

# Efeito da aplicação de primers para metal na resistência de união de cimentos resinosos à zircônia

WLADIMIR FRANCO DE SÁ BARBOSA\*, MARINA DI FRANCESCANTONIO\*\*, THAIANE RODRIGUES AGUIAR\*\*, ANDREA NÓBREGA CAVALCANTI\*\*\*, MARCELO TAVARES DE OLIVEIRA\*\*\*\*, MARCELO GIANNINI\*\*\*\*\*

\*Professor Assistente, Departamento de Dentística, Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade do Estado do Amazonas (UEA) – Manaus/AM.

\*\*Doutoranda em Clínica Odontológica, Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas (FOP/Unicamp) – Piracicaba/SP.

\*\*\*Professora Assistente, Departamento de Dentística, Faculdade de Odontologia, Faculdade de Medicina e Saúde Pública da Bahia (EBMSP) – Salvador/BA.

\*\*\*\*Professor Assistente, Faculdade de Odontologia, Universidade Nove de Julho (UNINOVE) – São Paulo/SP.

\*\*\*\*\*Professor Associado, Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas (FOP/Unicamp) – Piracicaba/SP.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação de primers para estruturas à base de ligas metálicas na resistência de união (RU) de um cimento convencional e de um cimento autoadesivo à zircônia, utilizando o teste de microcislamento. Foram preparadas 60 placas de óxido de zircônia (Cercon), com dimensões de 13 x 5 x 1 mm (comprimento x largura x espessura). Essas placas foram jateadas com óxido de alumínio e divididas em seis grupos experimentais, segundo o tratamento utilizado (n = 10). Os primers e cimentos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes e grupos experimentais. Após o tratamento da zircônia, cilindros de cimento resinoso foram construídos na superfície das placas, utilizando matrizes (Tygon) com 0,7 x 1 mm (diâmetro x altura). As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 h à 37°C e submetidas ao ensaio de microcislamento (0,5 mm/min, Instron 4411). Os valores obtidos foram analisados pela ANOVA (2 fatores) e teste Tukey ( $\alpha = 0.05$ ). Somente a utilização do Metal Primer II aumentou a RU dos dois cimentos resinosos à zircônia. O cimento autoadesivo RelyX U-100 obteve as maiores médias de RU quando comparado ao cimento convencional Bistite II DC, para todos os tratamentos de su-

perfície utilizados. Para se obter maior RU à zircônia Cercon deve ser utilizado o Metal Primer II e o cimento autoadesivo RelyX U-100.

## DESCRITORES

Cimentos de resina. Cerâmica. Resistência à tração.

## INTRODUÇÃO

O desenvolvimento das porcelanas odontológicas com melhora nas propriedades mecânicas e estéticas originou os sistemas restauradores indiretos com características clínicas e laboratoriais bastante distintas, capazes de serem empregados como material para a confecção de infraestruturas em próteses fixas unitárias e parciais<sup>9,14</sup>. As porcelanas à base de zircônia são caracterizadas pelo seu alto conteúdo cristalino, como dióxido de zircônio (< 90%), zircônia tetragonal estabilizada por ítrio e cerâmica infiltrada por vidro com 35% de zircônia parcialmente estabilizada (Y - TZP)<sup>4,8,14</sup>. Esses materiais não contêm sílica ou nenhuma fase vítrea, e possuem elevada resistência a flexão, assim como rigidez moderadamente superior às cerâmicas à base de alumina e dissilicato de lítio<sup>2,12,20</sup>.

A baixa reatividade é uma desvantagem dos materiais à base de zircônia. Ao contrário das cerâmicas odontológicas passíveis de condicionamento, a ausência da fase vítrea faz com que o protocolo de cimentação deste tipo de peça protética seja diferente do tradicional condicionamento com ácido fluorídrico e a aplicação de silano na superfície cerâmica condicionada<sup>1,4,5,8,17,18</sup>.

Algumas técnicas de cimentação específicas para as estruturas à base zircônia têm sido propostas. Estudos indicam como métodos de tratamento da superfície o

---

Endereço para correspondência:

Prof. Dr. Marcelo Giannini

Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas (FOP/Unicamp)

Avenida Limeira, 901 – Bairro Areião

CEP 13414-903 – Piracicaba/SP

E-mail: giannini@fop.unicamp.br

jateamento com óxido de alumínio, a irradiação com laser de Er:YAG ou o uso de materiais que promovam união química com o dióxido de zircônio<sup>5,11,15,18</sup>.

Grupamentos do éster fosfatados presentes em alguns cimentos resinosos e primers para metal parecem capazes de se unir aos óxidos metálicos, como o óxido de alumínio<sup>6,7</sup> e o óxido de zircônio<sup>10</sup>. Em função de esses materiais serem basicamente compostos de óxido de zircônio, é possível que estes primers interajam quimicamente com a superfície da zircônia, melhorando a união com os cimentos resinosos.

As evidências existentes a respeito da união de compostos resinosos aos materiais à base de zircônia indicam que a técnica com melhor previsibilidade e durabilidade clínica ainda não foi determinada. Por este motivo, estudos da união a essas estruturas de zircônia ainda devem ser realizados, visando identificar os materiais e as técnicas superiores, anteriormente à sua aplicabilidade clínica. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação de primers para ligas metálicas na resistência de união por microcissalhamento de dois cimentos resinosos à superfície da zircônia.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Sessenta amostras de porcelana à base de zircônia, com dimensões de 13 mm (comprimento) x 5 mm (largura) x 1 mm (espessura) foram obtidas através de cerâmica contendo 94% de ZrO<sub>2</sub> estabilizada com 5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Cercon Base, DeguDent, Hanau, Alemanha). As placas de zircônia cerâmicas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 µm utilizando o microjateador (Microetcher, Danville Eng. Inc., San Ramon, CA, EUA) por 15 segundos, a uma distância de 10 mm e pressão de 2.5 bar. Em seguida, as placas

foram submetidas à limpeza ultrassônica por 5 minutos (Cristófoli Equip., Campo Mourão, PR, Brasil) e distribuídas aleatoriamente em 6 grupos experimentais (n = 10).

Os materiais utilizados neste estudo estão descritos na Tabela 1. Foram estudados dois cimentos resinosos, ambos de dupla ativação, sendo um convencional (Bistite II, Tokuyama Dental Corp., Tóquio, Japão) e outro autoadesivo (RelyX U-100, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha); e dois primers para ligas metálicas (Alloy Primer, Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão) e Metal Primer II (GC Corp., Tóquio, Japão). A manipulação e aplicação dos materiais (primers e cimentos resinosos) foram realizadas de acordo com as recomendações de cada fabricante

Três matrizes transparentes cilíndricas (Tygon tubing - TYG-03, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, EUA) foram posicionadas sobre cada placa de zircônia após os tratamentos propostos<sup>13</sup>. Em seguida, o cimento resinoso previamente manipulado foi aplicado no interior de cada tubo de Tygon com o auxílio de sonda exploradora # 5 (Hu-Friedy, Chicago, IL, EUA). Ao final, cada cilindro foi fotoativado durante 40 segundos com o aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) e em seguida, os espécimes foram armazenados em umidade relativa, a 37°C por 24 horas.

Após esse período, as matrizes foram removidas com auxílio de lâminas cirúrgicas (#11, Pro Cirúrgica Blade Co., Qingdao, China), expondo os três cilindros de cimento (0,7 mm de diâmetro por 1 mm de altura). Antes do ensaio, todos os cilindros de cimento foram verificados em microscópio óptico (30 X, EMZ-5, Meiji Techno Co., Saitama, Japão) para avaliação de defeitos na área de união.

**Tabela 1**

Descrição dos materiais usados neste estudo: número de lote, fabricantes e composição

Material e Lote	Composição	Fabricante
Cercon Smart Ceramics	ZrO <sub>2</sub> > 92%, Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5%, HfO <sub>2</sub> < 2%, Al <sub>3</sub> O <sub>2</sub> e SiO <sub>2</sub> < 1%	DeguDent, Hanau, Alemanha
RelyX U-100, (271448)	Base: TEGDMA, fibra de vidro, ésteres metacrilados de ácido fosfórico, sílica tratada com silano, persulfato de sódio Catalisador: dimetacrilato substituto, fibra de vidro, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, hidróxido de cálcio	3M ESPE, Seefeld, Alemanha
Bistite II DC, (82R44C)	Pasta A/B: dimetacrilato, MAC-10, iniciador, sílica-zircônia	Tokuyama Dental Corporation, Tóquio, Japão
Alloy Primer, (00268A)	VBATDT, 10-MDP, acetona	Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão
Metal Primer II, (0612073)	MEPS, MMA	GC Corp., Tóquio, Japão

TEGDMA: trietilenoglicol dimetacrilato; MAC-10: 11-metacriloloxi-1,1-ácido undecanedicarboxílico; 10-MDP: 10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato; VBATDT: 6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-triazino-2,4-ditiol; MEPS: metacrilato tiofosfórico; MMA: metil metacrilato

Cada placa de zircônia foi posicionada no dispositivo de teste acoplado à máquina universal de ensaios (4411, Instron Corp, Canton, MA, EUA) com cola de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Itapevi, SP, Brasil) para a realização do ensaio de microcislamento. O carregamento de cisalhamento foi aplicado à base do cilindro de cimento resinoso com um fio de aço (0,2 mm de diâmetro) numa velocidade de 0,5 mm/min até o rompimento da união. A resistência de união por cisalhamento foi calculada e os dados expressos em MPa. O valor da resistência de união para cada placa foi representado pela média dos três cilindros de cimento resinoso de cada placa. Os resultados foram analisados estatisticamente pela análise de variância (ANOVA) 2 fatores (uso de primer e cimento resinoso) e teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

Após o teste, as placas de zircônia foram montadas em stubs de alumínio, metalizados (Denton Desk II, Denton Vacuum LLC, Moorestown, NJ, EUA) e observados em microscopia eletrônica de varredura (JSM 5600LV, Jeol, Tóquio, Japão). Fotomicrografias das áreas representativas das superfícies fraturadas foram registradas com aumento de 85 a 100 X para avaliação padrão de fratura, que foi classificado como (1) adesiva (na união zircônia-cimento), (2) coesiva no cimento e (3) mista (combinação das fraturas adesiva e coesiva).

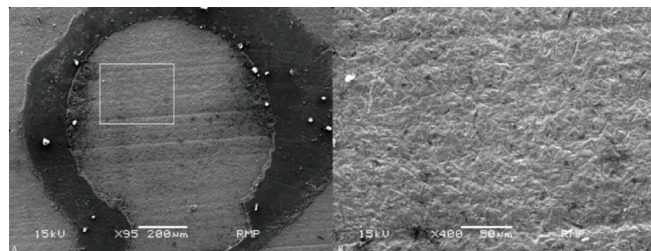
## RESULTADOS

As médias de resistência de união por microcislamento em função dos cimentos e do uso de primers estão apresentadas na Tabela 2. A análise estatística mostrou diferença significativa entre os cimentos ( $p = 0,0001$ ) e entre os primers ( $p = 0,002$ ), mas a interação cimento x primer não foi significativa ( $p = 0,7045$ ).

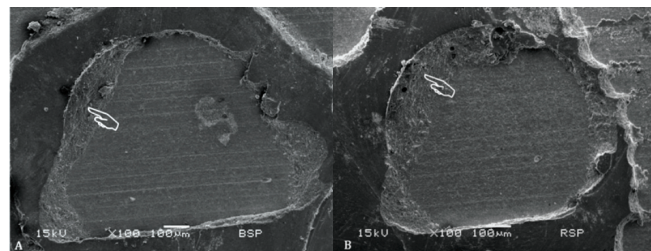
Enquanto o Metal Primer II aumentou a resistência de união para ambos os cimentos ( $p < 0,05$ ), o uso do Alloy Primer não produziu alterações significativas na

resistência de união dos cimentos à zircônia, quando comparados aos grupos sem a aplicação desse primer ( $p > 0,05$ ). Na comparação entre os cimentos, maiores médias foram observadas para o material autoadesivo RelyX U-100, que apresentou resultados significativamente superiores ao cimento Bistite II DC, em todas as condições testadas ( $p < 0,05$ ).

As Figuras 1 e 2 são representativas dos tipos de fraturas encontradas nos espécimes testados. O não uso de um primer resultou em falhas adesivas (Tipo 1). Da mesma forma, o uso do Metal Primer II também produziu fraturas predominantemente adesivas, ou seja na união zircônia-cimento, especialmente quando o cimento RelyX U-100 foi utilizado. No grupo testado em associação com o cimento Bistite II DC, maior quantidade das falhas foram consideradas mistas (Tipo 3), sendo que nesses casos, os remanescentes de cimento ocupavam uma área de até 20% da área total de união (Figura 2). Quando o Alloy Primer foi utilizado, as fraturas foram basicamente adesivas (Tipo 1) para ambos cimentos. Fraturas coesivas puras no cimento resinoso (Tipo 2) ocorrem em pequena proporção para todos os grupos experimentais.



**Figura 1** - (A) Fotomicrografia ilustrativa do padrão de fratura do tipo adesiva (Tipo 1) para o cimento RelyX U-100 e o uso do Metal Primer II na superfície da zircônia (95 X). (B) Fotomicrografia em maior aumento (400 X) da área demarcada na Figura 1A mostrando a superfície cerâmica exposta.



**Figura 2** - (A) Fotomicrografia ilustrativa do padrão de fratura do tipo mista (Tipo 3) para o cimento Bistite II DC sem o uso de qualquer tipo de primer (100 X). (B) Fotomicrografia do padrão de fratura do tipo mista para o cimento RelyX U-100, com o uso do Alloy Primer (100 X). Remanescentes do cimento resinoso (G) na superfície da zircônia.

**Tabela 2**

Valores médios (desvio padrão) da resistência de união (MPa) para os grupos experimentais

Primers	Cimentos	
	Bistite II DC	RelyX U-100
Metal Primer II	37,9 ± 5,4 Ba	44,1 ± 11,4 Aa
Alloy Primer	29,7 ± 7,0 Bb	37,1 ± 4,1 Ab
Sem Primer (controle)	28,8 ± 6,4 Bb	38,8 ± 7,0 Ab

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ ).

## DISCUSSÃO

Os resultados deste estudo mostraram que o uso de um determinado primer para superfícies metálicas pode promover alteração significativa na resistência de união entre cimentos resinosos e materiais à base de óxido de zircônia. O agente de união Metal Primer II aumentou significativamente os valores médios de resistência de união, tanto para o cimento convencional (de  $28,8 \pm 6,4$  MPa para  $38,0 \pm 5,4$  MPa), quanto para o cimento autoadesivo (de  $38,8 \pm 7,0$  MPa para  $44,1 \pm 11,4$  MPa). Entretanto, o uso do Alloy Primer não alterou a resistência de união em relação aos espécimes testados sem esse agente de união, tanto para o cimento autoadesivo (RelyX U-100) que contém metacrilatos com ésteres do ácido fosfórico, quanto para o cimento de composição tradicional.

Os primers para ligas metálicas utilizados no presente estudo são agentes de união do tipo vinil-tiona, entretanto, apresentam diferentes monômeros funcionais nas suas composições. O monômero VBATDT (vinilbenzil-n-propil amino-triazina-ditiol) e o MDP (metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato) são utilizados no Alloy Primer, enquanto o MEPS (metacrilato tiofosfórico) é o ingrediente principal do Metal Primer II. A diferença na composição dos produtos é a responsável pelos resultados obtidos, pois cada primer para metal apresenta monômeros funcionais diferentes.

Estudos recentes têm mostrado que esses primers nem sempre são efetivos em promover a união entre cimentos resinosos e as zircônias Y-TZP, sendo os resultados dependentes da composição de cada produto<sup>11,15,17,19</sup>. Contudo, outros estudos mostraram resultados favoráveis quando o Alloy Primer foi utilizado<sup>4,19</sup>. Nestes casos, esse primer foi associado a um cimento resinoso

do mesmo fabricante (Panavia F 2.0, Kuraray Med.), contendo também o monômero funcional 10-MDP.

Houve diferença significativa, também, entre os cimentos e em todas as situações testadas. Assim como observado em estudos prévios, que têm mostrado a afinidade química entre materiais contendo monômeros fosfatados e materiais à base de zircônia<sup>10,11,15,16,19</sup>, no presente trabalho, o cimento autoadesivo RelyX U-100 apresentou valores superiores aos obtidos pelo cimento resinoso convencional Bistite II DC (Tokuyama), mesmo quando nenhum primer foi utilizado. Alguns pesquisadores relacionam esses resultados com a presença de monômeros com grupamentos de éster fosfato e sua interação com o dióxido de zircônio, que é a composição básica deste tipo de material restaurador<sup>11,15,17</sup>.

Os resultados da análise dos padrões de fratura, independentemente do grupo experimental, foram em sua maioria do tipo adesiva, ou seja, na área de união cimento-zircônia. Mesmo nas situações consideradas mistas, apenas uma área de aproximadamente vinte por cento da área total envolvida na união apresentava alguma retenção de material resinoso, deixando as placas de zircônia praticamente livres de qualquer remanescente de cimento. Este achado é interessante, pois mesmo quando maiores valores de resistência de união foram obtidos, não se observou alteração significativa no modo de falha dos espécimes testados.

## CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que o cimento auto-adesivo RelyX U-100 apresentou maior resistência de união que o convencional Bistite II DC e o uso do Metal Primer II aumentou a resistência de união para ambos os cimentos na superfície da zircônia.

## ABSTRACT

### Effect of application of metal primers on the bond strength of resin cements to zirconia

*The aim of this study was to evaluate the effect of alloy primers on the bond strength (BS) of conventional resin cement and self-adhesive cement to zirconia using the microshear bond strength test. Sixty ceramic plates, with dimensions of 13 x 5 x 1 mm (length x width x thickness), were prepared. The ceramic plates were air-abraded with aluminum oxide and divided into six experimental groups, according to the treatment used (n = 10). The primers and resin cements were applied according to manufacturers' recommendations and experimental groups. After treatment of the zirconia, resin cement cylinders were constructed on their surfaces by using matrix (Tygon) with 0.7 x 1 mm (diameter x height). The samples were stored in distilled water for 24 hours at 37°C and tested in a universal testing machine (0.5 mm/min, Instron 4411). The data were analyzed by ANOVA (two factors) and Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ). Only the use of Metal Primer II increased the bond strength of all resin cements to zirconia. The self-adhesive RelyX U-100 cement promoted higher bond strength values than Bistite II DC, for all surface treatments. To obtain the highest bond strength to zirconia, it must be used the Metal Primer II and the self-adhesive RelyX U-100 resin cement.*

## DESCRIPTORS

*Resin cements. Ceramics.tensile strength.*

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95(6):430-36.
2. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89(3):268-74.
3. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent* 2009;34(3):280-7.
4. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP Ceramics: Key Concepts for Clinical Application. *Oper Dent* 2009;34(3):344-51.
5. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21(12):1158-62.
6. Di Francescantonio M, de Oliveira MT, Garcia RN, Romanini JC, da Silva NR, Giannini M. Bond strength of resin cements to Co-Cr and Ni-Cr metal alloys using adhesive primers. *J Prosthodont* 2010;19(2):125-9.
7. Givan DA. Precious metals in dentistry. *Dent Clin North Am* 2007;51(3):591-601.
8. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials Part II Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004;20(5):449-56.
9. Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. *Dent Clin North Am* 1985;29(4):621-44.
10. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998;14(1):64-71.
11. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22(2):195-200.
12. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20(1):1-25.
13. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater* 2002;18(5):380-8.
14. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: A laboratory study. *Int J Prosthodont* 2001;14(3):231-8.
15. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007;23(1):45-50.
16. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater*. 2010;26(1):44-50.
17. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;77(1):28-33.
18. Yoshida K, Yamashita M, Atsuta M. Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium. *Am J Dent* 2004;17(4):249-52.
19. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dental Materials: official publication of the Academy of Dental Materials*. (2010 Apr 26).
20. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2004;71(2):381-6.

Recebido em: 18/4/11  
Aceito em: 16/5/11