HECTOR EDUARDO CEPEDA INCA

**Influência do tratamento da superfície interna da cerâmica sob diferentes
parâmetros de irradiação com laser de Er,Cr:YSGG**

São Paulo

2018

HECTOR EDUARDO CEPEDA INCA

**Influência do tratamento da superfície interna da cerâmica sob diferentes
parâmetros de irradiação com laser de Er,Cr:YSGG**

Versão Corrigida

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Dentística) para obter o título de Doutor.

Orientador: Prof. Dr. Carlos de Paula Eduardo

São Paulo
2018

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

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Cepeda Inca, Hector Eduardo.

Influência do tratamento da superfície interna da cerâmica sob diferentes parâmetros de irradiação com laser de Er, Cr:YSGG / Hector Eduardo Cepeda Inca ; orientador Carlos de Paula Eduardo. -- São Paulo, 2018.

81p. : fig.; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Dentística. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Zircônia. 2. Laser de Er, Cr:YSGG.. 3. Tratamento de superfícies. I. Eduardo, Carlos de Paula. II. Título.

Cepeda Inca HE. Influência do tratamento da superfície interna da cerâmica sob diferentes parâmetros de irradiação com laser de Er,Cr:YSGG. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: 06/11/2018

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). Ana Cecília Corrêa

Instituição: FOUSP

Julgamento: Aprovado

Prof(a). Dr(a). Luciane Hiramatzu Azevedo

Instituição: FOUSP

Julgamento: Aprovado

Prof(a). Dr(a). Karen Müller Ramalho

Instituição: Universidade Ibirapuera

Julgamento: Aprovado

A Deus, que está sempre iluminando o meu caminho.

A minha esposa Tamara, por ser a mulher mais maravilhosa do mundo, por me acompanhar em todos os momentos, me dando seu amor; sem você tudo seria muito mais difícil.

A Doménica, minha filha, por ser a maior motivação para nunca desistir; de todas as coisas que eu poderia ter aprendido neste maravilhoso país, a melhor coisa foi aprender a ser pai.

A minha mãe Lucia, por seus conselhos, seu apoio mas, acima de tudo, por seu amor.

Ao meu pai Jesus (+) por seus ensinamentos, por ser o exemplo de perseverança e disciplina mais importante em minha vida, pela coragem demonstrada para progredir e por seu amor.

A minha irmã Gladys e sua família, pelo constante apoio em todos os meus projetos.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

À Profa. Dra. Márcia Martins Marques, coordenadora do Programa de Pós-Graduação DINTER.

Ao Prof. Dr. Carlos de Paula Eduardo, Coordenador do Laboratório Especial de Láser em Odontologia (LELO) e Professor Titular do Departamento de Dentística por ser o mentor deste projeto.

Ao Prof. Dr. Igort Studart Medeiros, Professor do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral (por sua valiosa ajuda neste trabalho.

À Profa. Dra. Marina Bello, por sua valiosa contribuição neste trabalho.

Ao Prof. Dr. Victor Arana, Professor Titular e Chefe do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral (FOUSP).

À Profa. Dra. Adriana Bona Matos, Professora do Departamento de Dentística.

Ao Prof.Dr. Rafael Yagüe Ballester, Professor do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral (FOUSP).

Ao Prof. Dr. Paulo César Professor do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral (FOUSP).

À Profa. Dra. Patrícia Freitas, Professora do Departamento de Dentística pela disponibilidade e colaboração neste trabalho.

À Profa. Dra. Ana Cecília Corrêa Aranha, Professora do Departamento de Dentística.

À Profa. Dra. Denise Maria Zezell do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

RESUMO

Cepeda Inca HE. Influência do tratamento da superfície interna da cerâmica sob diferentes parâmetros de irradiação com laser de Er,Cr:YSGG [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia;2018. Versão Corrigida.

Objetivos: Este estudo teve como objetivo avaliar a resistência de união entre cimento resinoso e as amostras de zircônia irradiadas com o laser de Er,Cr:YSGG em quatro parâmetros. Foram utilizadas 78 unidades experimentais (12,4 mm x 7,6 mm x 1,6 mm) a partir de blocos de Y-TZP (zircônia tetragonal estabilizada com ítrio) pré-sinterizados. A fim de obter superfícies padronizadas, os espécimes foram lixados com uma sequência decrescente de lixas (600, 1200, 1500). Em seguida, os blocos foram sinterizados em um forno específico, de acordo com as recomendações do fabricante. Os grupos experimentais foram compostos a partir de um fator de variação – tratamento de superfície. Foram formados 6 grupos experimentais (n=13) **Controle**, sem tratamento de superfície, grupo **Rocatec**, com tratamento triboquímico (Rocatec System Plus 3M ESPE), e 4 grupos laser (Waterlase Iplus Biolase Inc. Irvine, CA, EUA comprimento de onda 2780nm, 700µs, de 50% de ar e 50% de água, ponta MZ6 600µm): **L3W 20Hz** (53,57J/cm²), grupo **L3W 50Hz** (21,43J/cm²), grupo **L6W 20Hz** (107,14J/cm²), grupo **L6W 50Hz** (42,68J/cm²). Um espécime de cada grupo foi analisado através de microscopia eletrônica de varredura MEV (10000x). Após dos tratamentos de superfície, em cada bloco de zircônia foram colados 6 cilindros de resina usando cimento dual contendo MDP (Panavia F 2.0). Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C. O teste de microcisalhamento foi feito na máquina de ensaio universal (Instron 5565 EUA). Três dos 6 tubos colados em cada bloco foram avaliados depois de 24 horas de armazenamento em água a 37°C e os 3 restantes foram avaliados depois de 2000 ciclos térmicos (5°C – 30°C). O tipo de falha foi determinado através de estereomicroscópio. Os dados foram analisados pelos testes de análise de variância (ANOVA) e de Tukey com um nível de significância de p<0,01. Resultados: O grupo controle positivo (ROCATEC) apresentou diferença significativa (p <0,001) com os demais grupos. Quando foi simulado o envelhecimento térmico (termociclagem), todos os grupos apresentaram diferença significativa (p <0,001) na resistência de

união comparada com o protocolo sem termociclagem. O tratamento de superfície convencional ainda é preconizado como uma alternativa válida para melhorar a resistência de união na zircônia. O uso de laser de Er,Cr:YSGG com uma largura de pulso de 700µs dentro dos parâmetros estudados não promoveu mudanças na superfície de zircônia que favorecessem a adesão com cimento resinoso. A termociclagem influenciou negativamente em todos os grupos experimentais.

Palavras-chave: Zircônia. Laser de Er,Cr:YSGG. Tratamento de superfície.

ABSTRACT

Cepeda Inca HE. Influence of the treatment of the internal surface of the ceramic on different parameters of laser irradiation Er,Cr:YSGG [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia;2018. Versão Corrigida.

This study aimed to evaluate the bond strength between resin cement and the irradiated zirconia samples a the Er, Cr: YSGG laser in four parameters. It was used 78 experimental units (12.4mm x 7.6mm x 1.6mm) from pre-sintered Y-TZP (Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia) blocks. In order to obtain standardized surfaces the specimens were sanded with a decreasing sanding sequence (600,1200,1500). Then, the blocks form sintered in a specific oven, according to the manufacturer's recommendations. The experimental groups were composed of a variation factor - the surface treatment. Thus, 6 experimental groups were formed (n=13). Control, without surface treatment, the Rocatec group, with triboquimic treatment (Rocatec System Plus 3M ESPE), and 4 laser groups (Waterlase Iplus Biolase Inc. Irvine, CA USA wavelength 2780nm, 700µs, 50% air and 50% water, MZ6 600µm tip): L3W 20Hz (53.57J / cm²), L3W 50Hz group (21.43J / cm²), L6W 20Hz group (107.14J / cm²), group L6W 50Hz (42.68J / cm²). One specimen from each group was analyzed by Scanning Electron Microscopy (10000x). After the surface treatments, 6 resin cylinders were bonded to each zirconia block using dual cement containing MDP (Panavia F 2.0). All samples were stored in distilled water at 37 ° C. The micro-shear test was performed on the universal test machine (Instron 5565 USA). 3 of the 6 tubes pasted in each block were evaluated after 24 hours of storage in 37 ° C water and the remaining 3 were evaluated after 2000 thermal cycles (5 ° C - 30 ° C). The type of failure was determined by stereomicroscope. The data were analyzed by a test for analysis of variance (ANOVA) and tukey with a significance level of p <0.01. Results: The positive control group (ROCATEC), evaluated immediately after cementation, showed a better bond strength and there was no significant difference when thermal aging was simulated (thermocycling), nor did it differ significantly from the groups without thermocycling of 3w20Hz or 6w50hz. Conventional surface treatment is still advocated as a valid alternative to improve bond strength in zirconia. The use of Er, Cr: YSGG laser with a pulse width of 700µs within the studied

parameters did not promote changes in the zirconia surface that favored adhesion with resin cement. Thermocycling influenced negatively all experimental groups.

Keywords: Zirconia. Er, Cr: YSGG laser. Surface treatment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Representação esquemática do delineamento experimental	47
Quadro 4.1 - Marcas e composição dos materiais usados no presente estudo	51
Figura 4.2 - Representação esquemática da metodologia: Corte dos blocos pre sinterizados Y-TZP (1), padronização das superfícies (2), limpeza (3), sinterização (4), distribuição aleatória das amostras (5), tratamento de superfície (6), colagem dos cilindros de resina (7), teste de microcisalhamento depois de 24 horas de armazenamento em água 37°C(8), termociclagem (9), teste de microcisalhamento depois de 2000 ciclos térmicos (10), análise do padrão de fratura (11).....	53
Quadro 5.1 - Resistência MPa por grupo e elemento de teste	55
Gráfico 5.1 - Média da resistência (MPa) por grupo	57
Figura 5.1 - Fotomicrografias dos modos de falha após teste de microcisalhamento analisadas com estereomicroscópio com 40x de aumento. Adesivo (a), misto (b), coesivo (c).....	59
Gráfico 5.2 - Análise de padrão de fratura após realização do teste de microcisalhamento conforme as variáveis estudadas. CT (com termociclagem) ST (sem termociclagem)	60
Figura 5.2 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura das superfícies de cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada com ítrio a uma ampliação de 10000x. Controle (a) tratamento triboquímico (b), laser de Er,Cr:YSGG 3W20Hz (c), laser de Er,Cr:YSGG 3W50Hz (d), laser de Er,Cr:YSGG 6W20Hz (e), laser de Er,Cr:YSGG 3W50Hz f).....	61
Quadro 6.1 – Parâmetros de irradiação descritos na literatura revisada	71

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1-	Especificações dos grupos	49
Tabela 5.1-	Resultados dos testes de normalidade	56
Tabela 5.2-	Resultados do teste de microcisalhamento por grupo experimental	56
Tabela 5.3-	Resultado do teste de ANOVA de dois fatores de variação (tratamento e uso ou não de termociclagem).....	57
Tabela 5.4-	Teste <i>post-hoc</i> de Tukey Teste <i>post-hoc</i> de Tukey dos diferentes tratamentos de superfície.....	58
Tabela 5.5-	Teste <i>post-hoc</i> de Tukey das condições com e sem termociclagem.....	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ZrO ₂	Dióxido de Zircônio
CAD-CAM	Computer Aided Design and Computer Aided Manufacturing
Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio
SiO ₂	Óxido de Sílica
MDP	Metacriloxidecildihidrogenofosfato
Er:YAG	Érbio, Ítrio, Alumínio, Granada
FDA	Food and Drug Administration
Er,Cr:YSGG	Érbio, Cromo, Ítrio, Escândio, Gálio, Granada
CaO	Óxido de Cálcio
MgO	Óxido de Magnésio
Y ₂ O ₃	Óxido de Ítrio
CeO ₂	Óxido de Cério
MgPSZ	Zircônia parcialmente estabilizada com magnésio
Y-TZP	Zircônia policristalina tetragonal parcialmente estabilizada com ítrio
P	Fósforo
O	Oxigênio
Zr	Zircônio
MASER	Microwave Amplification by Stimulated Emission of Radiation
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
Nd:YAG	Acrônimo do inglês neodymium-doped yttrium aluminium garnet
Ho:YAG	Hólmio YAG laser
H	Hidrogênio
MPa	Megapascal
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
FOUSP	Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

LISTA DE SÍMBOLOS

μ	micro
$^{\circ}\text{C}$	graus Celsius
%	porcentagem
<	menor
bar	bares de pressão
km/h	kilômetro por hora
s	segundo
mm	milímetro
cm	centímetro
nm	nanômetro
W	Watts
Hz	Hertz
μs	microssegundo
mW/cm^2	miliwatts por centímetro quadrado
ns	nanossegundo
ps	picossegundo
fs	fentossegundo
KV	kilovolt

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	REVISÃO DA LITERATURA	27
2.1	Zircônia	27
2.2	Tratamento da superfície	30
2.3	Mecanismos de adesão química	33
2.3.1	Silano	33
2.3.2	Revestimento triboquímico	34
2.3.3	Primers e Cimentos	34
2.4	Laser	34
3	PROPOSIÇÃO	45
4	MATERIAL E MÉTODOS	47
4.1	Delineamentos experimentais	47
4.2	Confecção de unidades experimentais	48
4.3	Ensaio mecânico de microcissalhamento	52
4.4	Análise dos padrões de fratura	52
4.5	Avaliação qualitativa da superfície de zircônia: microscopia eletrônica de varredura (MEV)	54
4.6	Análise Estatística	54
5	RESULTADOS	55
5.1	Resistência adesiva	55
5.2	Padrão de falha	59
5.3	Análise da topografia	60
6	DISCUSSÃO	63
7	CONCLUSÕES	73
	REFERÊNCIAS	75

1 INTRODUÇÃO

Os altos requisitos estéticos de um mundo globalizado fizeram com que a maioria dos indivíduos procurassem um sorriso harmonioso como pré-requisito para uma boa coexistência na sociedade. Com esse objetivo, nas últimas décadas, a Odontologia restauradora e os biomateriais fizeram mudanças notáveis em suas características ópticas físicas e biomecânicas, possibilitando procedimentos que nunca antes teriam sido feitos. (1)

Hoje em dia, a cerâmica é uma das principais alternativas em materiais restauradores, pois apresenta diferentes características desejáveis para substituir os dentes naturais como fluorescência, translucidez, estabilidade química, biocompatibilidade e coeficiente de expansão térmica próximo da estrutura dental, assim como também uma maior resistência à compressão e abrasão.(1)

As cerâmicas dentais são biomateriais restauradores de natureza inorgânica, compostos principalmente de elementos não metálicos. Consistem em uma matriz vítrea com elementos como sílica, feldspato de potássio, feldspato de sódio ou ambos, dos quais dependem suas propriedades ópticas e estéticas, e uma fase cristalina composta por minerais cristalizados, responsável pelas propriedades mecânicas.(1) Mas, apesar de possuir muitas vantagens, a sua resistência à fratura é relativamente baixa.(2)

Com o advento da cerâmica à base de óxidos metálicos, como a alumina e o dióxido de zircônio (ZrO_2), que apresentam maior resistência à flexão (3) e propriedades ópticas adequadas (4), conseguiu-se utilizar esses materiais em dentes anteriores e posteriores, o que gerou grandes mudanças na odontologia restauradora. (1)

A zircônia é um material branco acinzentado, altamente resistente à ação de ácidos e corrosão. A estrutura molecular da zircônia é instável e polimórfica e, por esta razão, são adicionados diferentes óxidos a sua composição para estabilizar a estrutura, melhorando assim suas propriedades físicas. (5)

Desde a descoberta de sua capacidade de endurecimento na década de 70, a zircônia ocupa um lugar importante entre as cerâmicas dentárias, além de suas propriedades mecânicas, também permite mascarar defeitos cromáticos do substrato, nesse sentido muitas pesquisas foram desenvolvidas para melhorar suas aplicações clínicas.(5, 6)

Os últimos avanços em técnicas de laboratório, como o desenvolvimento da tecnologia CAD/CAM (*computer-aided design and computer-aided manufacturing*), oferecem múltiplas vantagens como a redução do tempo de trabalho, a rentabilidade e a qualidade padronizada do produto final. (5, 7)

Inicialmente, muitas pesquisas sugeriram que as restaurações poderiam ser cimentadas usando cimentos de fosfato de zinco e técnicas convencionais ou ionômero de vidro. (8) Mas quando a retenção e a estabilidade do preparo são ruins, recomenda-se o uso de uma técnica de cimentação adesiva que promova uma união química e micromecânica. (8)

Para a cimentação da cerâmica, é necessário ter uma superfície adequada apresentando microrretenções, porém as técnicas adesivas tradicionais aplicadas em cerâmicas à base de sílica não provaram ser eficazes o suficiente para melhorar a ligação de cimento às superfícies das cerâmicas à base de zircônia.(8)

Numerosos estudos demonstraram que a aplicação de ácido fluorídrico em diferentes concentrações é incapaz de gerar alteração topográfica suficiente na superfície do óxido de zircônio e, portanto, promover adesão micromecânica do cimento. (9)

Diferentes métodos, como a abrasão superficial com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3), aparentemente tiveram um efeito positivo na longevidade da ligação do cimento resinoso com a cerâmica. (8)

Atualmente, existem sistemas para condicionamento de superfícies cerâmicas que permitem a fusão de uma camada de sílica na superfície por meio de um jato de ar com óxido de sílica (SiO_2), proporcionando maior resistência à adesão.(10)

O impacto das partículas em alta velocidade na superfície resultou em um aumento de temperatura devido à ação intensa gerada pelo jato de ar. Este

processo permite impregnar a camada de sílica com a superfície e é conhecido como adesão triboquímica.(10)

Além disso, o uso de um agente de ligação, como o silano, aumenta a energia superficial do substrato e permite uma ligação química entre a cerâmica de sílica e o cimento de fase orgânica.(11-15)

Os cimentos autocondicionantes também têm sido recomendados por apresentar uma técnica mais simples e menos sensível em comparação com os sistemas convencionais, já que os adesivos atuam conjuntamente com o componente ácido formando uma base de monômeros simplificados que modificam a camada híbrida, infiltrando-se na dentina. Estes cimentos são indicados para a cimentação em dentina ou esmalte de diferentes tipos de prótese feitos em vários materiais tais como metais preciosos, cerâmicas ou com subestrutura como alumina ou óxidos de zircônio.(8, 9) Alguns estudos também determinaram que os cimentos que contêm monômeros de fosfato de MDP (10 metacriloxidecildihidrogenofosfato) foram capazes de produzir união química aos óxidos metálicos de cerâmica de alumina. (9)

Nas últimas décadas, o uso de lasers em Odontologia permitiu uma nova abordagem dos procedimentos restauradores. Em 1997, o uso do laser de Er: YAG (érbio, ítrio, alumínio, granada) foi aprovado pela FDA (Food and Drug Administration) para tratamento odontológico com um comprimento de onda de 2940nm, permitindo uma remoção segura e seletiva de tecido contaminado sem causar danos nos tecidos circundantes. (9)

O efeito dos lasers de alta potência tem sido estudado extensivamente em pesquisas que avaliam a resistência de união por meio de testes de microtração e microcisalhamento, incluindo irradiação em restaurações indiretas de cerâmica.(16)

O laser de Er,Cr:YSGG (érbio, cromo: ítrio, escândio, gálio, granada) foi desenvolvido no início da década de 1990, com um comprimento de onda de 2780nm, com uma alta afinidade pela água. (9) Isso permite que ela interaja com a superfície de cerâmica através da água, favorecendo a absorção e a geração de microexplosões, o que gera um fenômeno chamado ablação, alterando a topografia da porcelana e favorecendo a adesão dos cimentos resinosos.(15, 17)

Diante da dificuldade em se chegar a uma união adequada com a zircônia e a escassa informação o efeito do laser de Er,Cr:YSGG na zircônia e sua influência sobre a adesão ao cimento resinoso, de modo que este estudo é de grande relevância clínica em virtude da falta de informação e evidências científicas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

As altas exigências do mundo moderno transformaram o uso dos materiais estéticos em um desafio importante para a realização de tratamentos em pacientes com altas expectativas.(10) O desenvolvimento de técnicas adesivas ao esmalte e à dentina permitiu o uso com sucesso de materiais estéticos.(18)

No entanto, devido ao fato de que os compostos de resina têm limitações mecânicas e com o objetivo de melhorar o resultado estético de próteses fixas metalocerâmicas, foram desenvolvidos sistemas cerâmicos mais resistentes às forças de mastigação, o que permitiu fabricar restaurações totalmente cerâmicas sem infraestrutura metálica, conservando a cor dos tecidos moles.(10)

As cerâmicas dentárias são materiais de origem inorgânica, caracterizados por sua biocompatibilidade, resistência à corrosão, boas propriedades mecânicas e ópticas.(5) Elas são constituídas por uma matriz vítrea, responsável por suas propriedades estéticas, que fica imersa na fase cristalina, a qual lhe dá suas propriedades mecânicas.(5) Com o objetivo de melhorar a resistência na cerâmica, a quantidade de cristais em relação à fase de vidro foi aumentada.(8) As restaurações de cerâmica são indicadas para *inlays*, *onlays*, coroas e próteses parciais fixas.(10)

2.1 Zircônia

No início da década de 1970, o ZrO_2 (6) tinha pouca aplicação como cerâmica estrutural e seu uso era apenas como material refratário.(19) A partir da aplicação de materiais cerâmicos em tratamentos restauradores, muitas investigações têm procurado melhorar suas propriedades.(20)

A zircônia pura pode ter três formas cristalográficas diferentes, dependendo da temperatura: monoclinica desde a temperatura ambiente até $1170^{\circ}C$, tetragonal de 1170 a $2370^{\circ}C$ e cúbica acima de $2370^{\circ}C$.(6) Novas investigações foram

capazes de manter a zircônia em uma fase tetragonal estável à temperatura ambiente adicionando outros óxidos como CaO (óxido de cálcio), MgO (óxido de magnésio), Y₂O₃ (óxido de ítrio) ou CeO₂ (óxido de cério)(6), ou seja, eles permitem o controle da mudança de tetragonal para monoclinica.(6, 19, 21)

As cerâmicas de zircônio estabilizadas e sinterizadas exibem melhores propriedades mecânicas, como resistência à flexão a 800-1000 MPa e resistência à fratura na faixa de 6-8 MPa em comparação com as porcelanas feldspáticas, que foram historicamente usadas em próteses.(6, 22)

Assim também a ação de determinados esforços pode causar pequenas fissuras no material cerâmico, o que leva a uma transformação da fase tetragonal em monoclinica, causando expansão ou aumento de volume de 4%,(23) Isso constitui um mecanismo que, efetivamente, interrompe a propagação do *crack* graças à expansão dos cristais de zircônia, o que provoca tensões de compressão localizadas no vértice do *crack*, dando uma alta tenacidade do material. (3, 19)

No entanto, esta transformação de fase pode ser propagada gradualmente sobre a estrutura profunda do material, o que pode ser prejudicial porque um alto nível de fase monoclinica afeta as características mecânicas, como força e dureza, reduzindo o sucesso clínico a longo prazo das restaurações de zircônia.(23)

Várias aplicações clínicas são atualmente atribuídas à zircônia, como uso em próteses parciais fixas, aparelhos ortodônticos, implantes dentários e pilares protéticos para implantes. Por isso a zircônia precisa ter uma mecânica adequada para suportar forças oclusais; no entanto, para alcançar o sucesso clínico, ela também requer uma força de ligação confiável, capaz de resistir à fratura e proporcionar maior longevidade. (6, 22, 23)

Atualmente, no mercado, existem alguns sistemas de zircônia estabilizadas com diferentes cátions, como ítrio Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio), cátion de magnésio Mg-PSZ (zircônia parcialmente estabilizada com magnésio) e alumina endurecida com zircônia.(6)

Filser et al. 2003 mencionaram que existem duas maneiras de processar a zircônia: por polimento suave de blocos pré-sinterizados e uma sinterização posterior a altas temperaturas, ou por um polimento duro de blocos completamente sinterizados. (24)

As restaurações produzidas por polimento de blocos Y-TZP totalmente sinterizados demonstraram uma quantidade significativa de zircônia monocínica; isso pode ser associado ao microcraqueamento superficial, o que pode gerar degradação em temperaturas mais baixas, reduzindo a confiabilidade do material.(6)

É importante enfatizar que as propriedades mecânicas da Y-TZP estão diretamente relacionadas ao tamanho do grão.(24) Se o tamanho não for adequado, a zircônia Y-TZP torna-se menos estável e, portanto, mais suscetível a uma transformação espontânea da fase tetragonal para a fase monocínica, enquanto que os tamanhos menores de grãos ($<1\mu\text{m}$) estão associados a uma menor transformação.(24) Por outro lado, um grão de menor tamanho ($<0,2\mu\text{m}$) evita a transformação da fase tetragonal em monocínica, o que reduz a resistência à fratura. (24) As temperaturas de sinterização mais altas e os tempos de sinterização mais longos levam a maiores tamanhos de grãos e, por isso, é importante considerar a sinterização e seu impacto na estabilidade e nas propriedades do produto final.(24)

No entanto, apesar das muitas vantagens mencionadas acima da zircônia, o sucesso dos tratamentos restauradores depende, em grande parte, da possibilidade de alterar a topografia da superfície para melhorar a resposta à adesão micromecânica a outros materiais (cimentos e resinas dentárias).(25)

As cerâmicas de ZrO_2 são essencialmente não-polares e inertes,(26) então a aplicação de técnicas tradicionais por corrosão com ácido fluorídrico não é capaz de alterar a topografia e gerar uma superfície adequada para retenção micromecânica.(3, 6)

2.2 Tratamento da Superfície

Na prática clínica, o uso de restaurações de cerâmicas é muito comum, por isso é importante estabelecer uma ligação durável e confiável entre uma cerâmica dental e um composto de resina.(27) Alguns autores determinaram que para a adesão entre um agente de cimentação e uma superfície cerâmica, a superfície precisa de um pré-tratamento, (28, 29) que produz rugosidade, o que favorece a retenção micromecânica, melhora a molhabilidade e aumenta a área superficial.(23, 29, 30)

Esta conexão foi tradicionalmente alcançada alterando a topografia da superfície cerâmica de duas maneiras: criando retenções micromecânicas com ácido fluorídrico e / ou com jateamento com óxido de alumínio e através de um agente de acoplamento químico (silano).(27)

Muitas pesquisas determinaram que as cerâmicas à base de zircônia apresentam alta resistência à corrosão com ácido fluorídrico devido à incapacidade deste ácido para degradar uma superfície cerâmica compacta com alto teor de cristais de zircônia e que o condicionamento ácido só é efetivo na cerâmica à base de feldspato, leucita e dissilicato de lítio na medida em que promove a dissolução da matriz vítrea, (21, 29, 31) o que aumenta a área superficial e melhora a molhabilidade da cerâmica, alterando sua energia superficial e o potencial de ligação da cerâmica à resina.(32)

Uma alternativa para melhorar as condições de superfície é a asperização da zircônia por polimento com instrumentos rotatórios. Devido à alta dureza da zircônia precisa-se de instrumentos rotatórios diamantados entre 120 e 200 μm .(33) No entanto, algumas pesquisas concluem que, apesar de ter obtido superfícies mais irregulares do que com outras técnicas e força de ligação melhorada, esse método não é confiável porque danifica as superfícies de zircônia e induz a formação de microfissuras na superfície. (6, 21, 26) Outros parâmetros de asperização com um meio úmido e uma roda de diamante de 91 μm parecem não reduzir drasticamente a resistência à flexão. (21)

O jateamento de ar com partículas também foi proposto como alternativa para promover a rugosidade na zircônia, melhorar a retenção micromecânica,(7, 26, 32) aumentar a energia superficial e reduzir os poluentes orgânicos,(12) facilitando a molhabilidade da superfície. (34, 35)

O jateamento foi descrito como um tratamento de superfície aceitável em cerâmicas cristalinas, mas este procedimento foi prejudicial em cerâmicas com alto conteúdo vítreo já que poderia favorecer significativamente a perda de volume em peso destas cerâmicas. (36)

Na literatura existem alguns parâmetros, como o jateamento com partículas de alumina de 25 a 250 microns, com uma pressão de propulsão de 0,05 a 0,45 MPa a uma distância de 5 a 20 mm e durante um período de entre 5 e 30 segundos; no entanto, também menciona-se que não houve diferença significativa entre o jateamento com partículas pequenas (25 a 50 μ) em relação às partículas maiores (110 μ), e que o jateamento melhora a rugosidade da superfície sem aumentar a retenção micromecânica.(34)

Como no polimento, algumas desvantagens podem resultar como efeito adverso do jateamento, como a possível criação de microfissuras e ativação da fase tetragonal para monoclínica, o que limita as propriedades mecânicas da zircônia.(6, 28, 34)

Hallmann et al. 2016 avaliaram o efeito da abrasão com partículas aerotransportadas com diferentes tratamentos de superfície na zircônia e determinaram que a fração volumétrica da fase monoclínica com partículas de alumina de 150 microns era de 8,6%, com partículas de óxido de zircônio era 1,2% e com plasma de gás foi de 0,68%, concluindo que as partículas afiadas causam maior transformação da fase tetragonal em monoclínica e que esse efeito pode estar relacionado à distância da superfície cerâmica. (3)

Outros autores enfatizaram a importância do controle a longo prazo das características das superfícies de zircônia tratadas por jateamento, já que pequenas rachaduras, mesmo que sejam por cargas muito baixas, foram prejudiciais quando testadas em ciclos de carga. (6)

Na literatura também tem sido descrita uma diminuição na resistência da fratura e no módulo de Weillbull associado à abrasão com partículas transportadas pelo ar, mas os efeitos negativos que isso poderia causar não estão claramente definidos, enquanto outras investigações concluíram que a abrasão com partículas aerotransportadas poderia fortalecer a estrutura da zircônia.(12)

Para minimizar esses efeitos, novas pesquisas sugerem um jateamento com partículas mais suaves e redondas (3) de até 50 μ , (37) já que apesar de gerar menor rugosidade, oferece maior resistência à adesão da zircônia e equilibra os danos causados por um jateamento mais agressivo. (3, 37)

Nesse sentido, os fabricantes também sugerem um tratamento térmico da zircônia após o jateamento de areia para reverter a transformação de uma fase monoclinica ou o uso desse método antes da sinterização.(34)

Outros estudos se concentram no desenvolvimento de técnicas adesivas com base na alteração da topografia da superfície de zircônia complementada com procedimentos para conseguir a ligação química,(29) porque, aparentemente, a abrasão da superfície com partículas de óxido de alumina por jato de ar não causa rugosidade suficiente para favorecer uma retenção micromecânica confiável,(34) e a combinação deste processo com um agente de acoplamento de silano não parece ser eficiente,(22) devido à quantidade reduzida de sílica na superfície da zircônia. (32)

Também foram testadas outras alternativas para melhorar a porosidade superficial da zircônia, como a cobertura com granulados de porcelana de baixo ponto de fusão, que permitem que a superfície da zircônia seja convertida em uma superfície altamente reativa devido ao alto teor de sílica, obtendo melhores resultados do que os métodos mencionados acima. (34)

2.3 Mecanismos de Adesão Química

2.3.1 Silano

A baixa eficiência dos ácidos para gerar microrretenções na cerâmica com alto teor de cristais e os valores insatisfatórios do jateamento provocaram a busca de novas alternativas que melhorem a força de adesão à zircônia.(38)

As pesquisas determinaram a necessidade de reforçar a retenção micromecânica com ligações químicas a fim de obter melhores valores de adesão. (21)

Para contribuir com essa adesão foi testado um agente de união bifuncional silano. Cada molécula de silano reage com duas superfícies diferentes: a fase inorgânica do material cerâmico e o componente orgânico do agente de cimentação de resina, o que permite uma ligação covalente entre o grupo SiO_2 da cerâmica e o siloxano. (10)

Quando o silano reage com a sílica da superfície cerâmica, adquire duas características: hidrofobicidade e organofilicidade. A hidrofobicidade permite criar um mecanismo de proteção contra a degradação hidrolítica, enquanto a organofilicidade favorece a molhabilidade da superfície, o que é importante para favorecer o contato íntimo dos agentes cimentantes e melhorar a adesão.(39)

Muitos estudos demonstraram que a combinação de ácido fluorídrico e silano é um tratamento mais efetivo em cerâmica vítrea, (27, 38) enquanto Sorensen et al. concluíram que a aplicação do silano não causa um efeito significativo na resistência da adesão a diferentes tipos de cerâmica.(27)

Várias investigações determinaram que, uma vez que o silano foi aplicado e seco sobre a superfície cerâmica, se forma uma película composta por três estruturas, dois superficiais que correspondem a pequenos oligômeros que podem ser eliminados com solventes orgânicos ou com água à temperatura ambiente, e uma camada mais próxima à superfície cerâmica hidrolisada exclusivamente com água quente, formada por alguns enlaces de siloxano, o que permitá a conexão com

os oligômeros. Os investigadores concluíram que só esta última camada era mais estável e quimicamente absorvida pela superfície cerâmica, enquanto as outras estruturas superficiais são prejudiciais para gerar uma união. (27)

O silano, juntamente com o jateamento com partículas de alumina, oferece uma baixa força de ligação à zircônia. (37) Isso pode ser devido à ausência de sílica e à fase vítrea na cerâmica de zircônia, razão pela qual nem a corrosão com ácido hidrófluorídrico / ácido fosfórico nem o acoplamento de silano são suficientes para aumentar a força de união.(35)

Outras pesquisas mostraram que a aplicação de um agente de união silano quente pode melhorar a força de ligação inicial, mas os resultados ainda geram muita controvérsia sobre a longevidade dessa ligação. (40)

Novas pesquisas procuraram desenvolver outros mecanismos que permitam realizar uma união química pelo revestimento da sílica.(28, 38)

2.3.2 Revestimento Triboquímico

O revestimento triboquímico é um mecanismo de ativação físico-química,(41) que consiste na abrasão superficial com partículas de Al_2O_3 (óxido de alumínio) revestidas com sílica,(21) o que aumenta a concentração de sílica, permitindo ligações químicas com o silano e o monômero de MDP contido nos agentes de cimentação.(21, 23, 28, 29)

Atualmente, é o método padrão para restaurações à base de zircônia. As partículas tratadas com sílica se fundem na superfície, preparando-a para ser ativada quimicamente por um agente de acoplamento de silano.(40)

De acordo com os fabricantes do sistema Rocatec 3M ESPE, o processo de silicatização da superfície jateada ocorre devido ao impacto das partículas de Al_2O_3 modificadas por ácido silícico e à transmissão de impulsos e energia, que geram temperaturas muito elevadas a nível microscópico, o que provoca uma excitação muito forte dos átomos e das moléculas das superfícies do substrato tratado,

levando à formação de um tribloplasma. Para alcançar esse processo é necessária uma alta energia, que vem do jato, o mesmo que precisa de uma pressão mínima de 2,8bar por 15s para alcançar uma aceleração das partículas de 1000 km/h implantando o SiO_2 (dióxido de silício) na superfície a uma profundidade de até 15 μ . (42)

Alguns autores relataram que o revestimento de sílica antes da aplicação de um agente de ligação de silano pode aumentar significativamente a resistência de união nas cerâmicas de zircônia e alumina.(28)

Kiyan et al. 2007, em seu estudo que analisa a influência de diferentes tratamentos superficiais em dois tipos de cerâmica, mostraram que o revestimento com sílica em cerâmica de alumina cristalina oferece valores de adesão maiores em relação ao jateamento com Al_2O_3 , enquanto que para uma cerâmica de dissilicato de lítio parece que o método mais eficiente ainda é o tratamento com ácido fluorídrico. (10)

Bottino et al. (31) analisaram o efeito dos sistemas de revestimento de sílica em cerâmicas de óxido de zircônio em relação à resistência de união a um cimento resinoso e descobriram que os sistemas triboquímicos de revestimento de sílica (consistindo de 3 fases: abrasão com óxido particulado de alumínio, abrasão com partículas de Al_2O_3 de 30 μ modificadas com sílica e silanização com um agente de acoplamento de silano) aumentaram a resistência à tração na resistência de ligação entre o MDP contido no cimento resinoso (Panavia F) e na cerâmica de óxido de zircônio.(28, 31)

Outros estudos demonstram que a aplicação de partículas de Al_2O_3 favorece a retenção micromecânica, mas as partículas de alumina podem ficar soltas na superfície e por isso é que elas precisam ser limpas pela lavagem ultrassônica.(36) Assim também o revestimento com partículas de sílica pode ser parcialmente removido por limpeza ultrassônica sem que sua morfologia seja afetada em comparação com a técnica original. (36)

Na literatura também tem sido descrito que o tratamento triboquímico associado à aplicação de silano pode apresentar ligações fracas com cimentos convencionais Bis-GMA (bisfenol glicidil metacrilato), HEMA (metacrilato de hidroxietila) imediatamente e depois dos testes de ciclagem térmica.(13, 28, 43)

2.3.3 Primers e Cimentos

As cerâmicas cristalinas tradicionalmente foram cimentadas com fosfato de zinco ou ionômero de vidro, mas devido a uma maior demanda estética e com o objetivo de melhorar a integridade marginal e os resultados ópticos e aumentar a força de adesão nos tecidos dentários, recomendou-se o uso de cimentos resinosos. (38)

Infelizmente, a ligação micromecânica obtida pelas técnicas de abrasão superficial provou não ser suficiente para a adesão dos cimentos resinosos.(41) Com o objetivo de encontrar melhores resultados, novos ativadores foram desenvolvidos para reduzir o ângulo de contato e melhorar a molhabilidade da superfície cerâmica e conseguir uma adesão química adicional.(21, 41, 44).

Devido à ausência de sílica na superfície da zircônia, os agentes de ligação silano comumente utilizados não fornecem uma ligação estável, (11) razão pela qual outras investigações buscaram melhorar a adesão à zircônia com métodos inovadores que permitem desenvolver uma interação química entre a superfície cerâmica e os monômeros utilizados nas resinas, demonstrando que a incorporação de Bis-GMA aos *primers* de zircônia não conseguiu melhorar a força de ligação nem causar nenhum efeito no ângulo de contato. (40)

Muitas técnicas sensíveis foram descritas na literatura como um passo preliminar para alcançar uma adesão adequada entre os cimentos resinosos e o material restaurador, porém, com o desenvolvimento dos sistemas autoadesivos, foi possível obter uma resistência adesiva adequada sem a necessidade de procedimentos preliminares no substrato, facilitando as técnicas de cimentação.(45)

O MDP foi inicialmente projetado para adesão ao metal devido à forte aderência que os monômeros promovem ao reagir com óxidos em superfícies metálicas.(12)

Mesmo sendo a zircônia um material bioinerte, demonstrou ter uma alta afinidade pelos íons fosfato devido a uma camada passiva de óxido sobre a superfície; sendo assim, alguns monômeros organofosfato, tais como MDP e outros monômeros ácidos, como o 6-metacriloxi fosfonoacetato (6-MHPA), 4-metacriloxietil trimelitato anidro (4-META) e trifosfórico metacrilato (MEPS) foram introduzidos nos processos prévios à cimentação da zircônia.(11, 12, 37)

O MDP contém um grupo éster-fosfato que reage com os grupos hidroxila da zircônia, formando uma ligação covalente P-O-Zr; foi assim que os monômeros MDP foram incorporados aos sistemas adesivos atuais juntamente com outros monômeros ácidos com o propósito de criar um complexo zircônia, resina e dente.(11, 12, 45-48).

Em um estudo realizado por Nagaoka et al. 2017 foi determinado que a aplicação de 10 MDP em uma superfície de zircônia aumentou a hidrofobicidade da superfície, o que estaria relacionado com a presença da cadeia de 10 carbonos de 10-MDP na superfície da zircônia após a aplicação do *primer* e que a resistência de ligação teria uma nítida dependência com a concentração de MDP no produto comercial. (46)

Outras investigações determinaram que a presença de MDP na composição do cimento resinoso melhora a força de união e que a porcentagem de compostos inorgânicos é importante para favorecer a resistência à hidrólise.(34)

Nos *primers* comerciais foram relatadas concentrações de 10-MDP de 1% em peso, enquanto que para os cimentos as concentrações são maiores. (46)

Na literatura, descreveu-se que os *primers* metálicos com MDP melhoram a ligação química dos cimentos resinosos às cerâmicas sem tratamento superficial, mas esta ligação é mais sólida quando a aplicação do *primer* é precedida de jateamento com partículas de alumina de 90 μ . (34)

Akay et al. em 2016 relataram que a combinação de jateamento com MDP promove valores aceitáveis na força da união imediata e que um ataque químico quente associado à aplicação de MDP também é favorável para melhorar a força de adesão, motivo pelo qual podem ser considerados métodos efetivos de adesão entre resina e zircônia (12)

Outras pesquisas mostraram que o uso de *primers* metálicos junto com a abrasão com partículas de alumina de 125 μ pode melhorar a força de ligação da zircônia; (37) no entanto, o uso exclusivo de abrasão sem tratamento químico oferece resultados controversos.(40)

Outra vantagem é que a aplicação de iniciadores metálicos compreende uma técnica fácil.(34) Também foi relatado que o uso de MDP associado com *primers* e revestimentos triboquímicos pode ser favorável na ligação inicial, mas ainda há dúvidas dessa união a longo prazo, pois as ligações iniciais à cerâmica são suscetíveis à degradação hidrolítica.(11)

Em um estudo realizado por Tunc et al. 2017, que procurou verificar o efeito dos *primers* com MDP associados aos cimentos de fosfato de zinco, aos sistemas adesivos convencionais e aos sistemas autoadesivos em estruturas de zircônia e dissilicato de lítio, foi determinado que a utilização de um *primer*, o MDP, apenas causou um efeito significativo nos sistemas adesivos convencionais; no entanto, os sistemas autoadesivos apresentaram valores significativamente maiores do que os demais grupos estudados. (45)

Muitas pesquisas concluem que os cimentos e *primers* que contêm na sua composição MDP podem ser usados na cimentação de cerâmica com alto conteúdo de óxido, como a zircônia, porque o monômero 10-MDP pode ser adsorvido nas partículas de zircônia por meio de uma ligação de hidrogênio ou interação iônica entre os grupos. (45, 46)

Wolfart et al. (13) relataram que os maiores valores de adesão em zircônia sinterizada foram obtidos combinando abrasão com ar e cimentos resinosos contendo MDP, mesmo depois de um processo de termociclagem equivalente a 150 dias, sendo que esses valores não mostraram diferença significativa.

Alguns autores afirmaram que o uso de cimentos contendo MDP em sua composição após o tratamento de superfície pode aumentar a força de adesão devido ao fato de que partes ativas do MDP reagem com a superfície da zircônia; no entanto, a duração desta união a longo prazo ainda é questionável porque essas reações são susceptíveis à instabilidade após o envelhecimento (12, 13, 34, 44, 48).

Assim como a asperização e a obtenção de microrretenções na superfície da zircônia, é importante que a superfície seja limpa com água e ar antes da ligação adesiva e seja aplicado um cimento resinoso contendo MDP a fim de obter uma união adequada. (13)

2.4 Laser

No final do século passado, as primeiras afirmações de Maxwell sobre a teoria das ondas eletromagnéticas, em 1861, abriram caminho para entender melhor a propagação da luz. (49)

Mais tarde, em 1900, Max Plank apresentou uma fórmula na qual o fóton foi revelado como uma constante relacionada à frequência da onda de luz e depois, em 1905, Albert Einstein conseguiu explicar que a energia da luz não era distribuída em uma onda de luz, mas em pequenos pacotes chamados “quantum”, sendo este o início de uma nova física quântica. Todos esses conceitos básicos dariam origem ao desenvolvimento de novas tecnologias, como telefones celulares, radares, micro-ondas e, claro, os lasers. (49)

Em 1953, Charles Townes construiu um dispositivo com características similares ao laser denominado MASER, que fazia referência às micro-ondas; finalmente, em 1959, Gordon Gould criaria o termo LASER, que corresponde a um acrônimo das palavras “Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation” ou Amplificação da Luz por Emissão Estimulada de Radiação.(49)

O comprimento de onda é a distância entre a crista de uma onda para a crista da próxima onda e é o parâmetro comumente usado na área médica para destacar a informação do espectro. (49)

Dentro do espectro eletromagnético, existem diferentes faixas, desde comprimentos de onda muito pequenos, como raios-X, até comprimentos de onda mais amplos, como a radiação UV que representa a luz ultravioleta. (49)

Os comprimentos de onda que ainda podem ser definidos como radiação laser são aqueles que alcançam até 1 mm; comprimentos maiores do que isso são chamados de micro-ondas e aqueles que são próximos de 10 cm entram no campo de ondas de rádio.(49)

Acima de 400 nanômetros (nm), a luz ultravioleta torna-se violeta e entra na faixa do espectro visível; podemos citar, por exemplo, a cor turquesa a 488 nm, a cor verde a 514nm, onde o laser de argônio está localizado, o laser de frequência dupla Nd:YAG (neodímio ítrio alumínio granada) de 532nm com cor dentro da faixa verde, o laser de hélio-neônio a 632.8nm correspondendo à cor vermelha comumente usado na acupuntura, e o laser de diodo, que possui um comprimento de onda de 650nm e é usado em diagnóstico de cárie ou como apontador laser.(49)

O olho humano tem a capacidade de interpretar como cores diferentes comprimentos de onda entre 400 e 700nm; a partir daí, a cor vermelha se torna infravermelha, sendo este comprimento de onda amplamente aplicado no campo médico e odontológico. Recentemente, o laser de diodo 940 e 980nm foi incorporado, embora também existam muitos lasers de diodo de 810nm e suas indicações estão relacionadas ao comportamento da dispersão de luz em diferentes tecidos. (49)

Há outros comprimentos de onda usados com frequência: como, 1.064nm, que correspondem a um laser de Nd:YAG indicado para a cirurgia devido à sua ação de coagulação e efeito bactericida; o laser de Ho:YAG (hólmio, ítrio, alumínio, granada) de 2.080nm utilizado em artroscopia e litotripsia; já os lasers de Er:YAG 2.940nm e Er,Cr:YSGG 2.780nm são facilmente absorvidos pela água e pelas moléculas de O (oxigênio) e H (hidrogênio) (2700-3100nm), são aplicados nos tecidos duros, como cartilagem, ossos, esmalte e dentina, e também podem ser

usados em cirurgias de tecidos moles modificando a duração de seus pulsos e os parâmetros de refrigeração,(50) no entanto, os sistemas de CO₂ de 10.600nm oferecem um uso cirúrgico mais amplo.(43) Também é importante enfatizar que o laser de CO₂ e o laser de Er,Cr:YSGG são altamente absorvidos pela hidroxiapatita presente na estrutura dentária. (51)

Os primeiros lasers em Odontologia procuraram irradiar tecidos duros, como esmalte e dentina, mas o principal problema foi controlar o aumento da temperatura intrapulpar, uma vez que foi demonstrado que uma temperatura superior a 5,5°C pode ser prejudicial para a polpa. (39)

Ablação é o nome dado ao mecanismo pelo qual o laser remove a estrutura dental; consiste na absorção da energia do laser pelas moléculas de água contidas quando a temperatura excede 100°C; a água passa do estado líquido para o vapor, de modo que ele se expande e gera certa pressão. Se isso acontecer rapidamente, ocorre uma microexplosão, conhecida como ablação termomecânica.(39, 49)

Com base neste mecanismo, existem muitas aplicações clínicas que foram descritas na literatura como prevenção de cáries, (51) remoção eficiente e segura da estrutura dentaria comprometida, (52) adesão de cimentos,(53) (46) adesão de materiais restauradores(54, 55) e tratamento de superfícies de cerâmicas.(8, 29, 30, 56).

Para uma interação adequada dos lasers é muito importante a escolha correta dos ajustes do laser. Em oposição a isso, se parâmetros incorretos forem escolhidos, os efeitos colaterais, como danos mecânicos e térmicos, podem ser a consequência. Portanto, a seleção das condições de irradiação mais adequadas é um passo extremamente importante na pesquisa com laser.(30, 52)

Devido às controvérsias que ainda existem na adesão de cerâmicas cristalinas, muitas pesquisas procuraram melhorar a rugosidade e a microrretenção das superfícies cerâmicas através da irradiação com laser de alta potência. (30, 38, 47) .

O laser de Nd:YAG tem sido empregado na Odontologia com diferentes propósitos como hipersensibilidade dentinária, remoção de tecido cariado,

clareamento e como uma alternativa para o tratamento de superfícies de restaurações indiretas. (57, 58)

Outras pesquisas procuraram melhorar a força de união à zircônia usando laser para alterar a superfície cerâmica e causar retenção micromecânica, porém, ao comparar o efeito do laser de Nd:YAG (1.064nm) na força da ligação da zircônia, foi determinado que não houve diferença significativa entre o grupo controle e os grupos experimentais, enquanto o tratamento por abrasão com partículas de óxido de alumínio ainda proporciona os maiores valores de adesão quando avaliados após 24 horas e não houve diferença significativa após terem sido submetidos a 20.000 ciclos térmicos.(57)

Cengiz et al. 2016 determinaram, através de um teste *push-out*, que a aplicação de laser de Er,Cr: YSGG com 3,5 e 4,5 W em amostras de zircônia não aumentou a força de união, mas causou irregularidades na superfície.(59)

Novas pesquisas sugerem que a irradiação de zircônia com laser de Er, Cr: YSGG em baixas concentrações de energia poderia produzir pequenas alterações na superfície da cerâmica, mas parâmetros com alta concentração de energia podem causar deterioração da superfície, fissuras e alterações na sua estrutura, o que poderia ocasionar falhas clínicas. (56)

Ao investigar o efeito do laser de Er,Cr:YSGG sobre a resistência de união em uma cerâmica com alto teor cristalino, como a alumina, pode-se determinar que este mecanismo, acompanhado da aplicação de silano, foi tão eficaz quanto o revestimento de superfícies com óxido de sílica sem causar alterações cromáticas ou microfraturas na superfície da cerâmica. (56)

Aras et al., em 2016, relataram que o laser de Er,Cr:YSGG (3W) consegue alterar a superfície das cerâmicas de zircônia quando é aplicado antes da sinterização, aumentando a superfície de contato; no entanto, isso não conseguiu melhorar a resistência da união em comparação com o tratamento triboquímico.(9)

Outras investigações compararam o efeito da abrasão com laser de ar e CO₂ e o laser de Er,Cr:YSGG (3W - 2W) em zircônia concluindo que os mecanismos de irradiação do laser não se mostraram mais eficientes ao medir a resistência. de união. (60)

Poucos estudos avaliaram o efeito dos lasers de alta intensidade em cerâmicas com alto conteúdo cristalino e, devido à inconsistência dos resultados, ainda não foi possível determinar um protocolo padrão para o tratamento de superfícies de zircônia que garanta uma força de ligação clinicamente estável.(21, 34, 61).

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo avaliar a resistência de união entre um cimento resinoso e amostras de zircônia irradiadas com o laser de Er,Cr:YSGG em quatro parâmetros.

A hipótese nula deste estudo foi que o laser de Er,Cr:YSGG nos parâmetros de irradiação (3W 20Hz, 3W 50Hz, 6W 20Hz, 6W 50Hz) não apresentaria efeitos na superfície da zircônia similar ao do tratamento triboquímico.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

Neste estudo foram utilizadas duas variáveis, o tratamento de superfície e envelhecimento. E a variável de resposta deste estudo foi a resistência de união obtida pelo teste de microcisalhamento (Mpa). Foram confeccionadas 78 unidades experimentais pré-sinterizadas a partir de zircônia totalizando um $n=13$ (Figura 4.1).

Figura 4.1 – Representação esquemática do delineamento experimental

4.2 Confecção de unidades experimentais

Os blocos cerâmicos (Zircônia Y-TZP Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) foram seccionados usando uma cortadora de precisão (IsoMet 1000 Precision Sectioning Saw, BUEHLER LAKE BLUFF, IL. EUA) e um disco diamantado (Metscut USA W4L0,12 low concentration 0,3 mm) a 375rpm e arrefecimento com água com as seguintes dimensões: 15,6 mm x 9,5 mm x 2,3 mm. Com o propósito de padronizar a superfícies, os blocos foram polidos (AutoMet 3000 BUEHLER LAKE BLUFF, IL. EUA) com uma lixa de Al_2O_3 número 600 por 10 segundos no sentido horário, lixa número 1200 por 3 minutos no sentido anti-horário e lixa número 1500 por 3 minutos no sentido horário, com força de 5N e 100 rpm para todos os tipos de lixas. Em seguida, os blocos foram lavados com água destilada por 60 segundos com ultrassom e levados a um forno de sinterização Zyrcomat (VITA Zahnfabrik, Alemanha) a 1520°C seguindo as instruções do fabricante, obtendo-se blocos sinterizados com as seguintes medidas finais: 12,4 mm x 7,6 mm x 1,6 mm.

Figura 4.2

Depois os blocos foram limpos com isopropanol a 96% por 180 segundos em ultrassom e secos com ar durante 10 segundos. Finalmente, os blocos cerâmicos foram distribuídos aleatoriamente em seis grupos (n=13), como se segue: o grupo **Controle**, sem tratamento de superfície, grupo **Rocatec**, com tratamento triboquímico (Rocatec System Plus 3M ESPE), grupo **L3W 20Hz**, irradiado com laser de Er, Cr: YSGG 3W-20Hz, grupo **L3W 50Hz**, irradiado com laser de Er,CrYSGG 3W-50Hz, Grupo **L6W 20Hz**, irradiado com laser de Er,CrYSGG 6W-20Hz, e grupo **L6W 50Hz** irradiado com laser de Er, CrYSGG 6W 50Hz.

No grupo Rocatec uma das superfícies foi sujeita ao tratamento triboquímico (Rocatec Soft® 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), que consistia em abrasão da superfície com partículas de 30µm de Al_2O_3 modificado com sílica que foi aplicado de forma perpendicular com um jato de ar durante 20 segundos a 2,8bar; em seguida, os blocos foram lavados com 20 ml de água destilada durante 60 segundos e secos ao ar durante 10 segundos.

Para os blocos dos grupos laser, uma das superfícies foi irradiada manualmente com um laser de Er,Cr:YSGG, (Waterlase Iplus Biolase Inc. Irvine, CA EUA, comprimento de onda 2780nm), com duração de pulso de 700µs, perpendicularmente a 1 mm de distância durante 90 segundos com uma ponta MZ6 600µm (Waterlase Iplus BIOLASE Inc. Irvine, CA EUA) e arrefecimento de 50% de ar e 50% de água. Os parâmetros de irradiação dos grupos de laser resultaram nos seguintes valores de densidade de energia e potência pico (Tabela 4.1).

$$\text{Energia pulso} = \text{Potencia} / \text{Frequência}$$

$$\text{Potencia } \textit{pico} = \text{Energia pulso} / \text{largura pulso}$$

Tabela 4.1 - Especificações dos grupos

PARÂMETROS DE IRRADIAÇÃO	DENSIDADE DE ENERGIA	POTÊNCIA PICO
L3W 20Hz	53,57J/cm ²	214,3W
L3W 50Hz	21,43J/cm ²	85,7W
L6W 20Hz	107,14J/cm ²	428,6W
L6W 50Hz	42,68J/cm ²	171,4W

Cálculos feitos pela Professora Dra. Denise Maria Zezell IPEN.

Após do tratamento de superfície. todos os blocos foram lavados com isopropanol a 96% por 180 segundos com ultrassom e secos com ar por 10 segundos.

Em todos os grupos foi aplicado um *primer* cerâmico contendo MDP e silano (Primer Clearfil Ceramic Kuraray Tóquio, Japão) com um *Microbrush* limpo para cada amostra seguindo as instruções do fabricante: 15 segundos de aplicação, 45 segundos de espera para promover a evaporação e 15 segundos de aplicação de jato de ar isento de óleo.

Em seguida, foram feitos cilindros de resina fotopolimerizável (3M ESPE Filtek Z350XT 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) de 0,8 mm de diâmetro e 1 mm de altura utilizando um tubo de silicone (Tygon, Norton Performance Plastic Co, Cleveland, EUA), o mesmo que foi cortado com um dispositivo (Cortador de Tubos Microshear

Odeme OD80 FL EUA). A resina foi ativada por luz 40 segundos com uma lâmpada de fotopolimerização com uma densidade de potência aproximada de 1000mW/cm^2 (VALO Ultradent Products Inc Salt Lake City, Utah, EUA).

Em cada bloco de zircônia foram colados 6 cilindros de resina usando cimento dual contendo MDP (Panavia F 2.0 Kuraray CO. Tóquio, Japão).(47) O cimento foi aplicado em cada cilindro de resina seguindo as instruções do fabricante e ativado com luz por 40s com uma densidade de potência aproximada de 1000mW/cm^2 (VALO Ultradent Products Inc Salt Lake City, Utah, EUA). Imediatamente foi colocada uma barreira de oxigênio em gel (Oxyguard II, Kuraray CO, Tóquio, Japão) em todas as margens da área de cimentação por 10 minutos para evitar a formação da camada inibida. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C . A composição dos materiais usados no presente estudos é descrita no quadro 4.1.

Quadro 4.1 - Marcas e composição dos materiais usados no presente estudo

Nome do produto	Definição	Fabricante	Componentes
Zircônia	Y-TZP	Vita Zahnfabrik	ZrO ₂ (94%), Y ₂ O ₃ (3%), HF (3%) zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada com ítrio (3 mol-%)
Panavia® F 2.0	Cimento Resinoso	Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japão	A: 10-MDP, sílica silanizada, dimetacrilato hidrofóbico alifático e aromático, dimetacrilato hidrófilo fotoiniciador peróxido de benzoíla B: vidro de bário silanizado, fluoreto de sódio, monômero de dimetacrilato de sulfinato de glicol aromático de sódio, pigmentos
Clearfil Ceramic Primer	Agente de união à zircônia	Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japão	3-metacriloxipropil-trimetoxi-silano/ MDP/etanol
Oxyguard II		Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japão	Polietilenoglicol/glicerina/ benzenosulfonato de sódio cont. gel
Rocatec Soft®	Partículas de óxido de alumínio modificadas pelo ácido silícico	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	óxido de alumínio modificado por ácido silícico (SiO ₂ + Al ₂ O ₃ , 30 µ)

4.3 Ensaio mecânico de microcisalhamento

Os blocos de zircônia foram fixados em um cilindro de resina composta com adesivo à base de cianocrilato de modo que os cilindros de resina permanecessem alinhados na célula de carga.

O ensaio mecânico de microcisalhamento foi realizado conforme descrito por Shimada et al. (14) usando um fio metálico de 0,2 mm de diâmetro ligado ao prolongamento da célula de carga da máquina de ensaio universal (Instron 5565 EUA) e simultaneamente a cada cilindro de resina composta dos espécimes de zircônia, com uma velocidade de cruzamento de 0,5 mm/s.

Três dos 6 tubos de resina de cada bloco foram avaliados depois de 24 horas de armazenamento em água a 37°C e os 3 restantes foram avaliados depois de 2000 ciclos térmicos (5°C – 30°C por 30s em cada um e uma demora de transição de 3s).

Os valores no momento da fratura foram registrados inicialmente em N (Newton) e posteriormente convertidos a MPa (megapascal) (23) seguindo a fórmula:

$$\text{Estresse} = \frac{\text{Carga de Falha (N)}}{\text{Área de Superfície } (\pi \times r^2) \text{ mm}^2}$$

4.4 Análise dos padrões de fratura

Depois dos testes de microcisalhamento os corpos de prova foram observados por meio de lupa estereoscópica com 40x de aumento para determinar o tipo de falha. As fraturas foram classificadas como adesivas (falhas interfaciais entre substrato e cimento), coesivas em cimento (falhas na camada de cimento), coesivas em zircônia e mistas (mais de um dos tipos citados). A representação da metodologia é representada na figura 4.2.

Figura 4.2 – Representação esquemática da metodologia: Corte dos blocos pre sinterizados Y-TZP (1), padronização das superfícies (2), limpeza (3), sinterização (4), distribuição aleatória das amostras (5), tratamento de superfície (6), colagem dos cilindros de resina (7), teste de microcisalhamento depois de 24 horas de armazenamento em água 37°C(8), termociclagem (9), teste de microcisalhamento depois de 2000 ciclos térmicos (10), análise do padrão de fratura (11)

4.5 Avaliação qualitativa da superfície de zircônia: microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Um bloco de cada grupo experimental foi selecionado aleatoriamente para que as superfícies tratadas fossem preparadas para análise mediante microscopia eletrônica de varredura. Os espécimes foram desidratados em uma estufa a 37°C por 24 horas e metalizados por deposição de uma fina camada de ouro equivalente a 10nm com o aparelho Bal-Tec SDC 050 do Laboratório de Biologia Oral da FOUSP para conseguir aumento da refletividade da superfície.

O microscópio eletrônico de varredura (modelo LEO-430) do laboratório de Biologia Oral da FOUSP com 15kV e aumento de 10000X foi utilizado para a avaliação qualitativa das superfícies tratadas por diferentes métodos (Controle, Rocatec, L3W 20Hz, L3W 50Hz, L6W 20Hz, L6W 50Hz).

As imagens obtidas foram analisadas de forma subjetiva para verificar as características morfológicas apresentadas após os diferentes tratamentos de superfície.(23)

4.6 Análise Estatística

Para análise dos dados quantitativos deste trabalho (resistência de união à zircônia) foi utilizado o *software* SPSS 23 em espanhol. A distribuição dos dados foi normal e homocedástica, sendo submetidos à análise de variância (ANOVA) um fator e teste de Tukey para comparação entre os grupos experimentais.

Para determinar com maior precisão as diferenças estatísticas foi realizada uma segunda análise simplificada one-way ANOVA ($p < 0,01$), com cada grupo como tratamento e teste *post-hoc* de Tukey comparando os doze tratamentos.

5 RESULTADOS

5.1 Resistência adesiva

Um banco de dados foi configurado no programa SPSS 23 sintetizando as informações para cada uma das três medições que compunham um elemento de teste. O quadro 5.1 mostra esses valores (calculando a resistência em MPa a partir da força de carga máxima apresentada na fase experimental).

Quadro 5.1 - Resistência MPa por grupo e elemento de teste

N	ROCATEC		CONTROLE		3W 50Hz		3W 20Hz		6W 50Hz		6W 20Hz	
	SEM TC	COM TC	SEM TC	COM TC	SEM TC	COM TC	SEM TC	COM TC	SEM TC	COM TC	SEM TC	COM TC
1	23,45	8,08	15,20	4,10	7,44	0,00	9,48	0,00	11,27	0,08	5,89	0,08
2	29,20	15,41	14,23	1,20	5,38	0,02	10,12	0,22	11,90	0,00	18,31	0,19
3	24,70	14,50	8,19	0,13	25,29	8,19	14,65	8,64	7,52	0,00	15,19	1,16
4	31,10	3,84	14,82	0,00	16,62	2,99	20,13	5,87	24,30	1,84	6,70	0,00
5	21,77	10,30	14,42	0,71	17,01	1,78	18,88	2,00	23,42	2,01	9,52	0,55
6	28,93	12,58	16,04	0,32	24,80	7,04	15,13	0,15	10,44	0,36	14,08	1,34
7	24,47	6,10	13,13	0,24	14,86	7,41	17,76	0,55	17,33	1,89	4,54	0,00
8	25,59	17,69	16,13	0,00	23,14	7,66	13,68	2,82	25,65	0,53	4,35	0,00
9	27,01	15,75	12,27	0,00	9,12	4,13	23,61	0,26	20,77	1,82	9,90	0,00
10	29,48	11,16	11,18	0,00	18,29	3,46	25,79	7,06	12,18	3,87	18,27	7,87
11	21,37	13,90	13,64	0,16	4,66	0,40	13,56	0,61	23,36	4,23	15,61	0,00
12	27,47	16,09	7,16	0,13	5,92	1,05	23,88	9,38	21,67	2,72	21,83	1,10

A partir desses valores de resistência, o teste de normalidade foi desenvolvido de acordo com o teste de Kolmogorov Smirnov e confirmado pelo teste de Shapiro Wilks (ver tabela 5.1).

Tabela 5.1 - Resultados dos testes de normalidade

Média	10,18
Desvio Padrão	8,94
Significância (p) (*)	0,10
Significância (p) (**)	0,10

(*) Kolmogorov Smirnov (**) Shapiro Wilks

A população da qual os dados se originaram pode ser avaliada como normal, permitindo o uso de testes paramétricos (ANOVA para comparações dos grupos). Procedeu-se a estimar o valor médio da resistência por grupo, assim como seu desvio padrão. A tabela 5.2 apresenta as médias de resistência adesiva (em MPa) dos grupos e seus respectivos desvios padrão.

Tabela 5.2 - Resultados do teste de microcisalhamento por grupo experimental.

Tratamento	sem TC	com TC
	Média (MPa) (DP)	Média (MPa) (DP)
Rocatec	26,21 (3,1)	11,9 (4,2)
Controle	13,22 (3,0)	0,35 (0,48)
3W 50HZ	14,37 (7,7)	3,67 (3,1)
3W 20HZ	17,22 (5,3)	3,13 (3,6)
6W 50HZ	17,47 (6,4)	1,61 (1,4)
6W20HZ	12,01 (5,9)	1,02 (2,2)

Gráfico 5.1 - Média da resistência (MPa) por grupo

Três considerações particulares são observáveis: há uma diferença para o mesmo tratamento quando se compara o protocolo com e sem termociclagem; dentro do protocolo com e sem termociclagem também foram observadas diferenças entre os grupos e, finalmente, foi registrada uma alta dispersão dos dados dentro de cada grupo, especialmente quando a termociclagem não foi usada para simular o envelhecimento (Gráfico 5.1).

Tabela 5.3 - Resultado do teste de ANOVA de dois fatores de variação (tratamento e uso ou não de termociclagem)

Fonte de variação	DF	Adj SS	ADJ MS	(F)	p
Tratamento	5	2530,6	506,13	26,07	0,0001
Termociclagem	1	6212,3	6212,3	319,98	0,0001
Tratamento*TC	5	122,2	24,43	1,26	0,28
Erro	132	2562,7	19,41		
Total	143	11427,8			

A tabela 5.3 mostra o resultado da ANOVA de dois fatores de variação (tratamento e uso ou não de termociclagem), que resultou em valores de significância $p < 0,001$; sendo assim, pode-se concluir que, efetivamente, existe uma diferença entre os grupos devido ao tratamento e ao uso ou não de termociclagem. A interação termociclagem – tratamento de superfície não foi significativa entre os grupos.

O teste *post-hoc* de Tukey ($p < 0,05$) também foi realizado para analisar as possíveis variações entre os pares, determinando que o controle positivo (uso do Rocatec, difere significativamente do valor médio de resistência dos demais grupos). O grupo de controle positivo (Rocatec) destaca-se dos outros grupos, que parecem não ter diferenças significativas entre si (Tabela 5.4).

Tabela 5.4 – Teste *post-hoc* de Tukey dos diferentes tratamentos de superfície.

Tratamento	N	Média (MPa) (DP)
Rocatec	24	19,05 (8,16)A
L3W 20Hz	24	10,17 (8,47)B
L6W 50Hz	24	9,54 (9,30)B
L3W 50Hz	24	9,02 (7,94)B
Controle	24	6,79 (6,91)B
L6W 20Hz	24	6,52 (7,14)B

Letras diferentes representam grupos com diferença estatisticamente significativa.

O teste *post-hoc* de Tukey ($p < 0,05$) também foi realizado para analisar as possíveis variações entre as condições com e sem termociclagem, (Tabela 5.5). determinando que houve diferença significativa entre os dois protocolos.

Tabela 5.5 – Teste *post-hoc* de Tukey das condições com e sem termociclagem

Tratamento	N	Média (Mpa) (DP)
Sem TC	12	17,47 (6,45)A
Com TC	12	1,61 (1,46)B

Letras diferentes representam grupos com diferença estatisticamente significativa.

5.2 Padrão de Fratura

A análise da distribuição dos modos de falha é representada no gráfico 5.2. Nota-se a maior ocorrência de fraturas adesivas em todos os grupos laser e controle negativo. Os modos de falha estão representados na figura 5.1.

Figura 5.1 - Fotomicrografias dos modos de falha após teste de microcisalhamento analisadas com estereomicroscópio com 40x de aumento. Adesivo (a), misto (b), coesivo (c)

Gráfico 5.2 - Análise de padrão de fratura após realização do teste de microcisalhamento conforme as variáveis estudadas. CT (com termociclagem) ST (sem termociclagem)

5.3 Análise da topografia

Nas micrografias MEV (10000x) (Figura 5.2), a superfície do grupo controle ficou quase lisa, exceto por alguns vestígios de arranhões e poços rasos feitos por papéis abrasivos de polimento. Após o tratamento triboquímico, a superfície apresentou rugosidades visivelmente diferentes dos demais grupos, com micro irregularidades retentivas homogêneas e uma aparência brilhante, com poços mais profundos do que os outros grupos. Nas micrografias dos grupos irradiados com laser de ErCr:YSGG os espécimes apresentaram superfícies com rugosidades pouco retentivas e heterogêneas.

Figura 5.2 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura das superfícies de cerâmica de zircônia tetragonal estabilizada com ítrio em uma ampliação de 10000x. Controle (a), tratamento triboquímico (b), laser de Er,Cr:YSGG 3W 20Hz (c), laser de Er,Cr:YSGG 3W 50Hz (d), laser de Er,Cr:YSGG 6W 20Hz (e), laser de Er,Cr:YSGG 3W 50Hz f)

6 DISCUSSÃO

A obtenção de uma ligação adequada e confiável entre as restaurações de zircônia e o cimento resinoso tornou-se um importante desafio para a odontologia restauradora dos últimos anos. Devido à ausência de componentes vítreos na cerâmica cristalina, a adesão à zircônia não pode ser obtida por técnicas convencionais de corrosão com ácido fluorídrico. (21, 29, 31, 32, 38) Foi assim que muitas estratégias foram desenvolvidas para alterar a superfície da zircônia provocando rugosidade, o que aumenta a superfície de ligação. (3, 9, 29, 34, 36, 37)

Os testes que medem a força de adesão são muito importantes na realização de pesquisas em Odontologia, pois eles permitem determinar a eficácia de uma técnica adesiva para, posteriormente, serem avaliados por meio de ensaios clínicos controlados. (28, 38, 62) Os testes de microcisolamento são recomendados para este fim porque têm a vantagem de serem facilmente aplicados nas cerâmicas cristalinas. (12, 60, 62) No entanto, há controvérsias na literatura sobre o melhor método para medir a força de união já que a força de adesão entre o sistema adesivo e o substrato pode ser influenciada por um elevado número de variáveis. (62) Algumas pesquisas determinaram que a força de adesão tende a aumentar com áreas de colagem menores e com o uso de compósitos com maior módulo elástico. (62) Os testes de cisalhamento apresentam limitações devido a um maior coeficiente de variação, (12) o que poderia ser atribuído a uma alta concentração de tensões não uniformes; (38, 62) no entanto, foi demonstrado que as forças de tração durante o teste poderiam ser minimizadas através da otimização das dimensões da superfície e da correta localização da carga, (63) o que foi corroborado pelos resultados obtidos em outro estudo com cerâmicas de alta resistência, determinando que os testes de microtração e microcisolamento eram similares. (12) Com base na análise do tipo de falha, no presente estudo, a maioria dos padrões de falha em todos os grupos foi adesiva, resultados que são consistentes com a literatura. (47)

O jateamento de ar com partículas de Al_2O_3 foi proposto devido à capacidade em criar rugosidade, aumentar a energia superficial e melhorar a molhabilidade. (58) Alguns estudos concluem que este procedimento pode fortalecer a zircônia devido a uma transformação da fase tetragonal para monoclinica;

entretanto, defeitos e fissuras criados por este tipo de tratamento também podem causar concentração de estresse e enfraquecimento das propriedades da cerâmica a longo prazo.(58) Na literatura ainda há controvérsia sobre a eficácia deste procedimento para melhorar a força de união. (23, 29, 34)

O tratamento triboquímico composto de partículas de óxido de alumina modificado com sílica tem sido relatado nas diferentes pesquisas como um método eficaz para aumentar a força de adesão às cerâmicas de zircônia. (10, 23, 31) Esse método oferece um mecanismo de união micromecânica e química que limpa a superfície da cerâmica e permite obter uma camada firme de sílica (36) reativa com os *primers* de silano. (9, 10, 28, 31) Foi por esse motivo que este tratamento de superfície foi selecionado como grupo controle positivo.

No entanto, a grande maioria das restaurações de zircônia é cimentada incorretamente devido ao uso pouco comum de revestimento de sílica durante os processos adesivos. Isso pode ser atribuído, em grande parte, ao medo gerado pelas altas taxas de toxicidade produzidas pela inalação de partículas de sílica ou pela desinformação dos profissionais.(64) A inalação de formas cristalinas de sílica está associada a uma variedade de patologias, desde inflamações pulmonares agudas devido à silicose, até distúrbios autoimunes e câncer.(64,65) Algumas hipóteses descrevem o mecanismo de interação da sílica com macrófagos pulmonares, como a produção de espécies reativas de oxigênio ROS (reactive oxygen specimen) que ativam as vias de sinalização celular para liberação de citocinas e apoptose ou alteração da permeabilidade lisossômica, que também produz a liberação de citocinas e apoptose.(64) Ao contrário da inalação e absorção pelo trato gastrointestinal, os contatos dérmicos de partículas de nanosílica na pele de ratos mostraram-se relativamente seguros; no entanto, há pouca evidência de seus efeitos a longo prazo em humanos.(65). Outros tratamentos de superfície, como a ablação a laser, também geram partículas que podem atravessar barreiras naturais de proteção em humanos e há pouca informação na literatura sobre os efeitos que isso pode causar; sendo assim, recomenda-se o uso de mecanismos de proteção eficiente contra a inalação de aerossóis produzidos durante a ablação.(53)

A seleção do cimento resinoso também pode influenciar os valores de adesão.(43, 46) O MDP tem sido recomendado na literatura como um mecanismo de ligação química à zircônia, pois os grupos hidroxila da zircônia podem reagir com o éster-fosfato do MDP.(12, 45) De acordo com estudos prévios,(11-13, 21, 28, 40, 43, 47, 66) o uso de *primers* contendo silano e MDP em sua composição melhoram a umectabilidade, produzindo maior contato e infiltração de cimento nas irregularidades e fornecendo uma maior resistência de união às restaurações cerâmicas cristalinas. No entanto, outros estudos descrevem que o MDP pode ser inútil quando a superfície é coberta por uma matriz vítrea de sílica.(23, 45) A termociclagem também afeta negativamente os mecanismos de ligação química, mas na literatura tem sido descrito que o uso de cimentos autoadesivos e *primers* de MDP oferece adesão estável. (13, 47)

Não obstante, tem sido descrito na literatura que o MDP é capaz de formar uma ligação covalente entre os grupos hidroxila da zircônia e o grupo éster-fosfato do MDP (P-O-Zr) (11, 12, 45-47) e aumentar a hidrofobicidade, (46) o que favorece a resistência à hidrólise.(34)

Para testar a durabilidade na resistência de união, o armazenamento a longo prazo na água e a termociclagem são as condições frequentemente mais usadas. (48) Neste estudo as amostras foram armazenadas em água por 24 horas e submetidas a 2000 ciclos térmicos. Este método de envelhecimento foi projetado para acentuar e degradar a ligação entre cimento e cerâmica e os resultados mostram que os valores iniciais de resistência de união foram afetados pelo envelhecimento e apresentaram uma diminuição significativa em todos os grupos. (Tabela 5.5).

O envelhecimento induzido pela termociclagem pode ser atribuído ao estresse mecânico gerado pelas tensões repetitivas de contração e expansão causadas por diferentes coeficientes de expansão térmica linear do cimento e zircônia ou pela hidrólise dos componentes da interface já que a água pode se infiltrar e diminuir as propriedades mecânicas da matriz polimérica devido à redução das forças de atrito entre as cadeias poliméricas. (47)

Os melhores resultados do presente estudo *in vitro* foram encontrados quando o *primer* e o cimento contendo MDP foram usados em conjunto com o

tratamento triboquímico (26,21MPa), mas os valores diminuíram após a termociclagem (11,9MPa). Não obstante, ambos os resultados foram maiores que os respectivos pares dos demais grupos, incluindo o grupo controle, o que sugere uma influência positiva do tratamento de superfície do grupo Rocatec.

Na literatura, foi descrito que o armazenamento em água e a termociclagem podem influenciar negativamente em vários sistemas de cimentação contendo MDP. Os autores demonstraram que, após o armazenamento na água e 5000 ciclos térmicos, o cimento Panavia associado a distintos *primers* que contêm MDP apresentou uma taxa de diminuição na força de ligação de aproximadamente 70%, concluindo assim que a cimentação baseada em MDP não aumentou a resistência de ligação de zircônia e que as amostras envelhecidas mostraram menor força de união.(48)

Outros estudos sugerem que uma união estável não depende apenas da presença do MDP, mas também da combinação dos diferentes monômeros ativos e do percentual deles presente nas diferentes apresentações comerciais.(48)

Gomes et al. 2015 relataram que o efeito da termociclagem não influenciou negativamente quando um cimento resinoso contendo MDP foi usado em associação com tratamento triboquímico.(47)

Outros autores relataram que o uso de *primers* que contenham MDP associado ao revestimento triboquímico pode ser favorável na ligação inicial, mas os autores também concluem que ainda há dúvidas dessa união a longo prazo, já que as ligações iniciais à cerâmica são suscetíveis à degradação hidrolítica(45).

A alta incidência de falha adesiva em todos os grupos do presente estudo também deixa claro que a união falhou na interface cimento/zircônia, o que sugere uma degradação por difusão de água.

Devido à natureza hidrofóbica da zircônia, baixas concentrações de grupos hidroxila (4,5%) podem ser encontradas na superfície desta cerâmica, o que poderia limitar a reação dos grupos éster-fosfato do MDP e o comportamento (molhabilidade) dos *primers* metálicos. Novas pesquisas sugerem melhorar as características químicas da superfície da zircônia para compensar essa limitação.(44)

Com o propósito de aumentar a rugosidade da superfície cerâmica e expandir a área de adesão para melhorar a retenção micromecânica, (23, 32, 43) diversos estudos avaliaram o efeito do condicionamento das superfícies de Y-TZP com distintos tipos de laser. (9, 23, 29, 43, 55, 60) Fatores como comprimento de onda, parâmetros de irradiação, posição focal, velocidade de avanço sobre a superfície irradiada, taxa de repetição de pulso, largura de pulso e composição do material podem influenciar os resultados. (9, 23, 39, 56, 60)

No presente estudo, na análise topográfica com MEV foi observado que os espécimes de Y-TZP tratados com tratamento triboquímico apresentaram um padrão de rugosidade visivelmente diferente dos demais grupos, com micro irregularidades retentivas e aparência brilhante, o que poderia ser atribuído à formação do triboplasma de sílica na superfície. Nesse sentido, o aumento nos valores de adesão em relação os outros grupos experimentais poderia ser devido ao condicionamento físico-químico do tratamento triboquímico e às rugosidades conseguidas por este método, características que concordam com estudos prévios. (9, 67) Por outro lado, os espécimes irradiados com Er,Cr:YSGG 2780nm 700µs apresentaram superfícies com um padrão de irregularidades com entalhes pouco retentivos que não diferiu muito do grupo controle negativo, o que poderia afetar a força de união à Y-TZP.(9) Dessa forma, concluiu-se que houve uma relação direta entre rugosidade e resistência de união.

A grande maioria de investigações tem em comum o uso do laser com parâmetros em potências menores para o tratamento superficial da zircônia, apresentando resultados diferentes. (9, 17, 23, 29, 43, 47, 59, 60)

Alguns estudos determinaram que a irradiação com laser de Nd:YAG pode ser um tratamento eficaz para o condicionamento da superfície interna das restaurações de zircônia.(17, 23, 58) No entanto, um alto teor de fase monoclinica também foi descrito como consequência deste procedimento, o que poderia afetar a resistência à longevidade do material. (21, 23)

Estudos prévios determinaram que o efeito do laser de Er:YAG 2940nm (400mJ,10Hz,4W100µs),(29) (200mJ, 10Hz)(47) não é adequado como mecanismo de condicionamento para superfícies de zircônia e que, além do tipo de tratamento de superfície, a seleção de cimento pode afetar força de união à zircônia. (29)

Por outro lado, outros autores relataram uma influência aceitável do laser de Er,Cr:YSGG com potências entre 0,5 e 5W em cerâmica cristalina de alumina. (56)

No entanto, ao comparar o efeito do jateamento com os lasers de CO₂ 4W e Er,Cr:YSGG (140µs, 2W-3W, 50Hz) sobre a força de união na zircônia foi possível determinar uma abrasão mais efetiva como o jateamento, o que poderia aumentar a rugosidade e favorecer a retenção micromecânica. (60)

Outros estudos também determinaram que a irradiação com laser de Er,Cr:YSGG antes da sinterização não aumenta a força de adesão em comparação com o tratamento triboquímico.(9)

Ao avaliar o efeito do laser de Er,Cr:YSGG 60µs (175mJ 3,5W 20Hz 60s e 225mJ 4,5W 20Hz 60s) sob pinos de zircônia os testes *push-out* demonstraram que a força de união não aumentou significativamente com relação ao grupo controle sem tratamento, apesar de ter criado rugosidades na superfície.(59)

Novas investigações determinaram que potências mais baixas de irradiação com laser de Er,Cr:YSGG (140µs,2W,20Hz,35J/cm²) podem favorecer valores de adesão; no entanto, o tratamento triboquímico mostrou melhores resultados. (43)

No presente estudo, definitivamente o grupo controle positivo (ROCATEC) apresentou melhor resistência, determinando uma diferença estatisticamente significativa com os demais grupos.

Os resultados da análise no MEV determinaram que não houve um padrão claramente definido de irregularidades nos grupos laser, o que poderia ser atribuído à potência pico obtida com largura de pulso de 700µs e com densidades de energia de 53,57J/cm² para 3W 20Hz, 21,43 J/cm² para 3W 50Hz, 107,14J/cm² para 6W 20Hz e 42,68J/cm² para 6W 50Hz. Devido à correlação existente entre o aumento da rugosidade e o aumento da resistência de união (30), os resultados do presente estudo concordam com o descrito na literatura.

As rugosidades criadas pela irradiação com estes parâmetros não foram favoráveis para conseguir uma retenção micromecânica adequada, o que poderia explicar os resultados da resistência de união.

A maior rugosidade obtida pela irradiação com pulsos mais curtos pode ser devido a um aumento da potência pico, o que favorece a força de ligação à Y-TZP, mas também pode provocar aquecimento. (39) No entanto, um alto teor de fase monoclinica também foi descrito na literatura como consequência destes parâmetros, o que poderia afetar a resistência à longevidade do material. (23)

As mudanças locais de temperatura criam tensões internas que se propagam gradualmente ao longo da superfície e penetram na profundidade do material, o qual poderia induzir a transformação da fase tetragonal em monoclinica e enfraquecer as propriedades mecânicas da zircônia. (23, 43, 57) Já que em um laser pulsado a potência pico é dada pela razão entre a energia do pulso e sua largura temporal, pulsos curtos geram potências pico mais altas.(39) O tempo, os parâmetros de irradiação e as propriedades do material podem influenciar nos resultados finais.(39)

Neste estudo não foram observadas falhas coesivas nem fissuras na superfície da cerâmica, de modo que se poderia assumir que o laser com os parâmetros estudados não causou alterações na estrutura da zircônia que poderiam afetar suas propriedades mecânicas. Nesse sentido é necessário aprofundar com novos estudos que avaliem as características da microestrutura do material.

Para conseguir uma interação adequada do laser de Er,Cr: YSGG com a superfície irradiada é importante, além de ajustar os parâmetros do equipamento, controlar outros fatores relacionados com as condições de irradiação.(39) Na literatura foi descrito que uma densidade de potência máxima pode ser obtida com distâncias de 1 a 2 mm e que a ablação diminuiu com o aumento da distância de aplicação. (50) Em virtude da energia do laser de ErCr:YSGG 2780nm ser altamente absorvida pela água, o mecanismo de resfriamento pode influenciar diretamente na interação com as superfícies irradiadas.(49) Baixos níveis de água e ar podem causar carbonização da superfície, deterioração do material e uma eliminação deficiente de resíduos. (50)

Como os materiais cristalinos são caracterizados por terem baixa inhomogeneidade em sua microestrutura,(53) ou seja, uma pequena quantidade de frações de partículas volumétricas diferentes,(68) essa inhomogeneidade pode aumentar durante os pulsos do laser se o comportamento de reflexão mudar desproporcionalmente devido à presença de detritos produzidos durante a

ablação.(53) Considerando que a microestrutura está diretamente relacionada com as propriedades mecânicas do material,(68) é importante determinar os parâmetros adequados que garantam uma ótima eliminação dos resíduos da superfície e uma ablação eficiente e de qualidade em cada pulso de laser, especialmente em lasers com pulsos menores. (53)

Com base nessas antecedentes, os espécimens do presente estudo foram irradiados a uma distância de 1 mm com valores de 50% água e 50% de ar como mecanismo de resfriamento.

Devido à influência da duração do pulso no processo de ablação, uma nova abordagem tem sido procurada com o desenvolvimento de dispositivos de laser de duração de pulso ultracurto,(30) que permitem a seleção em intervalos de microssegundos ($1\mu s = 1 \times 10^{-6}s$), nanossegundos ($1ns = 1 \times 10^{-9}s$), picossegundos ($1ps = 1 \times 10^{-12}s$) e femtossegundos ($1fs = 1 \times 10^{-15}$). (52)

Novas pesquisas determinaram que um pulso de duração ultracurto pode reduzir o limiar de ablação, mas também poderia melhorar este processo devido à rápida ionização de tecidos ou superfícies irradiadas, o que minimizaria a difusão de calor e reduziria os danos térmicos.(52)

Os mecanismos tradicionalmente usados para resfriar superfícies ablacionadas, como água e ar, também influenciam a emissão de partículas.(53) Na ablação de titânio foi demonstrado que a água e os gases de nitrogênio podem reduzir o tamanho dessas partículas para valores abaixo de 10 nm, o que poderia interferir com a ablação durante as pulsações subsequentes.(53) Pouco se sabe sobre o comportamento das partículas de zircônia sob condições ambientais.

Em virtude de que os lasers de pulsos ultracurtos empregam o processo de ablação a frio, essa desvantagem pode ser minimizada. (53)

Novos mecanismos de microrretenção na zircônia com laser de fs foram desenvolvidos obtendo resultados promissores,(53)

Um estudo recente determinou que o laser de Yb:YAG (itérbio, ítrio, alumínio granada) com comprimento de onda de 1030nm (9W, $2,3J/cm^2$, 800kHz, 6ps) mostrou maiores valores de adesão imediatamente e após um mês de

armazenamento em água em comparação com o revestimento de sílica e jateamento com partículas de Al_2O_3 . Os autores atribuíram os resultados ao aumento da rugosidade e à formação de um padrão microrretentivo causado pela irradiação do laser sobre o material cerâmico.(30)

Levando em consideração a literatura discutida no presente trabalho, ainda há um campo a ser explorado nas pesquisas a fim de se encontrar condições ideais para o condicionamento interno das cerâmicas de zircônia para uma eficiente adesão da mesma aos tecidos duros dentários.

Quadro 6.1 – Parâmetros de irradiação descritos na literatura revisada

AUTOR	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE
Spohr et al 2008	Nd:YAG 2W 20Hz 100mJ 100µs 141,54mJ/cm ²
Usumez et al 2013	Nd:YAG 2W 10Hz 200mJ (180-320µs)
Subaşı et al 2014	Er:YAG 4W 10Hz 100mJ (100µs)
Gomes et al 2015	Er:YAG 200mJ 10Hz
Akhavan et al 2015	CO ₂ 4W contínuo, 50s Er,Cr:YSGG 3W 50Hz 140µs (50% ar e 1% água) Er,Cr:YSGG 2W 50Hz 140µs (50% ar e 1% água)
Esteves Oliveira et al 2016	Yb:YAG 9W 2,3Jcm ² 800KHz 6ps
Cengiz et al 2016	Er,Cr:YSGG 3,5W 175mJ 20Hz 60µs (85% ar e 75% água) Er,Cr:YSGG 4,5W 225mJ 20Hz 60µs (85%
Aras et al 2018	Er,Cr:YSGG 3W 53,57mJ/cm ² 20Hz (65% ar e 55% água)

7 CONCLUSÕES

Com as limitações deste estudo e de acordo com os resultados das análises estatística e de microcopia, pode-se concluir que:

1. A hipótese nula foi aceita devido a que o uso do laser de Er,Cr:YSGG com uma largura de pulso de 700 μ s e os parâmetros selecionados não promovem mudanças na superfície de zircônia que favoreçam a adesão com o cimento resinoso.
2. A termociclagem influenciou negativamente todos os grupos experimentais.

REFERÊNCIAS¹

1. Bottino MA. Estética en rehabilitación oral metal free. United States: Artes Médicas Latinoamérica; 2001.
2. Miyashita E, Fonseca AS, coordenadores. Odontologia estética: o estado da arte. São Paulo: Artes Médicas; 2004.
3. Hallmann L, Ulmer P, Wille S, Polonskyi O, Kobel S, Trottenberg T, et al. Effect of surface treatments on the properties and morphological change of dental zirconia. J Prosthet Dent. 2016 Mar;115(3):341-9.
4. Álvarez-Fernández M, Peña-López JM, González-González IR, Olay-García M. Características generales y propiedades de las cerámicas sin metal. RCOE. 2003 Oct;8(5):525-46.
5. Caparroso Pérez C, Duque Vargas JA. CAD-CAM restorations system and ceramics: a review. Rev Fac Odontol Univ Antioq. 2010 Jul-Dec;22(1):88-108.
6. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):299-307.
7. Lundberg K, Wu L, Papia E. The effect of grinding and/or airborne-particle abrasion on the bond strength between zirconia and veneering porcelain: a systematic review. Acta Biomater Odontol Scand. 2017 Feb;3(1):8-20.
8. da Silveira BL, Paglia A, Burnett Jr LH, Arai Shinkai RS, Eduardo CP, Spohr AM. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd: YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. Photomed Laser Surg. 2005 Dec;23(6):543-8.
9. Aras WMF, Barroso JSM, Blay A, Rodrigues JA, Cassoni A. Er,Cr:YSGG laser irradiation influence on Y-TZP bond strength to resin cement. Ceramics Int. 2016 Sep;42(12):13790-5.

¹ De acordo com o Estilo Vancouver.

10. Kiyan V, Saraceni C, Silveira B, Aranha A, Eduardo CP. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent*. 2007 Sep-Oct;32(5):457-65.
11. Chuang S-F, Kang L-L, Liu Y-C, Lin J-C, Wang C-C, Chen H-M, et al. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia–resin adhesion-A ToF-SIMS study. *Dent Mater*. 2017 Aug;33(8):923-33.
12. Akay C, Cakirbay Tanis M, Sen M. Effects of hot chemical etching and 10-Metacryloxydecyl Dihydrogen Phosphate (MDP) monomer on the bond strength of zirconia ceramics to resin-based cements. *J Prosthodont*. 2017 Jul;26(5):419-23.
13. 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 Jan;23(1):45-50.
14. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002 Jul;18(5):380-8.
15. Wada T. Development of a new adhesive material and its properties. *Proceedings of the International Symposium on Adhesive Prosthodontics*; 1986 Jun 24. Chicago: Academy of Dental Materials; 1986.
16. Cozean C, Arcoria CJ, Pelagalli J, Powell GL. Dentistry for the 21st century? Erbium: YAG laser for teeth. *J Am Dent Assoc*. 1997 Aug;128(8):1080-7.
17. Spohr AM, Borges GA, Júnior LHB, Mota EG, Oshima HMS. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd: YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomed Laser Surg*. 2008 Jun;26(3):203-8.
18. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955 Dec;34(6):849-53.
19. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceramic Soc*. 2000 Mar;83(3):461-87.
20. Vilarrubí A, Pebé P, Rodríguez A. Prótesis fija convencional libre de metal: tecnología CAD CAM-Zirconia, descripción de un caso clínico. *Odontoestomatología*. 2011 Dic;13(18):16-28.

21. Gowida M, Aboushelib M. Bonding to Zirconia (A Systematic Review). Open Access J Dent Sci. 2016 Jun;1(1):000102 [citado 27 ago. 2018]. Disponível em: <https://medwinpublishers.com/OAJDS/OAJDS16000102.pdf>.
22. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials. 1999 Jan;20(1):1-25.
23. Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. Lasers Med Sci. 2013 Jan;28(1):259-66.
24. Filser F, Kocher P, Gauckler L. Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining. Assembly automation. 2003;23(4):382-90.
25. Treccani L, Yvonne Klein T, Meder F, Pardun K, Rezwan K. Functionalized ceramics for biomedical, biotechnological and environmental applications. Acta Biomater. 2013 Jul;9(7):7115-50.
26. 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.
27. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mater. 2002 Mar;18(2):179-88.
28. 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 Jun;95(6):430-6.
29. Subaşı MG, İnan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. Lasers Medical Sci. 2014 Jan;29(1):19-27.
30. Esteves-Oliveira M, Jansen P, Wehner M, Dohrn A, Bello-Silva MS, Eduardo CP, Meyer-Lueckel H. Surface Characterization and Short-term Adhesion to Zirconia after Ultra-short Pulsed Laser Irradiation. J Adhes Dent. 2016;18(6):483-492. doi: 10.3290/j.jad.a36918.

31. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005 Jan-Feb;18(1):60-5.
32. Bona AD, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*. 2007 Jan-Mar;21(1):10-5.
33. Ohkuma K, Kazama M, Ogura H. The grinding efficiency by diamond points developed for yttria partially stabilized zirconia. *Dent Mat J*. 2011;30(4):511-6.
34. Tzanakakis E-GC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthetic Dent*. 2016 Jan;115(1):9-19.
35. Yenisey M, Dede DO, Rona N. Effect of surface treatments on the bond strength between resin cement and differently sintered zirconium-oxide ceramics. *J Prosthodont Res*. 2016 Jan;60(1):36-46.
36. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*. 1994 May;71(5):453-61.
37. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010 Apr;26(4):345-52.
38. Keshvad A, Hakimaneh SMR. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-based and Y-TZP ceramics using different surface treatments. *J Prosthodont*. 2018 Jan;27(1):67-74.
39. Eduardo CP, Crivello JR O. *Fundamentos de Odontologia Lasers em Odontologia*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2010.
40. de Souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2014 Oct;112(4):895-902.
41. Rebholz-Zaribaf N, Özcan M. Adhesion to zirconia as a function of primers/silane coupling agents, luting cement types, aging and test methods. *J Adhesion Sci Technol*. 2017;31(13):1408-21.

42. 3M ESPE. Rocatec Bonding System. [2001] [citado 23 jul. 2018]. Disponível em: <https://multimedia.3m.com/mws/media/316727O/rocatectm-junior-bonding-system.pdf>.
43. Zeidan LC, Oliveira J, Brugnera A, Cassoni A, Rodrigues J. Effect of different power settings of Er,Cr:YSGG laser before or after tribosilicatization on the microshear bond strength between zirconia and two types of cements. 2018 Feb;33(2):233-40.
44. Piascik JR, Swift EJ, Braswell K, Stoner BR. Surface fluorination of zirconia: adhesive bond strength comparison to commercial primers. Dent Mater. 2012 Jun;28(6):604-8.
45. Tunc EP, Ozer F, Ayyildiz S, Ula TA, Sen D. The effect of MDP-based primer on shear bond strength of various cements to two different ceramic materials. J Adhesion Sci Technol. 2017;31(10):1142-50.
46. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. Sci Rep. 2017;7:45563.
47. Gomes AL, Ramos JC, Santos-del Riego S, Montero J, Albaladejo A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. Lasers Med Sci. 2015 Feb;30(2):787-95.
48. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010 May;93(2):318-23.
49. Franzen R. Principios del Láser en Medicina y Odontología: una introducción a la Medicina y Odontología Láser. [local desconhecido: editora desconhecida]; 2016.
50. Revilla-Gutiérrez V, Aranabat-Domínguez J, España-Tost AJ, Gay-Escoda C. Aplicaciones de los láseres de Er:YAG y de Er,Cr:YSGG en Odontología. RCOE. 2004 Oct;9(5):551-62.
51. Cecchini RC, Zezell DM, Oliveira E, Freitas PM, Eduardo CP. Effect of Er:YAG laser on enamel acid resistance: morphological and atomic spectrometry analysis. Lasers Surg Med. 2005 Dec;37(5):366-72.

52. Bello-Silva MS, Wehner M, Eduardo CP, Lampert F, Poprawe R, Hermans M, et al. Precise ablation of dental hard tissues with ultra-short pulsed lasers. Preliminary exploratory investigation on adequate laser parameters. *Lasers Med Sci*. 2013 Jan;28(1):171-84.
53. Barsch N, Barcikowski S, Baier K. Ultrafast-Laser-Processed Zirconia and its Adhesion to Dental Cement. *J Laser Micro/Nanoeng*. 2008;2:78-83.
54. Burnett LH Jr, Conceição EN, Pelinos JE, Eduardo CD. Comparative study of influence on tensile bond strength of a composite to dentin using Er:YAG laser, air abrasion, or air turbine for preparation of cavities. *J Clin Laser Med Surg*. 2001 Aug;19(4):199-202.
55. Ramos TM, Ramos-Oliveira TM, Moretto SG, de Freitas PM, Esteves-Oliveira M, de Paula Eduardo C. Microtensile bond strength analysis of adhesive systems to Er:YAG and Er,Cr:YSGG laser-treated dentin. *Lasers Med Sci*. 2014 Mar;29(2):565-73.
56. Eduardo CP, Bello-Silva MS, Moretto SG, Cesar PF, de Freitas PM. Microtensile bond strength of composite resin to glass-infiltrated alumina composite conditioned with Er,Cr:YSGG laser. *Lasers Med Sci*. 2012 Jan;27(1):7-14.
57. Liu L, Liu S, Song X, Zhu Q, Zhang W. Effect of Nd: YAG laser irradiation on surface properties and bond strength of zirconia ceramics. *Lasers Med Sci*. 2015 Feb;30(2):627-34.
58. Paranhos MP, Burnett LH Jr, Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int*. 2011 Jan;42(1):79-89.
59. Cengiz S, Koçak S, Koçak M, Velioğlu N, Sadettinoğlu K, Özcan M. Effect of Er,Cr:YSGG laser surface conditioning on the adhesion of fiber- reinforced composite and zirconia intraradicular posts to the root dentin. *J Adhesion Sci Technol*. 2016;30(18):1957-67.
60. Akhavan Zanjani V, Ahmadi H, Nateghifard A, Ghasemi A, Torabzadeh H, Abdoh Tabrizi M, et al. Effect of different laser surface treatment on microshear bond strength between zirconia ceramic and resin cement. *J Investig Clin Dent*. 2015 Nov;6(4):294-300.

61. Mirhashemi A, Sharifi N, Moharrami M, Chiniforush N. Evaluation of different types of lasers in surface conditioning of porcelains: a review article. *J Lasers Med Sci.* 2017 Summer;8(3):101-11.
62. Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e38-49.
63. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e50-62.
64. Hamilton RF Jr, Thakur SA, Holian A. Silica binding and toxicity in alveolar macrophages. *Free Radic Biol Med.* 2008 Apr;44(7):1246-58.
65. Ryu HJ, Seong NW, So BJ, Seo HS, Kim JH, Hong JS, et al. Evaluation of silica nanoparticle toxicity after topical exposure for 90 days. *Int J Nanomedicine.* 2014 Dec;9 Suppl 2:127-36.
66. Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent.* 2013 Jan;41(1):31-41.
67. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Júnior TA, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater.* 2012 Nov;28(11):1191-7.
68. Segurado J, Gonzales C, LLorca J. El efecto de la distribución inhomogenea del refuerzo en las propiedades mecánicas de materiales compuestos. *Anales Mecánica de La Fractura.* 2003;20:355-60.