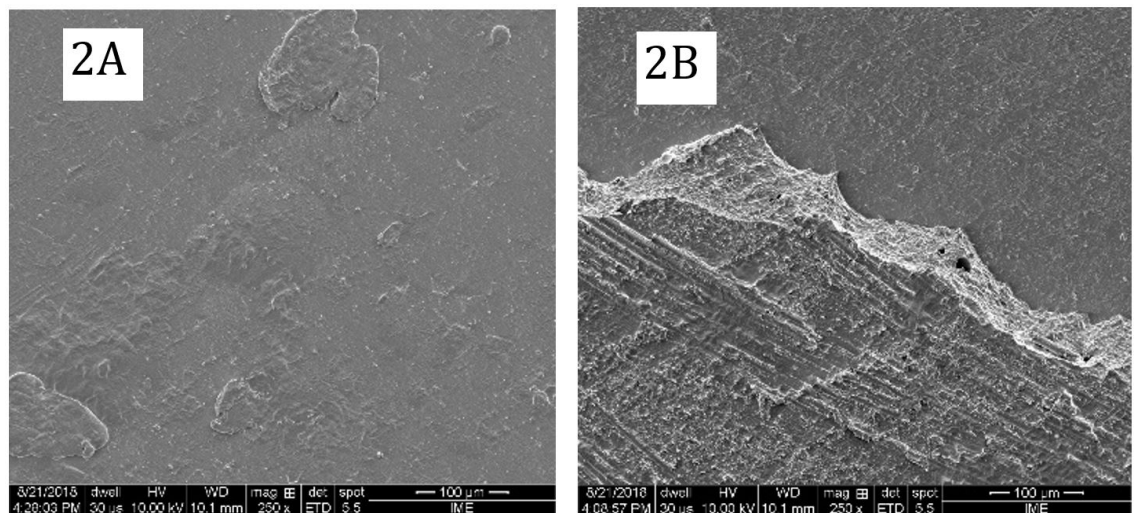
O padrão de fratura mostrado na Tabela 1 foi classificado da seguinte forma:

- Adesiva na Zr: separação na interface cimento-cerâmica;
- Adesiva no NG10: separação na interface cimento - NG10<sup>®</sup>;
- Mista: a falha iniciou-se na interface cimento-cerâmica e se propagou através do cimento para a interface cimento - NG10<sup>®</sup>;
- Coesiva: a falha iniciou-se no cimento e se propagou com o crescimento da nucleação de uma falha na interface.

Entre as 39 amostras cimentadas com Relyx U200 Clicker<sup>®</sup>, 33 apresentaram fratura mista. Do total de 38 amostras cimentadas com Multilink N<sup>®</sup>, 30 apresentaram fratura adesiva no NG10<sup>®</sup>.

Os dados mostrados na Tabela 1 indicam que o tipo de fratura da interface das amostras do mesmo grupo foi homogêneo.

Mostra-se, na Figura 2, as morfologias características das superfícies de falha do grupo cimentado com RelyXTM U200 Clicker<sup>®</sup>. Pode-se observar, na Figura 2A, que a falha é do tipo adesiva; na Figura 2B, a falha é do tipo mista. As amostras cimentadas com Multilink N<sup>®</sup> apresentaram morfologias semelhantes em função do tipo de falha.



**Figura 2.** Morfologias representativas da superfície de fratura da interface de união das amostras. (2A) grupo RG3 - falha adesiva na Zr; (2B) grupo RG2 - falha mista.

As análises das superfícies de falha no MEV mostraram que com o uso de Ivoclean®, independentemente da contaminação com saliva ou não, a fratura predominante foi do tipo mista. Nas amostras contaminadas e apenas lavadas com água, quatro amostras apresentaram fratura do tipo adesiva na Zr, indicando que ocorreu falha no sistema de adesão.

Entre as amostras cimentadas com RelyX U200 Clicker®, houve predominância de fratura do tipo mista. A maioria das amostras cimentadas com Multilink N® apresentou padrão de fratura adesiva no NG10®, principalmente o grupo sem contaminação e amostras limpas com Ivoclean®. Ishii et al. identificaram maior número de falhas adesivas no substrato com o uso do Multilink®. No entanto, não é possível sugerir que o Ivoclean® tenha diminuído a resistência da união. Feitosa et al.<sup>16</sup> observaram 100% de falhas mistas utilizando o Multilink®.

Com base nos valores dos desvios padrões dos resultados da resistência ao cisalhamento mostrados na Tabela 1, pode-se observar que houve grande dispersão dos resultados da resistência da interface de união da zircônia. Para obter uma análise complementar, fez-se o emprego da análise da resistência ao cisalhamento utilizando a metodologia de Weibull. Esta metodologia foi proposta para a análise estatística da resistência à fratura dos materiais frágeis (quando não há deformação plástica na fratura). Os materiais frágeis apresentam grande dispersão na resistência à fratura.

Na análise de Weibull dos valores de resistência ao cisalhamento da interface de união, é possível avaliar a confiabilidade dos resultados e do material baseando-se no espalhamento dos valores de resistência obtidos nos ensaios mecânicos. A distribuição da probabilidade de falha da amostra (fratura da interface) é expressa pela Equação (1) abaixo:

$$F = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (1)$$

Em que:

F: probabilidade de fratura da interface de união;

$\sigma$ : tensão aplicada que causou a falha da amostra;

$\sigma_0$ : constante de normalização da equação;

m: módulo ou coeficiente de Weibull.

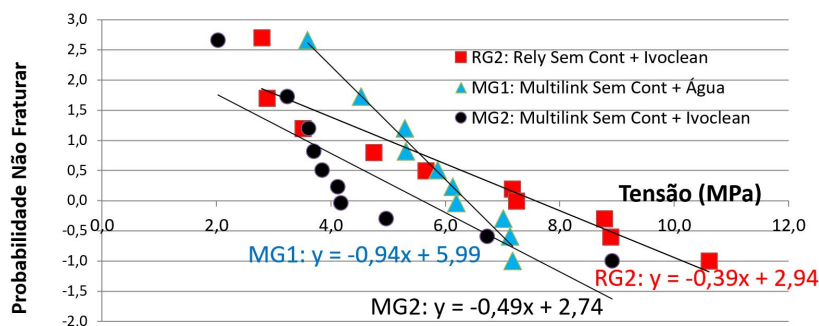
A constante de normalização ( $\sigma_0$ ) ou vida característica é o valor da tensão aplicada que corresponde a uma probabilidade de fratura de 63,2%. O coeficiente de Weibull (m) é um coeficiente adimensional que permite avaliar a dispersão dos valores da resistência observados.

Quanto maior for o valor do coeficiente de Weibull, menor será a dispersão dos valores das tensões aplicadas para falha, ou seja, mais homogêneo é o comportamento e mais confiável é o material.

Outro parâmetro utilizado como medida de resistência do material ensaiado é a tensão média de resistência ( $\sigma_{50}$ ), geralmente reportada como a medida da resistência da amostra ensaiada. O valor de  $\sigma_{50}$  representa a tensão na qual a probabilidade de fratura é de 50% e é expressa pela Equação (2):

$$\sigma_{50} = \sigma_0 \times \left(-\ln \frac{1}{2}\right)^{\frac{1}{m}} \tag{2}$$

Mostra-se, na Figura 3, a variação da probabilidade de sobrevivência (quando não ocorre a fratura da interface de união) em função da tensão aplicada nas amostras da zircônia dos subgrupos RG1, RG2 e MG2. O eixo das abscissas (horizontal) é a tensão aplicada (MPa) e a ordenada (vertical) é a probabilidade de a zircônia não sofrer fratura da base NG10. Aumentando a intensidade do carregamento, a probabilidade de sobreviver diminui. Pode-se observar, nesta Figura, que a inclinação da reta que representa os dados do subgrupo RG2 mostra-se mais evidente, indicando grande dispersão e heterogeneidade na resistência.



**Figura 3.** Variação da probabilidade de fratura em função da carga aplicada dos subgrupos RG1, RG2 e MG2. Quanto maior a inclinação da reta, maior a variação dos resultados de resistência.

Usando a metodologia da regressão linear e os pontos obtidos nos ensaios mecânicos, é possível estimar a probabilidade (Y) de não ocorrer a fratura (sobrevivência) da interface de união da amostra com a aplicação de qualquer tensão ( $\sigma$ ). Com base no modelo de Weibull, tem-se a seguinte equação:  $Y = \sigma_{50} + m.\sigma$ .

Com a aplicação da tensão  $\sigma_{50}$ , existe 50% de probabilidade de ocorrer a fratura da interface de união. O parâmetro “m” é o coeficiente de Weibull. O valor de “m” também indica a homogeneidade do comportamento do grupo de amostras; assim, quanto maior seu valor, mais homogêneo é o comportamento do grupo. Pode-se observar que o coeficiente de Weibull é negativo, ou seja, quando a tensão aplicada ( $\sigma$ ) for maior que  $\sigma_{50}$ , a probabilidade de a amostra não fraturar diminui.

As equações que relacionam a probabilidade de fratura dos grupos são:

RG1:  $Y = 5,76 - 0,78\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 5,76 MPa

RG2:  $Y = 2,94 - 0,39\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 2,94 MPa

RG3:  $Y = 3,88 - 0,50\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 6,16 MPa

RG4:  $Y = 3,43 - 0,41\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 3,43 MPa

MG1:  $Y = 5,99 - 0,94\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 5,99 MPa



MG2:  $Y = 2,74 - 0,49\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 2,74 MPa

MG3:  $Y = 3,84 - 0,66\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 3,84 MPa

MG4:  $Y = 4,83 - 0,68\sigma$  e 50% de probabilidade de fraturar com 4,83 MPa

Com base nos valores do coeficiente de Weibull mostrados acima, os grupos RG1 ( $m = 0,78$ ) e MG1 ( $m = 0,94$ ) apresentaram os maiores valores de “m”, indicando que o comportamento é mais homogêneo. Os grupos que apresentaram maior heterogeneidade e dispersão na resistência ao cisalhamento foram RG 2 ( $m = 0,39$ ) e MG2 ( $m = 0,49$ ).

Os grupos RG 4 ( $\sigma_{50} = 3,43$  MPa) e o grupo MG3 ( $\sigma_{50} = 3,84$ ) foram os que apresentaram a menor resistência, com probabilidade de ocorrer a fratura em 50% das amostras com as menores tensões.

Considerando que podemos ter diversas variáveis que influenciaram nos resultados, como o tipo de cerâmica, o tipo de tratamento de superfície, os métodos de limpeza, os cimentos, o armazenamento, a termociclagem, o uso de Monoblond Plus ou não, o tipo de contaminante, assim como o tipo de saliva empregada na metodologia, futuros estudos são necessários.

## CONCLUSÃO

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos nos ensaios de cisalhamento da interface de união da zircônia com a dentina sintética (NG10), pode-se concluir que:

- a) O agente de limpeza comercial Ivoclean® não influencia na resistência de adesão da zircônia;
- b) O cimento RelyX™ U200 Clicker® foi mais efetivo que o Multilink N® na resistência da união da zircônia com a dentina artificial.

## REFERÊNCIAS

1. Negreiros WM, Ambrosano G, Giannini M. Effect of cleaning agent, primer application and their combination on the bond strength of a resin cement to two yttrium-tetragonal zirconia polycrystal zirconia ceramics. *Eur J Dent.* 2017 Jan-Mar;11(1):6-11. [http://dx.doi.org/10.4103/ejd.ejd\\_276\\_16](http://dx.doi.org/10.4103/ejd.ejd_276_16). PMID:28435358.
2. Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain fused-to-metal to zircônia: clinical and experimental considerations. *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):83-96. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.024>. PMID:21094996.
3. Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dent Mater.* 2012 Apr;28(4):449-56. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2011.11.024>. PMID:22196898.
4. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: single crowns SCs. *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):603-23. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.02.011>. PMID:25842099.
5. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002 Jul;81(7):487-91. <http://dx.doi.org/10.1177/154405910208100711>. PMID:12161462.
6. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/ cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):71-82. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.022>. PMID:21094526.

7. Inokoshi M, Poitevin A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. *Clin Oral Investig*. 2014 Sep;18(7):1803-12. <http://dx.doi.org/10.1007/s00784-013-1152-7>. PMID:24281895.
8. Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent*. 2016 Jan;115(1):9-19. <http://dx.doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.09.008>. PMID:26548872.
9. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009 Sep;88(9):817-22. <http://dx.doi.org/10.1177/0022034509340881>. PMID:19767578.
10. Kern M. Bonding to oxide ceramics-laboratory testing versus clinical outcome. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):8-14. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.06.007>. PMID:25059831.
11. Phark JH, Duarte S Jr, Kahn H, Blatz MB, Sadan A. Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. *Dent Mater*. 2009 Dec;25(12):1541-50. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2009.07.007>. PMID:19709723.
12. Yang B, Scharnberg M, Wolfart S, Quaas AC, Ludwig K, Adelung R, et al. Influence of contamination on bonding to zirconia ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007 May;81(2):283-90. <http://dx.doi.org/10.1002/jbm.b.30664>. PMID:16969826.
13. Yang B, Lange-Jansen HC, Scharnberg M, Wolfart S, Ludwig K, Adelung R, et al. Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding. *Dent Mater*. 2008 Apr;24(4):508-13. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2007.04.013>. PMID:17675146.
14. Klosa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contaminations modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent*. 2009 Apr;11(2):127-35. PMID:19492714.
15. Volkel T. Scientific documentation ivoclean schaan liechtenstein. Ivoclar Vivadent AG Research and Development Scientific Services Bänderstrasse. 2011;2(FL-9494):3-10.
16. Feitosa SA, Patel D, Borges AL, Alshehri EZ, Bottino MA, Özcan M, et al. Effect of cleansing methods on saliva – contaminated zirconia – an evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*. 2015 Mar-Apr;40(2):163-71. <http://dx.doi.org/10.2341/13-323-L>. PMID:25136900.
17. Kim DH, Son JS, Jeong SH, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Efficacy of various cleaning solutions on saliva-contaminated zirconia for improved resin bonding. *J Adv Prosthodont*. 2015 Apr;7(2):85-92. <http://dx.doi.org/10.4047/jap.2015.7.2.85>. PMID:25932305.
18. Sankar S, Kondas VV, Dhanasekaran SV, Elavarasu PK. Comparative evaluation of shear bond strength of zirconia restorations cleansed various cleansing protocols bonded with two different resin cements: an in vitro study. *Indian J Dent Res*. 2017 May-Jun;28(3):325-9. [http://dx.doi.org/10.4103/ijdr.IJDR\\_274\\_16](http://dx.doi.org/10.4103/ijdr.IJDR_274_16). PMID:28722000.

## CONFLITOS DE INTERESSE

Os autores declaram não haver conflitos de interesse.

## \*AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

Carlos Nelson Elias, IME – Instituto Militar de Engenharia, Seção de Engenharia de Materiais, Pr Gen Tibúrcio 80, 22290-270 Rio de Janeiro - RJ, Brasil, e-mail: elias@ime.eb.br

Recebido: Julho 4, 2019

Aprovado: Agosto 5, 2019