BEATRIZ TOGORO FERREIRA DA SILVA

Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada

São Paulo

2015

BEATRIZ TOGORO FERREIRA DA SILVA

Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Mestre em Ciências, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística

Orientador: Profa. Dra. Adriana Bona Matos

São Paulo

2015

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.

Catalogação da Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Silva, Beatriz Togoro Ferreira da.
Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada / Beatriz Togoro Ferreira da Silva ; orientadora Adriana Bona Matos . -- São Paulo, 2015.
64 p. : fig., tab., graf. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.
Versão corrigida.

1. Zircônia. 2. Y-TZP. 3. Laser de Er:YAG. 4. Tratamento de superfícies. 5. Abrasão triboquímica. 6. Microscopia confocal a laser 3D. I. Matos, Adriana Bona. II. Título.

Silva BTF. Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovado em: / /2015

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a)._____

Instituição: _____Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a)._____

Instituição: _____Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a)._____

Instituição: _____Julgamento: _____

À Deus que está sempre iluminando o meu caminho.

À minha família, ao meu pai Régis, obrigada pelo apoio e por estar sempre me incentivando a buscar novos caminhos. À Minha mãe Rosângela, que não mede esforços para cuidar de mim, obrigada pelo amor, pela educação e por toda dedicação desde que nasci. Aos meus irmãos, Patrícia e Dênis, por cuidarem da caçulinha da família. À minha obatian, que é minha base, meu tudo! Obrigada por tudo! Amo vocês!

Ao meu namorado, Mateus, por me aguentar em todos os momentos, por me dar carinho e ser tão companheiro, sem você essa jornada teria sido muito mais difícil. Essa é só mais uma etapa de nossas vidas, ainda temos o resto da vida para superar novos desafios! Amo você!

À minha orientadora, professora Dra. Adriana Bona Matos. Meu exemplo não só profissional, mas também pessoal. Obrigada, não só pela orientação desse trabalho, mas por todos os momentos, pelas risadas e conversas. Agradeço pela confiança e carinho.

AGRADECIMENTOS

À Universidade de São Paulo, representada pelo Reitor, Prof. Dr. Marco Antônio Zago. E á Faculdade de Odontologia de São Paulo –FOUSP- representado por seu Diretor, Prof. Dr. Waldyr Antônio Jorge.

Ao Prof. Dr. Giulio Gavini, chefe do departamento de Dentística.

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

A todos os professores do Departamento de Dentística por todos os ensinamentos transmitidos a mim.

Ao Prof. Dr. Paulo Francisco César, meus sinceros agradecimentos, por toda a ajuda e por me introduzir ao mundo das cerâmicas. Sem você esse trabalho não existiria.

À Profa. Dra. Patrícia Freitas, pela disponibilidade e colaboração neste trabalho.

À Profa. Dra. Regina Palma Guenka e Juliana Jendiroba Faraoni, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, por me receberem, pelo apoio e colaboração neste trabalho.

À minha querida amiga e professora Alessandra, que me introduziu ao universo acadêmico na Iniciação Científica. Você é uma vencedora e eu te admiro muito!

Aos colegas Erick, Ranulfo e Diego do departamento de Biomateriais e Biologia Oral que tanto me ajudaram com os equipamentos e tirando dúvidas.

Aos funcionários do Departamento de Dentística, da secretaria de Pós-Graduação e da Biblioteca da FOUSP, pela disponibilidade e pelo profissionalismo.

A todos os colegas de Pós-graduação pelas experiências compartilhadas e companhia agradável de todos os dias.

À minha querida amiga Camilinha, só tenho a agradecer pelo companheirismo, pelas gordices, pelo carinho. Obrigada por me entender e por cuidar de mim. Sem as nossas conversas e risadas teria sido muito mais difícil.

À minha querida, Giovana, amiga que a pós-graduação me deu. Obrigada por ser sempre me transmitir paz e confiança. Sou sua maior fã.

Às minhas amigas de Pinda, Lenita, Luli, Nay, Bruninha, Carol e Mari que mesmo longe estão sempre me apoiando. Obrigada pelos 10 anos de amizade.

Às minhas colegas de sala, Lívia, Cynthia e Mayra, que muito me ensinaram e me ajudaram. Obrigada pelas conversas e risadas.

À toda minha família por estarem sempre torcendo por mim.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Ensino Superior pelo apoio financeiro.

À todos que direta ou indiretamente contribuíram para a conclusão deste trabalho, os meus sinceros agradecimentos!

"Quanto maior o desafio, maior a glória de vencê-lo."

Molière

RESUMO

Silva BTF. Efeito da largura temporal de pulso do Laser de Er:YAG em zircônia pré-sinterizada [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015. Versão corrigida.

Este estudo se propôs a analisar os efeitos das diferentes larguras temporais de pulso do laser de Er:YAG na rugosidade superficial, na perda de volume do material e na altura do degrau formado em uma Y-TZP (Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal) pré-sinterizada. Foram utilizados 5 blocos de Y-TZP pré-sinterizados destinados ao uso CAD/CAM que foram seccionados, obtendo-se 63 espécimes padronizados. Em seguida, esses espécimes foram lixados com uma sequência decrescente de lixas para padronização da superfície. Os grupos experimentais foram compostos a partir de 1 fator de variação – o tratamento de superfície. Os espécimes foram irradiados com o laser de Er:YAG (Fidelis III Fotona, Eslovênia) - 2,94 µm, 100 mJ, 15,87J/cm^2, 10 Hz, 1W, 7 mm, 60% água/40% ar. Assim formaram-se 7 grupos experimentais (n=9): G1 (50 µs); G2 (100 µs); G3 (300 µs); G4 (600 µs); G5 (1000 µs); G6 (Abrasão triboquímica com partículas de 30 µm); G7 (Sem tratamento). Após os tratamentos de superfície, os espécimes foram sinterizados em forno específico, de acordo com as recomendações do fabricante. Foram capturadas imagens em Microscópio Confocal a Laser 3D de cada espécime e avaliadas por meio de um software. A análise dos grupos irradiados revelou um aumento da rugosidade nos grupos G1, G2, G3 e G4 quando comparados aos grupos G6 e G7. O grupo G5 apresentou superfície totalmente plana e desfavorável para retenção. No que se refere à perda de volume e formação de degrau, os grupos G1, G2 e G3 demonstraram grande perda de volume e grande altura de degrau formado, o que pode levar a uma desadaptação da peça protética. No grupo G4 foram observados valores de rugosidade satisfatórios com pouca perda de volume e pequena altura de degrau formado, semelhante ao que foi notado para a abrasão trioboquímica (G6), podendo ser indicada para tratamento de superfície de Y-TZP pré-sinterizada. A irradiação com o laser de Er:YAG promoveu um padrão morfológico com muitas irregularidades, característico de ablação para os grupos G1, G2, G3 e G4 e, para todos os protocolos utilizados, não foi observada a

presença de trincas ou carbonização. Sugere-se que a largura temporal de 600 µs (G4) seja a mais indicada como alternativa para tratamento de superfície, objetivando a criação de micro-retenções superficiais, com pouca perda de volume de material e que, ao mesmo tempo, não provoque danos à estrutura da cerâmica policristalina.

Palavras-chave: Zircônia. Y-TZP. Laser de Er:YAG. Tratamento de superfície. Abrasão triboquímica. Microscopia Confocal a laser 3D.

ABSTRACT

Silva BTF. Effect of Er:YAG laser pulse widths on pre-sintered zirconia [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015.Versão corrigida.

This study evaluated the effects of different Er:YAG laser pulse width protocols on surface roughness, loss of volume of the material and the step height formed of pre-sintered Yttrium-stabilized tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP) by three-dimensional profilometric assessment. Blocks of pre-sintered Y-TZP were cut providing 63 standard 5mm thick samples which were divided by surface treatment, as follows (n=9): G1 (50µs); G2 (100µs); G3 (300µs); G4 (600µs); G5 (1000µs); G6 (tribochemical silica coating); G7 (Untreated). Laser settings: The Er:YAG laser (Fidelis III; Fotona, Ljubljana, Slovenia) 100mJ, 15,87J/cm^2, 10Hz, 1W, (60%) and air (40%) cooling. After treated or not, samples were sintered according to the manufacturer's recommendations. Roughness, volume loss and step and were analyzed by 3D profilometric assessment with confocal laser microscopy. Irradiated groups showed an increased roughness in the groups G1, G2, G3 and G4 when compared to G6 and G7 groups. The G5 group showed a completely flat and unfavorable surface for retention. The groups G1, G2 and G3 shown great loss of volume and the step height formed, which can lead to a gap on the crowns. In G4 were observed satisfactory roughness with little loss of volume and the step height formed similar to G6. Irrespective of laser protocol, any of the specimens showed presence of cracks and carbonization. It is suggested that the pulse width 600µs (G4) is the most suitable pulse width protocol as an alternative surface treatment, promoting micro-retention, with little loss of volume of material, comparable to gold standard treatment.

Keywords: Zirconia. Y-TZP. Laser of Er:YAG. Surface treatment. Tribochemical Silica Coating. 3D Confocal Laser Microscopy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Representação esquemática do delineamento experimental 31

Quadro 4.1- Especificações dos grupos 32

Figura 4.2 - Sequência de cortes dos blocos cerâmicos pré-sinterizados para obtenção dos corpos de prova..... 33

Figura 4.3 - Posicionamento das fitas formando a janela de tratamento 33

Figura 4.4 - Laser de Er:YAG Fidelis III – Fotona..... 34

Figura 4.5 - Posicionamento do laser em relação ao corpo-de-prova no translador . 35

Figura 4.6 - Microscópio confocal a laser 3D 36

Figura 4.7 - Análise da rugosidade 36

Figura 4.8 - Imagem 3D para medição da perda de volume 37

Figura 4.9 - Imagem 3D para medição da altura do degrau... 38

Gráfico 5.1 - Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da rugosidade da área de referência e da área tratada. 42

Gráfico 5.2 - Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da altura do degrau. 43

Gráfico 5.3 –Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da perda de volume. 44

Figura 5.1 - Fotofotomicrografias com aumento de 216x da superfície da Y-TZP irradiada com o laser de Er:YAG 46

Figura 5.2 - Fotofotomicrografias com aumento de 216x da superfície da Y-TZP irradiada com o laser de Er:YAG e abrasão triboquímica 47

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

µm	micrômetro(s)
µs	microssegundo(s)
Al_2O_3	Trióxido de alumínio
CAD/CAM	computer-aided design/manufacturing
CO_2	gás carbônico
Er:YAG	Érbio-ítrio-alumínio-granada
Er;Cr:YSGG	Érbio-cromo:ítrio-escândio-gálio-granada
Hz	Hertz
J/cm^2	joule(s) por centímetro quadrado
LTD	low-temperature degradation
M	Monoclínica
MCL	Microscópio Confocal a Laser 3D
min	minuto
ml	mililítro
mm	milímetro (s)
MPa	Megapascal
Nd:YAG	Neodímio- ítrio-alumínio-granada
PPF	prótese parcial fixa
RU	resistência de união
SSP	Super short pulse
T	Tetragonal
Y_2O_3	óxido de ítria
Y-TZP	Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal
ZrO_2	óxido de zircônio

LISTA DE SÍMBOLOS

°	graus(s)
°C	grau(s) celsius
h	hora(s)
n	Número de espécimes
s	segundo(s)
W	watt(s)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 17
2 REVISÃO DA LITERATURA 21
3 PROPOSIÇÃO 30
4 MATERIAL E MÉTODOS 31
4.1 Delineamento Experimental 31
4.2 Obtenção dos corpos de prova de Y-TZP 32
4.3 Tratamento de Superfície da Y-TZP antes da sinterização final 33
4.3.1 Irradiação com o Laser de Er:YAG 34
4.3.2 Abrasão Triboquímica 35
4.4 Sinterização 35
4.5 Avaliação da Rugosidade Superificial 36
4.6 Avaliação da Perda de Volume e Altura do Degrau 36
4.7 Análise dos dados 38
5 RESULTADOS. 39
5.1 Rugosidade, perda de volume e altura do degrau 39
5.1 Análise morfológica em microscopia confocal a laser 3D 44
6 DISCUSSÃO 48
7 CONCLUSÕES 54
REFERÊNCIAS 55

1 INTRODUÇÃO

Um sorriso harmonioso possui papel fundamental para o bem estar e autoestima do indivíduo, aumentando a procura por restaurações estéticas. Grande parte desta demanda é tratada com o uso de materiais de uso direto. Contudo, diante de grandes perdas da estrutura dental e/ou presença de restaurações extensas, as restaurações indiretas estão indicadas. Neste contexto, as propriedades das cerâmicas, tais como, característica óptica capaz de reproduzir a estrutura dental; alta biocompatibilidade; e alta resistência à abrasão e à compressão, quando comparada às resinas compostas (Anusavice, 2005), colocam-nas em posição de destaque.

No passado, restaurações indiretas eram ancoradas em estruturas metálicas, o que, em algumas situações, não se expressava em resultados estéticos satisfatórios. Assim, o desenvolvimento de materiais estéticos para infraestrutura de restaurações indiretas tem crescido, ampliando a indicação de restaurações cerâmicas para reabilitação protética, com melhor resultado estético.

Dentre as cerâmicas disponíveis, as porcelanas e vitro-cerâmicas possuem estética favorável, porém se mostram muito fracas mecanicamente para serem utilizadas na confecção de coroas de cerâmica pura em regiões posteriores. O desenvolvimento dos sistemas cerâmicos alterando sua microestrutura, composição química e processo de fabricação (Gomes et al., 2008) buscou sempre melhorias nas propriedades mecânicas do material.

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP-Yttrium-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal) foi introduzida inicialmente na área médica e teve relevante sucesso. Suas aplicações na Odontologia expandiram-se a partir dos anos 90, com a introdução da tecnologia CAD/CAM (computer-aided design/manufacturing) (Conrad et al., 2007; Manicone et al., 2007). Este material se destaca por apresentar melhores propriedades mecânicas quando comparado às porcelanas, vitro-cerâmicas e compósitos infiltrados por vidro. Isso se deve à sua microestrutura policristalina sem fase vítrea. A microsestrutura puramente cristalina possibilita um mecanismo de tenacificação que gera uma transformação de fase dos cristais tetragonais (T) em monoclínicos (M), que são 3 a 5% maiores, ao redor de

defeitos microestruturais presentes no material, levando a uma concentração de tensões de compressão ao redor desse defeito, impedindo a sua propagação e reduzindo a possibilidade de falha da restauração por fratura (Miyazaki et al., 2013).

O sucesso de uma restauração indireta está ligado à resistência, retenção e adaptação da peça protética. Uma desadaptação marginal pode causar microinfiltração, com consequente aparecimento de cáries secundárias, inflamação gengival e perda de retenção da peça (Borba et al., 2011). Para que se consiga uma boa retenção é necessário uma boa interação e adaptação entre as peças protéticas e os preparos cavitários. Para tanto sugere-se a realização de tratamentos de superfície, com o objetivo de aumentar a rugosidade, sem perder volume de material de forma a não comprometer a adaptação da peça e sem danificar a sua microestrutura.

Embora ofereçam propriedades mecânicas superiores, a Y-TZP apresenta como desvantagem o baixo potencial de adesão aos cimentos (Cavalcanti et al., 2009a). Coroas à base de zircônia exibiram perda de retenção de 4,7% em 5 anos, enquanto as coroas de vitro-cerâmicas a base de dissilicato de lítio exibiram perda de 1% nesse mesmo período (Sailer et al., 2015). As cerâmicas que contém fase vítrea podem ser condicionadas pelo ácido fluorídrico, o qual cria retenções mecânicas na superfície interna da peça. Depois desse condicionamento, é feita a e aplicação do agente silano, que estabelece uma união química entra a sílica presente na fase vítrea e a matriz orgânica dos sistemas adesivos (Blatz et al., 2003; Cavalcanti et al., 2009a), No caso da Y-TZP, o alto teor de conteúdo cristalino sem a presença de uma fase vítrea resulta em uma camada inerte não susceptiível ao condicionamento com ácido fluorídrico. Além disso, esse tipo de cerâmica não contém sílica em sua composição, o que inviabiliza a utilização do agente silano (Kern; Wegner, 1998; Borges et al., 2003; Derand et al., 2005; Druck et al., 2015).

Na tentativa de aumentar a interação entre agente cimentante e a Y-TZP, diversas técnicas são sugeridas na literatura. Uma das mais conhecidas é o jateamento com óxido de alumínio, que aumenta a rugosidade superficial e a energia de superfície da zircônia, porém estudos *in vitro* (Tsuo, et al., 2006; Wolfart et al., 2007; Shahin; Kern, 2010) demonstraram que esse aumento de resistência de união (RU) parece diminuir em longo prazo, além de causar transformação dos cristais T para M resultando em geração de tensões residuais sobre a superfície o que pode iniciar um conjunto de microtrincas (Chang et al., 2009).

O tratamento de abrasão triboquímica com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica resulta em uma superfície mais rugosa e impregnada com partículas de sílica, que poderão interagir com o silano aplicado posteriormente, permitindo uma melhor adesão aos cimentos resinosos. Atualmente, este é o método mais indicado para o tratamento de superfície de cerâmicas policristalinas (Kern; Wegner, 1998; Akyil et al., 2010; Ozcan et al., 2011; Turp et al., 2013), porque resulta nos maiores valores de RU (Silva et al; 2011; Erdem et al., 2014). Porém, essa técnica também pode gerar a transformação de fase dos cristais (Turp et al., 2013) o que pode afetar negativamente as propriedades mecânicas do material (Cattani-Lorente et al., 2011).

Outros estudos (Cavalcanti et al., 2009b; Akin et al., 2012; Demir et al., 2012; Liu et al., 2012; Subasi; Inan, 2012; Arami et al., 2014; Erdem et al., 2014) sugerem o uso de lasers de alta potência para o tratamento da superfície cerâmica. O princípio de ação do laser é baseado na conversão de energia luminosa em calor, que é capaz de promover alterações morfológicas nos materiais restauradores (Gupta; Kumar, 2011). O laser de Er:YAG (érbio:ítrio-aluminio-granada) tem sido proposto para o tratamento de superfície de restaurações indiretas, pois se mostrou efetivo em alterar a superfície da Y-TZP com a formação de pequenas depressões (Subasi; Inan, 2012). Contudo, outro estudo (Cavalcanti et al., 2009b) demonstrou que a irradiação pode gerar carbonização e crateras na superfície da Y-TZP. Resultados controversos se devem à diversidade de parâmetros e metodologias testadas. O controle dos parâmetros do laser (potência e largura temporal do pulso) é de extrema importância para que se consiga uma superfície rugosa, com pouca perda de volume e sem trincas e carbonização.

Com o aprimoramento tecnológico, surgiram novos aparelhos de laser de Er:YAG que permitem controlar diversos parâmetros para irradiação, tais como a largura temporal do pulso, proporcionando pulsos menores, por exemplo de 50 µs, denominados pulsos super curtos ou “super short pulse” (SSP). Pulsos mais curtos alcançam uma determinada energia com maior velocidade e consequentemente menos energia é transformada em calor, resultando em uma ablação fria (Bahrami et al., 2011), o que pode causar menos danos às estruturas cerâmicas, como a carbonização e formação de trincas. Por se tratar de uma tecnologia nova, existe apenas um estudo (Turp et al., 2014) na literatura com o uso desse laser para tratamento de superfície de zircônia, o qual obteve bons resultados. Ressalta-se que

este trabalho foi realizado em zircônia sinterizada e a irradiação neste estado pode gerar a transformação de fase do cristais.

Recentemente, alguns estudos (Monaco et al., 2011; Moon et al., 2011; Silva et al., 2011; Ghasemi et al., 2014; Kirmali et al., 2014; Kirmali et al., 2015) propuseram que os tratamentos de superfície de Y-TZP fossem feitos antes da sinterização final, o que garante que, após a sinterização final, todos os cristais fiquem na forma tetragonal (Moon et al., 2011; Monaco et al., 2013), além de evitar trincas e carbonização (Silva et al., 2011).

Assim, mais pesquisas são necessárias para definir protocolos de aplicação desse tipo de laser e determinar o melhor momento para tratamento superficial da Y-TZP, antes ou após a sua sinterização final, com vistas a ampliar sua interação com o agente cimentante. Neste contexto, o emprego da tecnologia laser ainda merece ser explorado, levando em consideração a oportunidade do momento da irradiação, sem que haja comprometimento da microestrutura e das propriedades mecânicas desse material. Este trabalho pretende avaliar as características morfológicas, a rugosidade superficial, a perda de volume e altura do degrau formado na cerâmica Y-TZP pré-sinterizada, após irradiação com diferentes larguras temporais de pulso do laser de Er:YAG.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A revisão de literatura foi escrita de acordo com o desenvolvimento cronológico das cerâmicas odontológicas até a Zircônia Tetragonal Policristalina Estabilizada por Ítria (Y-TZP), bem como os principais tratamentos de superfície já utilizados nesta cerâmica a fim de melhorar sua interação com agente cimentante.

2.1 Cerâmicas Odontológicas

Embora o desejo e a história da substituição de dentes tenham começado há quase três mil anos, as cerâmicas foram utilizadas na odontologia como dentes artificiais somente após 1770. Na França, em 1789, De Chemant, um dentista, juntamente com Duchateau, um farmacêutico, patentearam o primeiro dente de porcelana pura (Kelly; Benetti, 2011) para ser utilizado em próteses totais. Esta porcelana era basicamente formada por feldspato e cálcio.

Desde o início estes materiais se mostraram frágeis mecanicamente, apresentando alta taxa de fratura, que ocorre devido à propagação de trincas, inerentes a este tipo de material. Para tentar reforçar as porcelanas puras, Land, em 1903, descreveu a técnica que utiliza uma folha de platina associada à porcelana para confecção de coroas (Della Bona, 2009). A partir de então ficou estabelecida a necessidade de utilizar uma infraestrutura metálica associada à porcelana (Della Bona, 2009; Conrad et al., 2007). A insatisfação com a estética das infraestruturas metálicas tem conduzido a evolução constante no desenvolvimento de novos materiais para a confecção de copings.

As cerâmicas odontológicas são compostas por uma combinação de elementos metálicos, entre eles, Alumínio, Cálcio, Lítio, Magnésio, Potássio, Sódio, Zircônia e Titânio, e elementos não metálicos, tais como, Oxigênio, Silício, Bário e Flúor. Este material é caracterizado por possuir duas fases: uma cristalina e uma vítrea, sendo a matriz vítrea basicamente composta por Óxido de Silício, responsável pela viscosidade do material e propriedade de expansão térmica. A fase cristalina é formada por cristais de diferentes naturezas e em diversas quantidades,

sendo a responsável pelas propriedades mecânicas e ópticas do material. Alterações nesta composição conduzem a evolução das cerâmicas. Na década de 50, modificação das porcelanas com a adição 40-50% de cristais de alumina e de leucita, com o objetivo de melhorar sua resistência, deu origem ao termo porcelana feldspática (Gomes et al., 2008).

Em 1965, McLean foi o pioneiro no conceito de adição do Al_2O_3 à porcelana feldspática criando a porcelana aluminizada, com o objetivo de melhorar ainda mais suas propriedades mecânicas e físicas para ser empregada como material para infraestrutura (Conrad et al., 2007). Como o material não apresentava translucidez adequada era necessária a aplicação de uma camada de porcelana feldspática para obter estética aceitável. Quando seu uso foi avaliado, observou-se índice relativamente alto de fraturas nas regiões posteriores, sendo a indicação principal das porcelanas aluminizadas para próteses unitárias em dentes anteriores (Anusavice, 2005).

Em 1980, uma nova classe de materiais foi introduzida, sendo o sistema Dicor o primeiro sistema vitrocerâmico disponível no mercado, que continha cristais de flúormica tetrassílica, alterando também o processo de confecção das peças, passando-se a utilizar o processo de cera perdida, com posterior injeção do vidro fundido. Este material não era indicado para confecção de próteses parciais fixas (PPFs) devido a sua alta taxa de fratura nas regiões posteriores, indicando não haver resistência suficiente frente aos esforços mastigatórios (Gomes et al., 2008).

No final de 1990, um novo vidro ceramizado prensado foi desenvolvido, contendo cristais de dissilicato de lítio cerca de 4 vezes mais resistente quando comparado com as porcelanas feldspáticas. Este material tinha indicação para ser utilizado para PPFs de até três elementos e se estender até segundo pré-molar (Anusavice, 2005; Martins et al., 2010).

Um dos primeiros e mais populares sistemas cerâmicos a base de zircônia é a In-Ceram. Em 1987 ela foi patenteada e desenvolvida utilizando uma técnica na qual uma infraestrutura de alumina é queimada para formar uma microestrutura porosa, que é infiltrada com um vidro a base de óxido de lantânio. O In-Ceram zircônia foi desenvolvido com adição de zircônia ao In-Ceram Alumina e foi possível produzir restaurações de cerâmica puras mais resistentes, podendo ser utilizadas em próteses fixas posteriores de três elementos (Della Bona, 2009).

Com o desenvolvimento da composição da cerâmica e do método de confecção, diversos sistemas foram introduzidos no mercado sempre com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas do material. A cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) inicialmente foi empregada na área médica com relevante sucesso, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e biocompatibilidade (Belo et al., 2013). O primeiro artigo sobre o uso de dióxido de zircônia para a produção de cabeças femorais artificiais foi escrito por Christel et al. (1989). Suas aplicações na odontologia expandiram-se a partir dos anos 90 e incluíram implantes e pilares de implantes, bráquetes ortodônticos, núcleos para coroas, próteses parcial fixas de três até oito elementos, coroas unitárias e próteses livres de metal. Aliado a isso, com o avanço da tecnologia CAD/CAM (computer-aided design/manufacturing), seu uso ganhou maior expressão (Conrad et al., 2007; Manicone et al., 2007; Gomes et al., 2008).

2.2 Zircônia tetragonal Policristalina Estabilizada por ítria (Y-TZP)

As cerâmicas policristalinas são materiais que possuem estrutura unicamente cristalina, sem fase vítrea, conferindo ao material uma resistência à fratura consideravelmente maior do que as outras cerâmicas odontológicas. Dentre as cerâmicas policristalinas podemos citar: a alumina pura e a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) (Denry; Kelly, 2008; Martins et al., 2010). A inclusão dos cristais melhora a sua resistência mecânica, entretanto diminui sua translucidez, sendo necessária a aplicação de uma cerâmica de cobertura. Os materiais de revestimento estéticos que podem ser aplicados sobre a Y-TZP são as porcelanas a base de fluorapatita, leucita ou óxido de alumina (Aboushelib et al., 2005) ou ainda as vitrocerâmicas a base de dissilicato de lítio (Chaiyabutr et al., 2008). Mais recentemente, surgiram as chamadas zircônias monolíticas, que podem ser utilizadas na confecção de restaurações inteiramente de zircônia, sem a necessidade de uma cerâmica de cobertura (Carden, 2011; Marchack et al., 2011).

Ao se comparar alumina e zircônia, esta ultima possui melhores propriedades mecânicas devido à sua microestrutura diferenciada. O óxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um material polimórfico na natureza, o que significa que ele apresenta

diferentes estruturas cristalográficas, em diferentes temperaturas, mas sem qualquer alteração química: à temperatura ambiente, os cristais apresentam-se em sua forma monoclínica (M); em altas temperaturas (acima de 1170ºC) esses cristais apresentam forma tetragonal (T); a fase de estrutura cristalina cúbica (C) surge a partir de 2370ºC (Denry; Kelly, 2008; Kelly; Denry, 2008).

A transformação da fase C para fase M ocorre durante o resfriamento levando a uma expansão volumétrica em torno de 5%, o que ocasiona a formação de trincas e a possibilidade de fratura à temperatura ambiente. O óxido de ítria (Y_2O_3 3% mol) é adicionado à zircônia pura para controlar a expansão de volume e estabilizá-lo na fase tetragonal em temperatura ambiente (Piconi; Maccauro, 1999; Belo et al., 2013).

Esse material possui propriedade mecânica diferenciada, pois pode transformar-se da fase T para M ao redor de uma trinca. Como a forma monoclínica ocupa um volume de 3 a 5% maior do que os cristais tetragonais, são geradas tensões de compressão ao redor do defeito, o que impede a propagação dessa trinca (Piconi; Maccauro, 1999) conferindo maior resistência à fratura. A Y-TZP demonstrou resistência à fratura de 900-1200 MPa e tenacidade de 9-10 MPa/m1⁄2, valor três vezes maior que o do dissilicato de lítio e duas vezes maior que o da alumina (Raigrodski, 2004). Sendo assim, essas cerâmicas podem confeccionar restaurações mais resistentes, sendo indicadas para confecção de infraestruturas para próteses unitárias ou extensas em dentes anteriores e posteriores (Wolfart et al., 2007).

Por outro lado, a transformação da fase T para M ao redor de uma trinca pode levar a um comportamento indesejável: a degradação das propriedades mecânicas em baixa temperatura (LTD – low-temperature degradation) (Kobayashi et al.,1981). Este processo ocorre inicialmente em grãos localizados na superfície, gerando uma reação em cadeia que culmina na formação de microtrincas e tensões nos grãos vizinhos, favorecendo a penetração de água e promovendo a transformação de fase em um maior número de grãos, o que pode levar à diminuição da resistência do material (Kim et al., 2010; Egilmez et al., 2014). Entretanto, Pereira et al. (2014) e Pereira et al. (2015) observaram que o envelhecimento gera diferentes comportamentos mecânicos na Y-TZP, que variam de acordo com o padrão de superfície gerado pelo processo de polimento: uma superfície mais lisa possui uma menor área de contato com a água, apresentando menor sensibilidade para o

envelhecimento hidrotérmico quando comparado às superfícies mais rugosas, que possui maior área de contato com a água.

Embora apresentem um desempenho mecânico superior e estética favorável, quando comparada com metal, a interação entre a infraestrutura de zircônia e o agente cimentante é frágil, podendo ocasionar falha retentiva da restauração (Kern; Wegner, 1998; Thompson et al., 2011). Neste contexto, tratamentos de superfície podem atuar na ampliação da interação entre os agentes que compõem esta interface.

2.3 Tratamentos de superfície

A adesão das peças protéticas de Y-TZP ao cimento resinoso tem sido amplamente estudada na literatura (Wolfart et al., 2007; Thompson et al., 2011; Vanderlei et al., 2013; Druck et al., 2015). A técnica de cimentação adesiva convencional já estabelecida para as outras cerâmicas não é efetiva para a zircônia devido ao seu alto conteúdo cristalino, o que forma uma camada inerte, que é resistente aos ácidos fosfórico e fluorídrico. Além disso, essa cerâmica não possui sílica em sua composição, impedindo a ligação sílica–silano, necessária para silanização (Thompson et al., 2011; Vanderlei et al., 2013).

Para que se consiga uma boa adesão às cerâmicas policristalinas, diversos tratamentos que visam criar uma superfície retentiva têm sido propostos. O jateamento com partículas de Al_2O_3 a fim de melhorar a resistência de união (RU) a partir do aumento da energia de superfície e molhabilidade da cerâmica Y-TZP, tem sido considerado como alternativa por alguns autores apresentando bons resultados (Liu et al., 2012; Moradabadi et al., 2014; Shin et al., 2014; Yi et al., 2015). Além disso, o impacto das partículas de Al_2O_3 na cerâmica sinterizada durante o jateamento induz a transformação da fase T $\rightarrow$ M nas Y-TZP, levando a uma falha catastrófica da restauração (Moon et al., 2011; Monaco et al., 2013). Ainda, Turp et al. (2013) observaram que quanto maior a partícula do abrasivo, maior a transformação de fase na zircônia. Wolfart et al. (2007) a união com a zircônia jateada com partículas de Al_2O_3 caiu de forma significante após 150 dias de armazenamento.

Aperfeiçoando a lógica do jateamento, foi introduzida a abrasão triboquímica com revestimento de sílica ou silicatização, que consiste de um sistema de jateamento que utiliza partículas de alumina revestidas com sílica. Estas partículas depositadas na superfície da peça formam uma ligação química com o silano, além das retenções micromecânicas formadas pelo jateamento, tornando mais eficiente a interface de união formada (Osorio et al., 2010; Maeda, 2012; Subasi; Inan, 2012; Abi-Rached et al., 2014). Os sistemas mais conhecidos para a realização deste tratamento são o CoJet e Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Alemanha). Erdem et al. (2014) encontraram um aumento da RU de Y-TZP tratadas com sistema triboquímico. Enquanto Amaral et al. (2014) encontraram valores semelhantes de RU para Y-TZP tratada com abrasão triboquimica e aquelas que tiveram sua superfície interna recoberta apenas com uma camada de glaze. Um estudo (Castro et al., 2012) concluiu que tanto o armazenamento em água quanto a termociclagem não afetaram a RU da Y-TZP condicionada com a abrasão triboquímica, utilizando partículas de 30μm de alumina modificadas por sílica. Por outro lado, Da Silva et al. (2014) encontraram uma diminuição da RU após 6 meses de armazenamento em água. Alguns estudos (Souza et al., 2013; Turp et al., 2013) também encontraram a transformação de fase T→M da Y-TZP sinterizada com este tipo de tratamento.

Outro método para se conseguir um aumento da rugosidade superficial é através da aplicação substâncias infiltrantes (compostas por óxidos inorgânicos com sílica, titânio, alumina, magnésio, potássio e rubídio) na superfície de zircônias pelo principio do condicionamento e infiltração seletivos (seletive infiltration etching - SIE), que promovem poros e rugosidade superficial aumentada, os quais permitiriam a infiltração do cimento resinoso (Aboushelib et al., 2007). Casucci et al. (2009) em estudo que investiga diferentes abordagens de tratamento de superfície, demonstraram um aumento da rugosidade superficial para o método SIE e também para o uso de condicionamento com ácido clorídrico aquecido.

A incorporação de grânulos de porcelana de baixa fusão (pérolas de porcelana) tem como objetivo promover irregularidades na superfície de alumina e zircônia, que possam favorecer no embricamento micromecânico do cimento resinoso à superfície da peça. Alguns estudos (Derand et al., 2005; Kitayama et al., 2009) apresentaram resultados de resistência de união extremamente satisfatórios com a incorporação destes grânulos.

Observa-se, portanto, que as técnicas que foram descritas anteriormente para tratamento de superfície, apesar de aumentarem a rugosidade, não geram RU durável para contribuir de forma significativa com a retenção da peça. Além disso, operam transformação de fase T para M, deixando a peça susceptível à fratura. Assim, justifica-se que outros tratamentos de superfície devem ser estudados.

2.4 Laser em Cerâmicas

Diversos tipos de laser de alta potência já foram propostos para o tratamento da superfícies cerâmicas, sempre com o objetivo de melhorar a resistência adesiva entre os cimentos resinosos e as cerâmicas odontológicas.

O laser de CO_2 emite radiação no comprimento de onda de 10,6 µm, que é prontamente absorvido pela água. A energia é convertida em calor quando absorvida pelas moléculas de água no substrato irradiado, fazendo com que a água evapore na superfície. No entanto, alguns estudos demonstram que os efeitos térmicos da irradiação com esse laser com densidade de energia (DE) tanto de 3,82J/cm² (Arami et al., 2014) quanto de 226,46J/cm² (Silva, 2011) podem levar a rachaduras e carbonização na superfície da zircônia. Entretanto, Ural et al. (2010) concluíram que a irradiação com Laser de CO_2 pode representar um método eficaz para o condicionamento da superfície da zircônia, melhorando a resistência de união ao cimento resinoso. Kasraei et al. (2014) observaram um aumento de RU para a Y-TZP tratada com densidade de energia de 265,39J/cm², porém na imagem de microscopia eletrônica de varredura é possível visualizar a presença de rachaduras.

O laser de Nd:YAG apresenta comprimento de onda de 1064nm e possui uma forte interação com pigmentos. Usumez et al. (2013) encontraram um aumento da rugosidade superficial e da resistência de união das Y-TZP irradiadas com densidade de energia de 74,07J/cm², com 180 e 320µs de largura temporal de pulso, entretanto foram encontradas rachaduras e transformação de fase T $\rightarrow$ M nesses mesmos parâmetros. Akyil et al. (2010) encontraram aumento da resistência de união ao cisalhamento quando a irradiação foi realizada com DE de 9,09J/cm² laser de Nd:YAG, associado ao jateamento com partículas de óxidos de alumínio. Noda et

al. (2010) avaliaram os efeitos do mesmo laser na superfície de Y-TZP e encontraram a formação de trincas, transformação de fase T → M, carbonização e diminuição do oxigênio da superfície cerâmica.

O laser de Er:YAG tem comprimento de onda de 2,94µm o e de Er,Cr:YSGG, 2,78µm. Ambos produzem microexplosões durante a ablação do substrato, resultando em irregularidades superficiais. A ablação ocorre pela absorção da energia laser pela água presente no material ou na superfície (proveniente da refrigeração) e sua rápida evaporação causando micro explosões capazes de ejetar o substrato adjacente (Usumez; Aykent, 2003; Coluzzi, 2004). Silva et al. (2011) não encontraram aumento da resistência de união de cerâmicas Y-TZP, quando irradiadas com laser de Er,Cr:YSGG. Miranda et al. (2015) encontraram uma diminuição da rugosidade superficial da Y-TZP tratada com o laser de Er,Cr:YSGG quando comparadas ao grupo controle, sem nenhum tipo de tratamento.

Cavalcanti et al. (2009b) concluíram que a irradiação com DE de 50,96 e 76,43J/cm² do Laser de Er:YAG não são viáveis para o condicionamento da superfícies de Y-TZP, pois ocorreu derretimento da superfície, grande perda de estrutura com presença de algumas profundas crateras vistas em microscopia eletrônica de varredura. Enquanto que Demir et al. (2012) não observaram nenhuma alteração na superfície de Y-TZP irradiadas com 15,08 e 22,01J/cm² de DE quando comparadas com o grupo controle. Turp et al. (2014) encontram aumento de rugosidade com DE de 7,54 e 15,05J/cm² utilizando pulsos super curtos. Estudos encontraram melhores valores de resistência de união (Akin et al., 2011; Kasraei et al., 2014) e diminuição da microinfiltração (Akin et al., 2012) na interface cerâmica Y-TZP/adesivo para o grupo irradiado com esse mesmo laser. Entretanto, outro estudo (Cavalcanti et al., 2009c) concluiu que a irradiação com DE de 25,48J/cm² promoveu melhora na RU, mas não maior do que aquela conseguida com o jateamento com óxido de alumínio.

Alguns estudos propuseram um novo método para o tratamento da superfície cerâmica. Monaco et al. (2011) foram os pioneiros. Os autores propuseram que os tratamentos de superfície fossem feitos antes da sua sinterização final e concluíram que os efeitos do jateamento da Y-TZP antes e após a sinterização são semelhantes. Além disso, o jateamento após a sinterização final induziu a transformação de fase T → M. No grupo em que o jateamento foi realizado na

condição pré-sinterizada permitiu a transformação completa das fases após a sinterização final, consistindo em 100% de fase tetragonal (Monaco et al., 2013). Kirmali et al. (2015) concluíram que a irradiação com 2W, 3W, 4W, 5W e 6W de potência com o laser de Er,Cr:YSGG na zircônia pré-sinterizada representam um método efetivo para aumentar a rugosidade superficial.

Portanto, ainda não há um consenso de qual a melhor técnica e momento oportuno para o condicionamento de superfícies cerâmicas policristalinas. A utilização de lasers tem sido proposta, porém, na maioria dos estudos, esses tratamentos são realizados após a sinterização final da cerâmica, o que pode causar, a indução da transformação de fase para monoclínica, trincas, carbonização ou, em parâmetros baixos, não ocorre nenhuma alteração. Sendo assim, é importante investigar os efeitos dos diferentes parâmetros do Laser de Er:YAG na superfície da cerâmica Y-TZP antes da sua sinterização final. Além disso, ressalta-se que o tratamento de superfície de sucesso deve promover rugosidade superficial para aumentar a energia de superfície, e consequentemente, a interação com o agente cimentante; não gerar transformação de fase; e sem causar desadaptação da peça protética por perda de volume, nem aparecimento de degrau. Na literatura consultada não foi identificado nenhum trabalho com zircônia que tenha feito as medidas de perda de volume e altura do degrau.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da variação da largura temporal de pulso do laser de Er:YAG sobre a rugosidade superficial, a perda de volume e altura do degrau formado em uma cerâmica Y-TZP. O laser foi aplicado na superfície do material quando este se encontrava sem seu estado pré-sinterizado, tendo sido a sinterização final realizada após o tratamento de superfície.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo foram realizados tratamentos de superfície com Laser de Er:YAG com diferentes larguras temporal de pulso na Y-TZP pré-sinterizada.

4.1 Delineamento Experimental

Esse estudo foi realizado utilizando-se blocos cerâmicos de Y-TZP, com um fator de variação (tratamento de superfície), conforme o delineamento experimental apresentado na Figura 4.1 e Quadro 4.1.

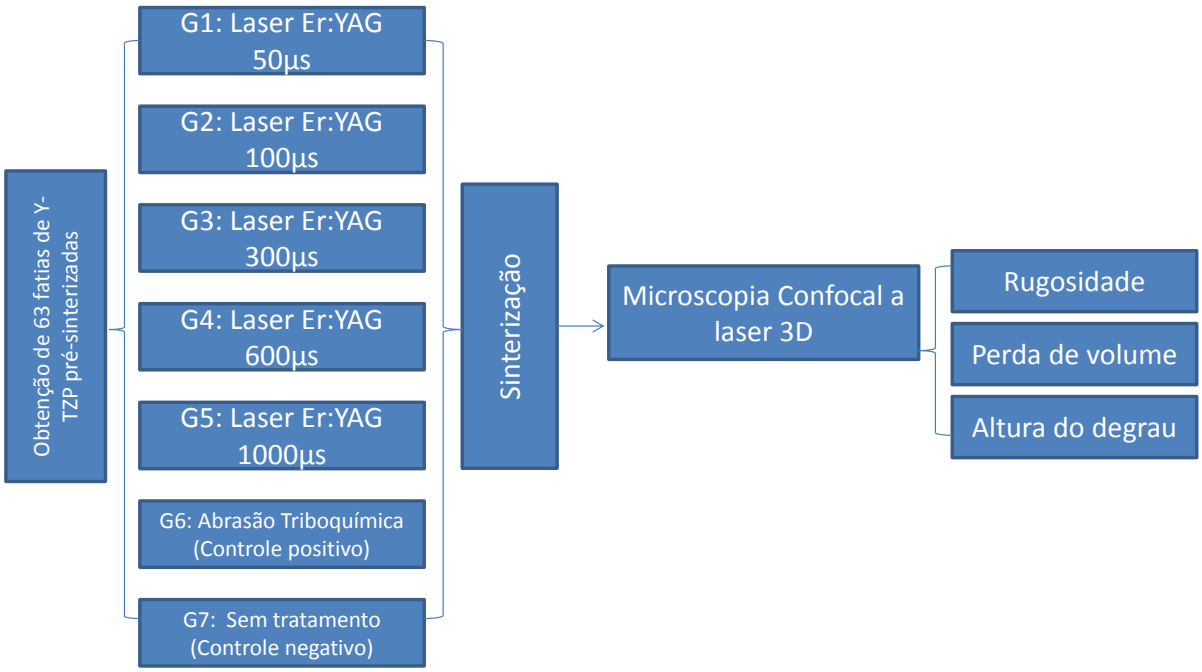


Figura 4.1 – Representação esquemática do delineamento experimental

Grupos	n/grupo	Especificações
G1-Laser Er:YAG	9	100mJ; 1W; 10Hz; 15,87J/cm²; 10s, 7mm distância focal; 50µs
G2-Laser Er:YAG	9	100mJ; 1W; 10Hz; 15,87J/cm²; 10s, 7mm distância focal; 100µs
G3-Laser Er:YAG	9	100mJ; 1W; 10Hz; 15,87J/cm²; 10s, 7mm distância focal; 300µs
G4-Laser Er:YAG	9	100mJ; 1W; 10Hz; 15,87J/cm²; 10s, 7mm distância focal; 600µs
G5-Laser Er:YAG	9	100mJ; 1W; 10Hz; 15,87J/cm²; 10s, 7mm distância focal; 1000µs
G6-Abrasão Triboquímica	9	Partículas de 30µm; 2,8bar; 10s; 10mm de distância, 90˚
G7-Controle	9	Sem tratamento

Quadro 4.1– Especificações dos grupos

4.2 Obtenção dos Corpos de Prova de Y-TZP

Cinco blocos de zircônia pré-sinterizados (VITA In-Ceram YZ for InLab; VITA Zahnfabrik, Alemanha) destinados ao processamento tipo CAD/CAM foram seccionados em 16 fatias por bloco, totalizando 80 fatias. Sessenta e três destas fatias foram selecionadas para compor a amostra, que foi dividida em 07 grupos experimentais, conforme o tratamento de superfície (n=9), sendo avaliadas as variáveis de resposta rugosidade superficial, perda de volume de material e altura do degrau, com um microscópio confocal a laser 3D (LEXT OLS4000, Olympus, Tokyo, Japão – Processo FAPESP 2011/12901-7).

Cada bloco foi fixado em um dispositivo da máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA) e foram realizados cortes sucessivos com disco de diamante a 250 rpm, sob refrigeração (Figura 4.2), para obtenção de 63 corpos de prova de aproximadamente 9 (comprimento) x 7 (altura) x 5 (espessura) mm. Essas medidas foram definidas considerando-se que a zircônia sofre uma redução de 20% do seu volume após a sinterização. Todos os espécimes receberam padronização de suas superfícies com lixas de óxido de alumínio de granulação #600-800-1200 em politriz metalográfica (Buehler Ltd, Lake Buff, Illinois, EUA), durante 20 segundos sob refrigeração, com o objetivo de obter superfícies padronizadas planas e paralelas. Após o corte foram levados para uma lavadora Ultra Sônica Digital (Shenzhen Codyson Electrical Co., Ltd, CHN) durante 3 minutos para limpeza e remoção de resíduos e então lavadas em água corrente. As superfícies polidas receberam duas tiras de fita adesiva de cloreto de polivinil não plastificada (UPVC)

(Graphic Tape; Chartpak, Leeds, EUA) com 3mm de espessura cada, deixando uma janela central de 7 (altura) x 3 (comprimento), em milímetros, exposta para receber os tratamentos (Figura 4.3). As amostras foram aleatoriamente distribuídas nos sete grupos experimentais.

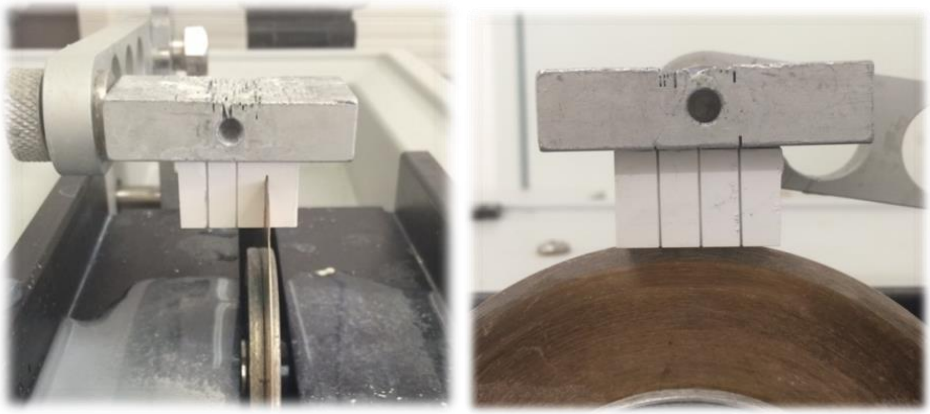


Figura 4.2 - Sequência de cortes dos blocos cerâmicos pré-sinterizados para obtenção dos corpos de prova

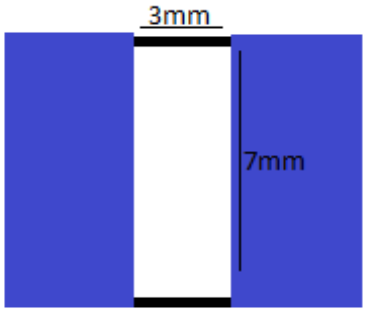


Figura 4.3- Posicionamento das fitas formando a janela de tratamento

4.3 Tratamento de Superfície da Y-TZP antes da Sinterização final

Os tratamentos de superfície foram realizados com laser de Er:YAG e a abrasão trioboquímica, que foi utilizada como controle positivo.

4.3.1 Irradiação com Laser de Er:YAG

O Laser de Er:YAG (Fidelis III Fotona, Eslovênia - Processo FAPESP 2012/15141-6) possui comprimento de onda de 2,94µm, largura do pulso regulável entre 50 e 1000µs, taxa de repetição de 2 a 50 Hz, potência média de 20W, e diâmetro do feixe de 0,9mm. Os parâmetros para este trabalho foram inicialmente baseados na literatura e confirmados por um estudo piloto, sendo escolhidos 100mJ de energia, 1W de potência e 10Hz de taxa de repetição, com 7mm de distância focal, com irrigação de 60% de água e 40% de ar, por 10 segundos na região delimitada pelas fitas adesivas. A densidade de energia é a quantidade de energia fornecida por unidade de área e foi calculada a partir da fórmula DE=E/A - onde DE é a densidade de energia, E é a energia (J) e A é a área do feixe laser (cm^2), obtendo-se 15,87 J/cm^2 (Figura 4.4).

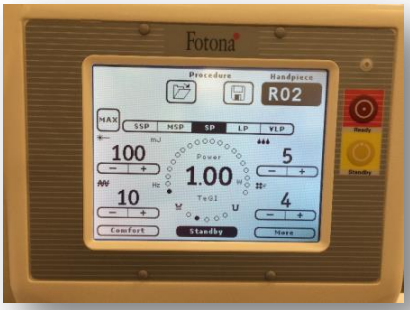


Figura 4.4 - Laser de Er:YAG Fidelis III – Fotona

Foi utilizado um translador motorizado de alta precisão (ESP301, Newport Corporation, Invine, CA, EUA - Processo FAPESP 2012/15141-6) a fim de obter padronização durante a irradiação (Figura 4.5). A energia emitida pelo laser foi verificada por um medidor de potência (Ophir Optronics, Wilmington, MA, EUA) a cada três amostras irradiadas.

Figura 4.5 - Posicionamento do laser em relação ao corpo-de-prova no translador

4.3.2 Abrasão Triboquímica

A silicatização foi realizada com partículas de óxido de alumínio revestido por sílica (SiO_2) de 30µm, aplicadas de forma perpendicular à superfície da cerâmica, observando-se um ângulo de 90° formado entre a ponta do jateador e a superfície cerâmica. Foi padronizada distância de 10 mm entre a ponta do jateador e a superfície da zircônia. O jateamento foi realizado com pressão constante de 2,8 bar, durante 10 segundos.

4.4 Sinterização

Após os tratamentos de superfície, os espécimes foram sinterizados em forno ZYrcomat (VITA, Zahnfabrik, Alemanha) com ciclo de sinterização de 1530ºC, por 2 horas, taxa de aquecimento de 25ºC/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas conforme a recomendação do fabricante.

Posteriormente foram capturadas imagens através do laser semicondutor (λ=405 nm) do microscópio confocal a laser 3D (LEXT OLS4000, Olympus, Tokyo, Japão – Processo FAPESP 2011/12901-7) de todos os corpos-de-prova. As imagens foram analisadas por meio do software OLS 4000 (Figura 4.6).

Figura 4.6 - Microscópio confocal a laser 3D

4.5 Avaliação da Rugosidade Superficial

A leitura da rugosidade foi realizada na área de referência (que não sofreu tratamento, protegida com a fita) e na área experimental. Para esta análise foram obtidas imagens padronizadas do centro das regiões analisadas, com 216x de aumento, sendo uma na região de referência e outra na região tratada (Figura 4.7). Em cada imagem foi calculada a rugosidade superficial (Sa), expressa em µm. A rugosidade final foi calculada a partir da diferença da rugosidade da Y-TZP da região de referência e da região tratada.

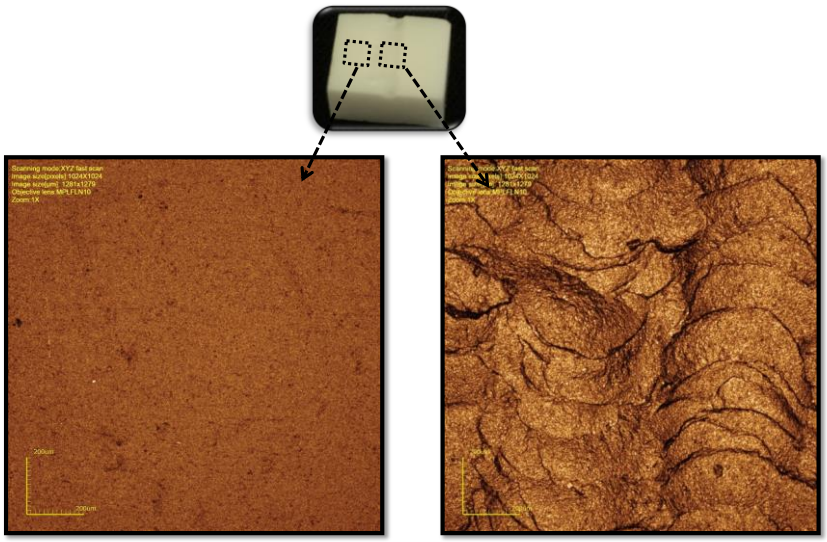


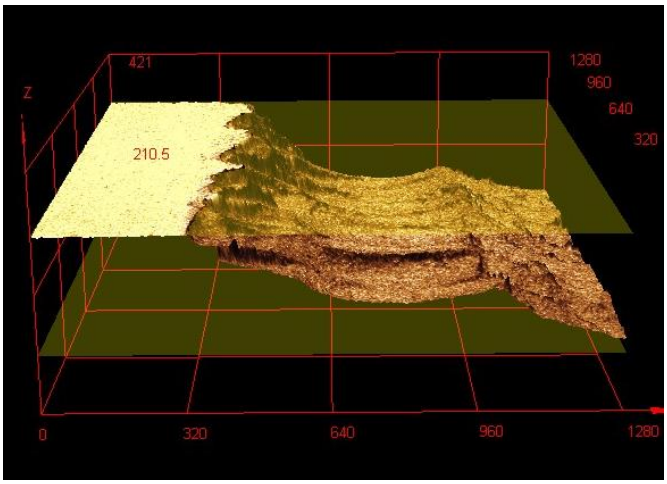
Figura 4.7 – Análise da rugosidade

4.6 Avaliação da Perda de Volume e Altura do Degrau

Para estas análises também foram utilizadas imagens de 216x de aumento por espécime, observando-se na mesma figura parte da Y-TZP de referência e parte da Y-TZP tratada, para possibilitar comparações entre as diferentes áreas.

Para determinar o quanto de material foi perdido após os diferentes tratamentos de superfície foi realizada a medição do volume perdido. Para tanto foi traçado um plano baseado na área de referência e toda a estrutura perdida abaixo desse plano foi calculada em μm^3 (Figura 4.8). Para a análise dos dados empregou-se a razão do volume de estrutura perdida (μm^3) pela área (μm^2) da Y-TZP que foi tratada, isso porque apesar da padronização de todas as medidas, existem variações de dimensões da área protegida englobada na imagem e, então, para manter a mesma proporção os dados foram obtidos a partir dessa razão.

Para verificar a altura do degrau em relação à área controle foi empregada a perfilometria. Em cada imagem foram realizadas 10 leituras do Rv(µm) que abrangeram a superfície de referência e a superfície tratada. Para a análise estatística foi utilizada a média de cada espécime (Figura 4.9).



.

Figura 4.8 – Imagem 3D para medição da perda de volume

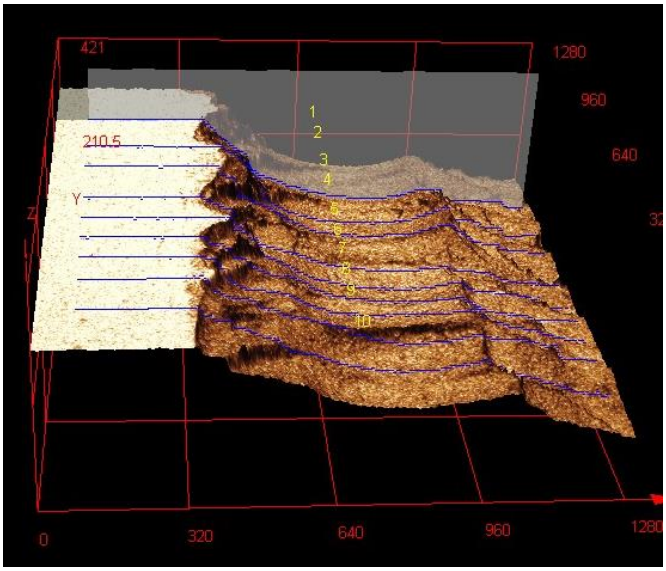


Figura 4.9 - Imagem 3D para medição da altura do degrau

4.7 Análise dos Dados

Para a análise dos dados obtidos foi utilizado o software Minitab (Minitab 17, Minitab Inc, Pensilvânia, EUA). A distribuição dos dados foi normal e homocedástica, sendo submetidos à análise de variância (ANOVA) um fator e teste de Tukey ($p<0,05$) para comparação entre os grupos experimentais. As imagens foram avaliadas qualitativamente por 2 avaliadores calibrados.

5 RESULTADOS

Os resultados obtidos foram descritos em duas partes: analise quantitativa (rugosidade, perda de volume e altura do degrau) e analise qualitativa (análise morfológica com microscópio confocal a laser 3D).

5.1 Rugosidade, Perda de Volume e Altura do Degrau

Este trabalho avaliou quatro diferentes respostas - rugosidade, tanto da área de referência, quanto da área tratada; altura do degrau formado e a perda de volume - frente ao tratamento de superfície de espécimes de Y-TZP. A distribuição normal dos dados, identificada pelo teste de Bonferroni, possibilitou a realização de quatro análises de variância (um fator) distintas, considerando o tratamento de superfície como fator de variação e utilizando o teste de Tukey para comparação entre os grupos experimentais, adotando nível de significância de 5%.

A Tabela 5.1 mostra as medidas resumo média, desvio-padrão, valores mínimo e máximo, para apontar a variabilidade da rugosidade da área de referência, ou seja, a área não tratada dos 07 grupos experimentais. ANOVA demonstrou diferença estatisticamente significante, entre os grupos (p=0,00). Para a identificação das diferenças entre os grupos foram realizadas as comparações múltiplas (Gráfico 5.1).

Tabela 5.1 – Média e desvio padrão dos grupos na análise da rugosidade da área de referência (Sa,µm)

Grupos experimentais	N	Média	Desvio Padrão	Coeficiente de variação %	Mínimo	Máximo
G1 (50µs)	9	0,32 [A]	±0,02	6,25	0,28	0,35
G2 (100µs)	9	0,31 [A]	±0,01	3,22	0,28	0,34
G3 (300µs)	9	0,32 [A]	±0,02	6,25	0,28	0,35
G4 (600µs)	9	0,30 [A]	±0,03	10,0	0,22	0,35
G5 (1000µs)	9	0,31 [A]	±0,03	9,67	0,26	0,35
G6 (Abrasão)	9	0,35 [A]	±0,09	25,7	0,31	0,60
G7 (Controle)	9	0,23 [B]	±0,01	4,34	0,21	0,26

* Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

As comparações entre os grupos nos permitem identificar que existe diferença estatisticamente significante entre eles, sendo válida a expressão (G6=G3=G1=G5=G2=G4)>G7, para a resposta rugosidade da área de referência. O resultado indica uma menor rugosidade da área de referência no grupo G7, quando este é comparado a todos os demais, que não são diferentes quando comparados entre si.

Este resultado nos causa alguma surpresa, pois imaginamos, a princípio que a rugosidade da área de referência do grupo controle (não tratado – G7) seria igual a todas as rugosidades das áreas de referência dos espécimes de todos os grupos, pois nenhum deles tinha sido diretamente tratado. Este resultado indica alguma ação do laser por difusão de energia, bem como a ineficácia da fita adesiva utilizada em proteger a superfície quando foi realizado procedimento de abrasão triboquímica.

Por este motivo, ao avaliar a rugosidade da superfície tratada, calculamos a rugosidade final desta área, subtraindo a rugosidade observada no centro do espécime da rugosidade observada na área de referência. O teste de ANOVA de um fator, demonstrou que existe diferença de rugosidade entre os grupos experimentais (p=0,00) (Tabela 5.2).

Tabela 5.2 – Média e desvio padrão dos grupos na análise da rugosidade da área tratada (Sa, µm)

Grupos Experimentais	**N**	**Média**	**Desvio Padrão**	**Coeficiente de variação %**	**Mínimo**	**Máximo**
G1 (50µs)	9	1,32 [B]	±0,15	11,3	1,10	1,60
G2 (100µs)	9	1,46 [B]	±0,12	17,5	1,30	1,70
G3 (300µs)	9	1,83 [A]	±0,18	9,83	1,61	2,11
G4 (600µs)	9	0,60 [C]	±0,03	5,00	0,55	0,66
G5 (1000µs)	9	0,00 [E]	±0,00	0,00	0,00	0,00
G6 (Abrasão)	9	0,39 [D]	±0,06	15,3	0,21	0,91
G7 (Controle)	9	0,23 [D]	±0,01	4,34	0,21	0,26

*Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

Os maiores valores de rugosidade da área tratada foram observados no grupo G3, enquanto que menores valores foram os do grupo G5. Para esta análise a expressão G3>(G2=G1)>G4>(G6=G7)>G5 é válida.

O Gráfico 5.1 ilustra a diferença entre os grupos. A maior rugosidade da Y-TZP foi observada quando esta foi irradiada com laser de Er:YAG, com 300µs de largura de pulso, seguida pelas larguras de pulso de 100 e 50µs, respectivamente. Já o grupo G4, no qual o laser foi utilizado com 600 µs de largura de pulso, a rugosidade foi ainda menor comparativamente. Na sequência, observou-se que a abrasão triboquímica gera uma rugosidade muito pequena, semelhante à do controle não tratado (G7). Contudo, um padrão ainda menos rugoso foi observado nos espécimes irradiados com largura de pulso de 1000 µs. Neste último parâmetro, a Y-TZP apresentou grande diminuição da rugosidade.

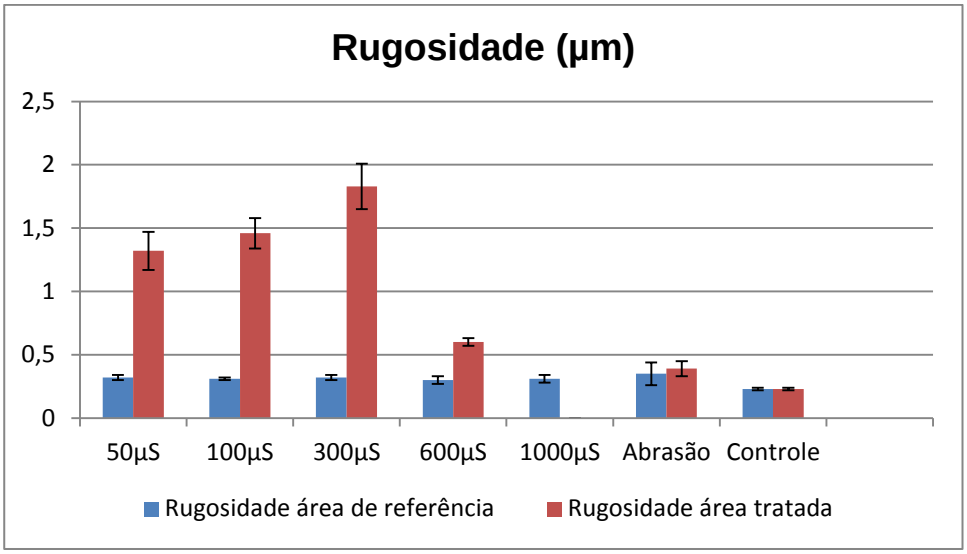


Gráfico 5.1 - Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da rugosidade da área de referência e da área tratada

Neste trabalho foi também analisada a altura do degrau formado após o tratamento de superfície da Y-TZP. A Tabela 5.3 indica as medidas resumo da altura do degrau formado nos diferentes grupos experimentais, com diferença estatisticamente significante (p=0,00).

Tabela 5.3 - Média e desvio padrão dos grupos na análise da altura do degrau (µm)

Grupos Experimentais	**N**	**Média**	**Desvio Padrão**	**Coeficiente de variação %**	**Mínimo**	**Máximo**
G1 (50µs)	9	2,68 [A]	±0,42	15,6	2,06	3,24
G2 (100µs)	9	2,69 [A]	±0,75	27,8	1,76	3,70
G3 (300µs)	9	2,75 [A]	±0,46	16,7	2,28	3,68
G4 (600µs)	9	1,50 [B]	±0,25	16,6	1,06	1,97
G5 (1000µs)	9	0,51 [C]	±0,11	21,5	0,35	0,68
G6 (Abrasão)	9	1,20 [B]	±0,24	20,0	0,83	1,64
G7 (Controle)	9	0,00 [C]	±0,00	0,00	0,00	0,00

*Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

Analisando as comparações entre os grupos, observamos como válida a expressão (G3=G2=G1)>(G4=G6)>G5=G7 (Gráfico 5.2). O degrau mais alto foi

formado quando a Y-TZP foi irradiada com 300(G3), 100(G2) e 50(G1) µs, seguido do 600 (G4) µs e abrasão triboquímica (G6), iguais entre si. O menor degrau foi formado quando a Y-TZP foi tratada com 1000 µs (G5), indicando um desgaste mínimo quando este parâmetro foi utilizado, lembrando não ter sido observada rugosidade adequada da peça quando irradiada com este parâmetro.

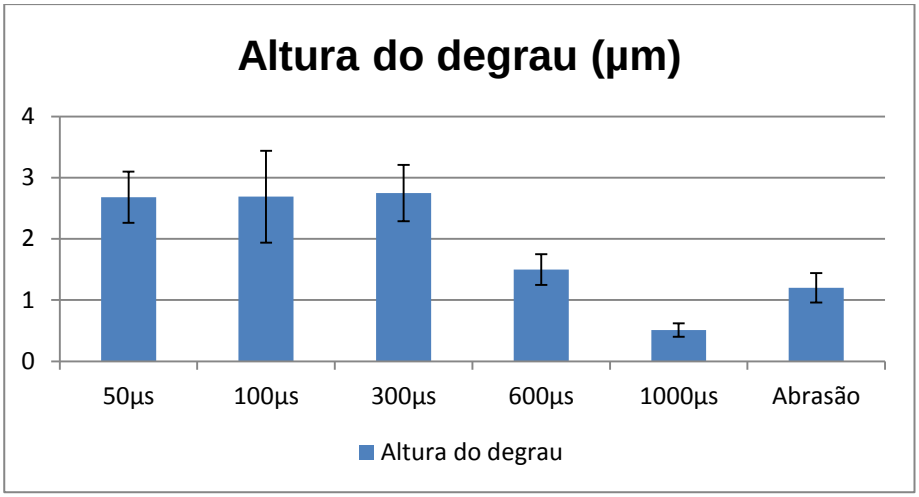


Gráfico 5.2 - Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da altura do degrau

A perda de volume foi analisada com o objetivo de identificar qual dos tratamentos de superfície propostos resultavam em menor perda de volume da área tratada. A Tabela 5.4 demonstra haver diferença estatisticamente significante no que se refere a perda de volume (p=0,00), quando os grupos foram comparados entre si.

Tabela 5.4 – Média e desvio padrão dos grupos na análise da perda de volume (µm)

Grupos experimentais	**N**	**Media**	**Desvio Padrão**	**Coeficiente de variação %**	**Mínimo**	**Máximo**
G1 (50µs)	9	119,8 [B]	±19,6	16,3	82,0	145,2
G2 (100µs)	9	126,2 [B]	±44,3	35,1	78,8	205,6
G3 (300µs)	9	169,3 [A]	±39,2	23,1	93,9	216,1
G4 (600µs)	9	76,2 [C]	±12,5	16,4	54,0	92,4
G5 (1000µs)	9	0,5 [D]	±0,4	80,0	0,2	1,6
G6 (Abrasão)	9	27,0 [D]	±20,4	75,5	2,6	61,3
G7 (Controle)	9	0,00 [D]	±0,00	0,00	0,00	0,00

*Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

Para a comparação entre os grupos, a expressão G3>(G2=G1)>G4>(G6=G5=G7) é válida. A maior perda de volume foi observada quando a Y-TZP foi irradiada com o parâmetro de 300µs (G3) de largura de pulso, seguido dos semelhantes entre si, 100 (G2) e 50 µs (G1). A largura de pulso de 600 µs (G4) forneceu perda de volume intermediária, enquanto que a largura de pulso de 1000 µs (G5) e a abrasão triboquímica (G6) resultaram em menor perda de volume do espécime (Gráfico 5.3).

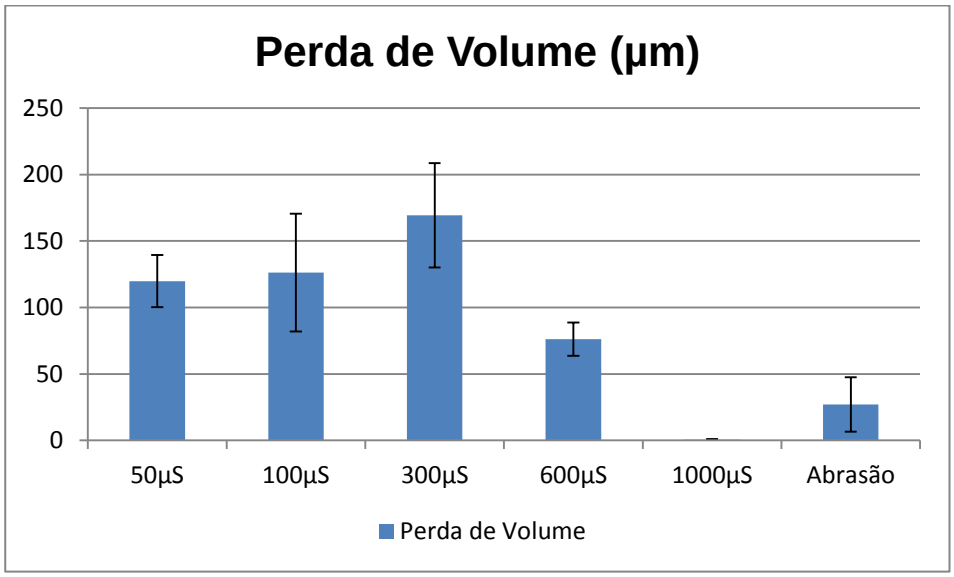


Gráfico 5.3 - Comparações múltiplas entre os grupos experimentais, na avaliação da perda de volume

5.2 Análise Morfológica em Microscopia Confocal a Laser 3D

As fotomicrografias foram obtidas com aumento de 216 vezes, numa área de 200µm x 200µm, sendo que as mais representativas de cada grupo experimental estão apresentadas na Figura 5.1 e 5.2. A irradiação da superfície da Y-TZP com o laser de Er:YAG utilizando diferentes larguras de pulso promoveu uma efetiva ablação para quase todos os grupos testados, com exceção do G5 (1000µs) no qual não observa-se nenhuma alteração na superfície da zircônia (Figura 5.2 C e D).

A análise morfológica dos grupos experimentais revela um padrão característico de ablação com uma superfície com muitas irregularidades nos grupos

G1(50µs), G2(100µs), G3(300µs) e G4(600µs), sendo que neste último a superfície apresenta-se com menos irregularidades. Já no G5(1000µs) a topografia apresenta-se totalmente plana, com característica muito semelhante à do grupo controle – G7 (sem tratamento). Quanto maior a largura de pulso, até o limite de 600µs, é possível observar irregularidades semelhantes a uma sucessão de ondas, de dimensão crescente. Ou seja, quanto maior a largura de pulso, maior dimensão de cada uma das ondas, devido ao maior tempo de largura temporal do pulso de maior tamanho, ampliando o tempo de contato entre a energia e a zircônia. No G6 (abrasão triboquímica) é possível observar uma topografia mais homogênea, com poucas irregularidades, por toda a superfície cerâmica.

Com relação à perda de volume, as fotomicrografias mostram que nos grupos G1, G2 e G3 houve uma maior perda de estrutura por ablação do que nos grupos G4, G5, G6 e G7.

As fotomicrografias não apresentam sinais de alterações como trincas ou carbonização em todos os grupos experimentais.

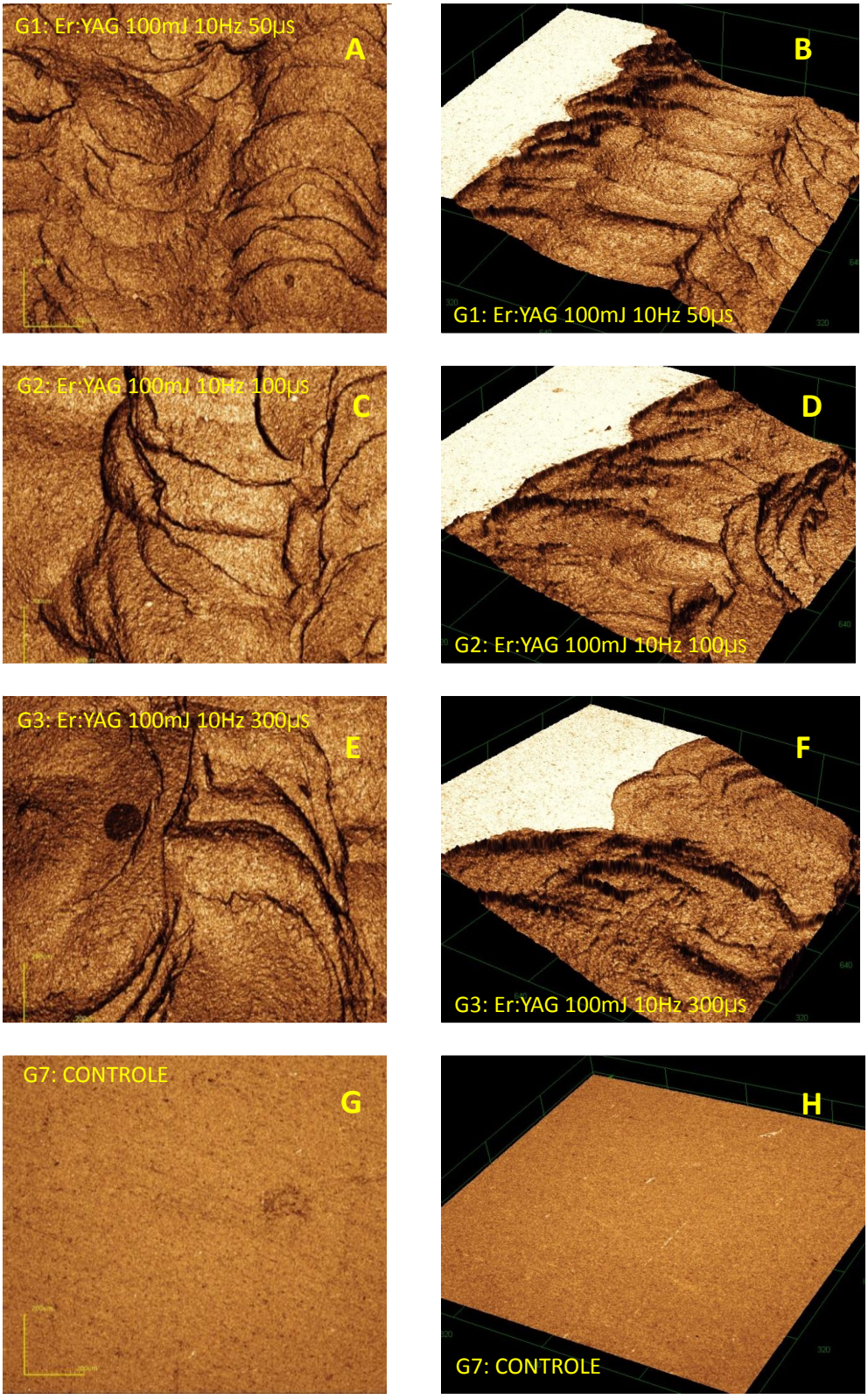


Figura 5.1- Fotomicrografias com aumento de 216x da superfície da Y-TZP irradiada com o laser de Er:YAG. Observa-se uma morfologia característica de ablação, microrretentiva, rugosa e com irregularidades. (A, C, E, G – Imagem 2D – rugosidade; B, D, F, H- Imagem 3D – perda de volume com área de referência)

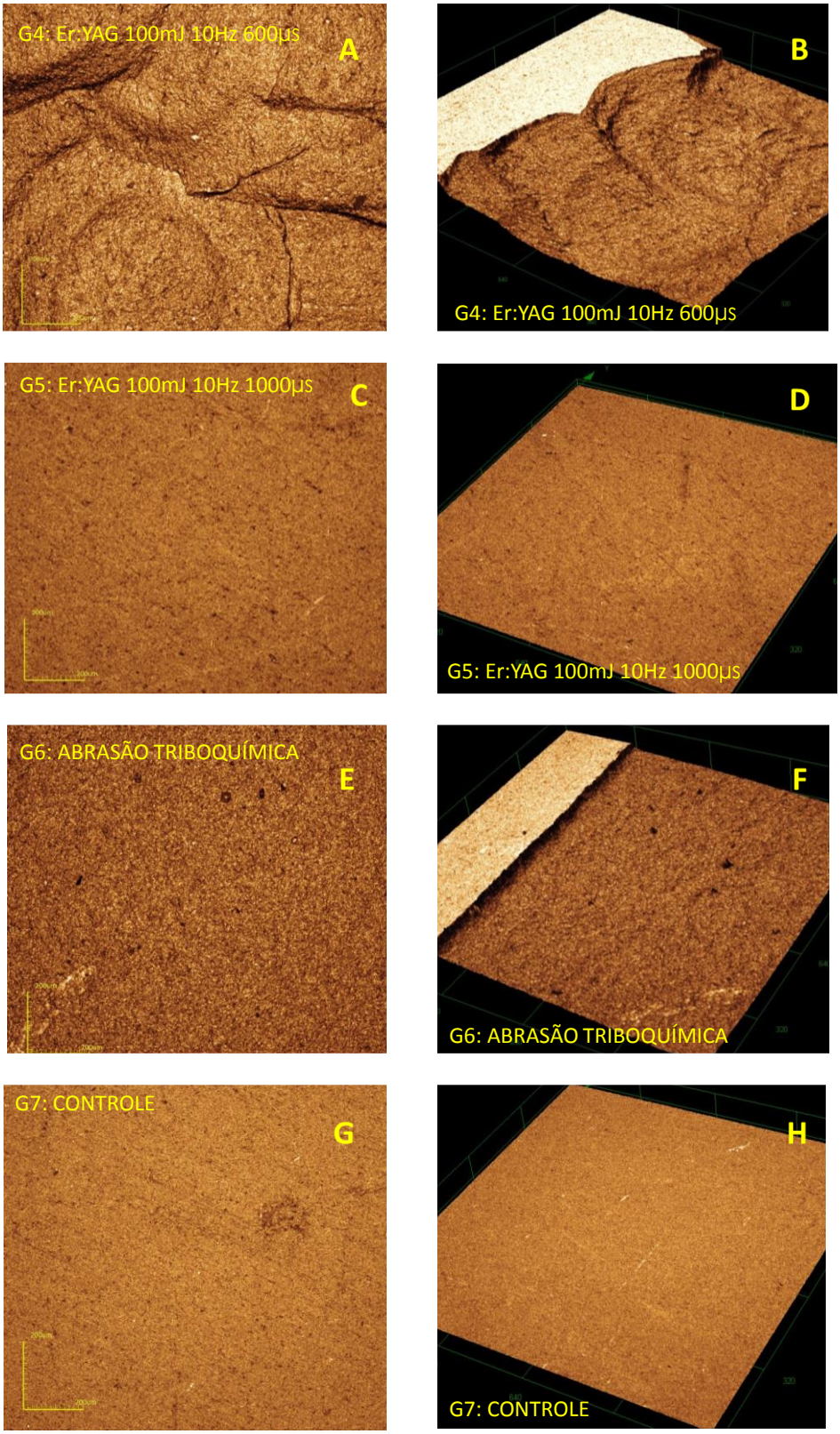


Figura 5.2- Fotomicrografias com aumento de 216x da superfície da Y-TZP irradiada com o laser de Er:YAG e abrasão trioboquimica. (A, C, E, G – Imagem 2D – rugosidade; B, D, F, H- Imagem 3D – perda de volume com área de referência). A e B – G4: Observa-se uma morfologia característica de ablação, microrretentiva e rugosa. C e D – G5: Não observa-se nenhuma alteração superficial. E e F – G6: Abrasão triboquimica – Observa-se uma morfologia ligeiramente mais rugosa

6 DISCUSSÃO

O insucesso de restaurações indiretas se expressa quando ocorre fratura, perda de retenção ou infiltração, com consequente aparecimento de cárie secundária. Com vistas a ampliar a interação entre as peças protéticas de zircônia e os preparos cavitários, sugere-se a realização de tratamento de superfície. O tratamento ideal deve gerar uma superfície rugosa, que favoreça sua interação com agente cimentante, sem causar perda de volume e sem formação de degrau na peça protética, de forma a não comprometer a sua adaptação, além de não gerar transformação de fase da zircônia.

Diversos métodos vêm sendo utilizados para avaliar os efeitos dos tratamentos de superfície da zircônia. O microscópio confocal a laser 3D (MCL), que não requer nenhum tipo de preparo prévio, tem a capacidade de capturar imagens em 3D da superfície, permitindo avaliar a topografia e a morfologia (Moon et al., 2011), a rugosidade (Stubinger et al., 2008; Cavalcanti et al., 2009b; Traini et al., 2014; Passos et al., 2015; Smielak; Klimek., 2015), bem como possibilitando a mensuração da perda de volume e altura do degrau formado. Este é o primeiro trabalho que empregou o MCL para analisar os efeitos de tratamentos de superfície realizados em zircônia.

O laser de alta potência é um método alternativo importante para tratamento de superfície de cerâmicas policristalinas. A literatura revelou uma grande variedade de tipos de lasers e parâmetros testados para tratamento de superfície (Cavalcanti et al., 2009b; Akyil et al., 2010; Akin et al., 2011; Usumez et al., 2013; Arami et al., 2014; Turp et al., 2014; Miranda et al., 2015). Esses trabalhos mostraram resultados controversos quanto à sua efetividade, sendo que alguns deles relataram que a irradiação foi favorável (Akin et al., 2011; Akin et al., 2012; Kasraei et al., 2014; Turp et al., 2014), desfavorável (Cavalcanti et al., 2009b; Noda et al., 2010; Foxton et al., 2011), ou ainda, não influenciam (Demir et al., 2012; Arami et al., 2014) nos resultados de resistência de união. Creditamos esta controvérsia à diversidade de parâmetros e de metodologias utilizadas, além do fato da maioria dos estudos de laser (Cavalcanti et al., 2009b; Akin et al., 2012; Demir et al., 2012; Liu et al., 2012; Subasi; Inan., 2012; Arami et al., 2014; Erdem et al., 2014) realizar o tratamento de superfície após a sinterização final e utilizar os equipamentos que não possuem

regulagem da largura temporal de pulso, sendo esta regulagem um dos os principais diferenciais deste trabalho.

O Laser de Er:YAG tem sido preconizado para tratamento de superfície de zircônia (Cavalcanti et al., 2009b; Akin et al., 2012; Demir et al., 2012; Liu et al., 2012; Subasi; Inan, 2012; Arami et al., 2014; Erdem et al., 2014), pois a irradiação é capaz de alterar suas características morfológicas, aumentando a área de superfície de contato e melhorando a resistência de união da zircônia com o agente cimentante (Della Bona et al., 2004; Osorio et al., 2010), na dependência do parâmetro utilizado.

Para a determinação dos parâmetros a serem utilizados neste estudo, foi feito um teste piloto. Os parâmetros de DE testados foram 31,74 J/cm², 47,61 J/cm² e 63,49 J/cm², com largura temporal de pulso de 50,100, 300, 600 e 1000 µs. Quando testados na zircônia sinterizada, os dois últimos geraram trincas e carbonização, sendo, portanto, excluídos. Já o parâmetro de 31,74 J/cm² se mostrou viável de ser usado por não terem sido observadas alterações na morfologia da zircônia sinterizada. Assim, passamos a testar a utilização desta mesma DE em zircônia pré-sinterizada, que foi imediatamente descartada em todas as durações de pulso, pois foi observada grande perda de estrutura, visível a olho nu.

Retornamos à literatura a fim de identificar trabalhos que utilizassem menores densidades de energia. Alguns autores (Cavalcanti et al., 2009b; Demir et al., 2012; Turp et al., 2014) indicavam a utilização de DE entre 15,05 e 25,48 J/cm², que resultavam em aumento de rugosidade, sem destruir a peça já sinterizada de zircônia. Assim, testamos este parâmetro em zircônia pré-sinterizada. Somente Kirmali et al. (2014) utilizaram o laser de Er:YAG com DE de 119,42 J/cm², em Y-TZP pré-sinterizada, utilizando um equipamento diferente daquele usado no presente estudo. Dada a nossa experiência anterior com o teste piloto, optamos por não utilizar a DE preconizada por este autor. Desta forma, baseados nos testes piloto e na literatura analisada, optamos por utilizar a DE de 15,47 J/cm² em todos os grupos experimentais deste trabalho.

Todo este cuidado com a escolha dos parâmetros está embasado na literatura que demonstra que o uso de lasers pode causar carbonização (Cavalcanti et al., 2009b), trincas e transformação de fase T-M (Noda et al., 2010; Usumez et al., 2013), sendo todas estas alterações consideradas desfavoráveis.

O equipamento utilizado neste trabalho permite uma regulagem da largura temporal de pulso que está diretamente relacionada com a capacidade de ablação

(Turp et al., 2014). Pulsos mais curtos, como os “super short pulse” (50 µs), alcançam uma energia mais rápido, diminuindo o tempo efetivo de irradiação, consequentemente menos calor é gerado (Majaron et al., 1996; Staninec et al.; 2006), reduzindo, portanto, a possibilidade de carbonização e formação de trincas.

Neste trabalho, a análise da rugosidade superficial da Y-TZP demonstrou que utilizando-se as larguras temporais de pulso de 50, 100, 300 e 600 µs, a irradiação com o Laser de Er:YAG gerou uma superfície com rugosidade aumentada, quando comparada com as dos grupos controle negativo (sem tratamento) e positivo (abrasão triboquímica). Contudo, no grupo irradiado com 1000 µs de duração de pulso, a Y-TZP parece ter passado por algum tipo de polimento, com superfície sem nenhuma rugosidade.

Os resultados de Turp et al. (2014) concordam neste aspecto com os nossos resultados, pois relataram que quando utilizaram o laser de Er:YAG com regulagem de largura temporal de pulso de 50, 100 e 300 µs, observaram superfície de zircônia mais rugosa, quando comparado aos grupos controle negativo (sem tratamento) e positivo (jateamento). Contudo, nossos resultados divergem na medida em que Turp et al. (2014) encontraram uma diminuição da rugosidade quando pulsos mais longos de 600 µs foram utilizados, enquanto nós encontramos este resultado apenas para a regulagem de 1000 µs.

Tal fato pode estar relacionado com a alta transmissão da energia do laser de Er:YAG através da cerâmica, na dependência da espessura do espécime (Pich et al., 2015). Sari et al. (2014) concluíram que a relação de transmissão, mesmo para o material do núcleo denso, foi de 62% em espécimes de 0,5 milímetro e 47% em 1 milímetro de espessura. Portanto, a absorção da energia de laser de Er:YAG laser no material de dióxido de zircônio, o que é necessária para a modificação da superfície do material, é bastante baixa, pois diante de espécimes mais finos, a energia é transmitida, e não absorvida. No presente estudo, todas as amostras tinham dimensões padronizadas com aproximadamente 5 mm de espessura, enquanto que no trabalho de Turp et al. (2014) os espécimes tinham 1,2 mm de espessura. Assim, por termos espécimes mais espessos, somente o pulso mais longo de 1000 µs foi totalmente transmitido através da zircônia. Como Turp et al. (2014) tinham espécimes aproximadamente cinco vezes mais finos que os nossos, uma largura temporal de pulso menor 600 µs foi suficiente para que a energia fosse totalmente transmitida através do espécime. Outra hipótese (Turp et al., 2014) para

a diminuição da rugosidade pode ser o resultado do derretimento e resfriamento excessivos da superfície do material, resultando em uma superfície com topografia lisa.

Analisando a morfologia da rugosidade observada nos diferentes grupos experimentais das imagens obtidas em MCL, observou-se que a largura temporal de pulso de 50, 100 e 300 µs causaram alterações morfológicas com um padrão muito semelhante entre si, com muitas irregularidades. Na largura temporal de pulso de 600 µs essas irregularidades são menos evidentes, mas ainda assim apresentam padrão sugestivo de microrretenção. Enquanto na largura temporal de pulso de 1000 µs, a superfície apresenta-se totalmente plana, semelhante à do grupo controle negativo (sem tratamento). Em todos os grupos experimentais não foram observadas trincas ou carbonização.

Embora os estudos comprovem um aumento da rugosidade da zircônia com a utilização dos lasers, nenhum trabalho avaliou o quanto de estrutura é perdido após a ablação do material, principalmente no estado pré-sinterizado no qual a zircônia se encontra com menor dureza.

Uma adequada adaptação da peça protética é um fator determinante para um bom prognóstico do tratamento restaurador, pois dessa forma, pode-se evitar a instalação de cárie secundária e também a perda de retenção da peça (Borba et al., 2011b). Estudos (Borba et al., 2011b; Martins et al., 2012) demonstraram haver naturalmente um gap formado entre o *coping* de zircônia e o remanescente dental preparado, sendo maior a desadaptação observada na região oclusal do preparo, do que na região axial. Além disso, (Martins et al., 2012) observaram haver maior desadaptação em coroa totalmente cerâmica confeccionada com Y-TZP do que em coroa metalocerâmica. Portanto, o tratamento de superfície não pode acarretar grande perda de estrutura, tendo em vista que a peça protética confeccionada com a Y-TZP já possui uma desadaptação interna inerente ao material.

Com relação à perda de volume e altura do degrau formado no material após os tratamentos de superfície, foi observada maior perda quando a Y-TZP foi irradiada com o parâmetro de 300 µs de largura temporal de pulso, seguido dos parâmetros de 100 e 50 µs. A altura do degrau foi estatisticamente igual para os três parâmetros. Sendo assim, embora produzam um aumento na rugosidade do material, geram grande perda de estrutura, o que pode levar a uma maior

desadaptação da peça protética, não sendo indicadas para o tratamento de superfície prévio à cimentação.

Os melhores resultados, portanto, foram observados com a largura temporal de pulso de 600 µs, que forneceu perda de volume intermediária e altura do degrau semelhante ao da abrasão triboquímica (controle positivo), podendo ser considerado um parâmetro adequado para tratamento de superfície da Y-TZP pré-sinterizada, pois conseguiu melhorar a rugosidade sem perder estrutura de material, comprovada pelas imagens de MCL.

A abrasão triboquímica resultou em menor perda de volume do espécime, com exceção da largura de pulso de 1000 µs que teve pequena perda de volume, entretanto esse mesmo parâmetro não alterou a rugosidade da zircônia. É possível que durante o aquecimento e resfriamento do material, possa ocorrer pequena perda de volume.

Até o momento, o tratamento de superfície considerado padrão ouro para a superfície de cerâmicas policristalinas é a abrasão triboquímica (Cojet ou Rocatec) (Kern; Wegner, 1998; Akyil et al., 2010; Ozcan et al., 2011; Turp et al., 2013). Ressalta-se que este tratamento pode ser feito com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica de diferentes tamanhos 30 ou 110 µm (Sciasci et al., 2015). Entretanto, alguns autores (Hallmann et al., 2012; Turp et al., 2013) observaram que quanto maior o tamanho das partículas abrasivas, maior é a porcentagem de transformação de fase, ressaltando a importância de escolher o tamanho de partícula mais indicado. Este tipo de tratamento foi utilizado neste trabalho para compor o grupo controle positivo.

A maioria dos trabalhos na literatura realiza tratamentos de superfície após a sinterização final (Demir et al., 2012; Liu et al., 2012; Subasi; Inan., 2012; Arami et al., 2014; Erdem et al., 2014; Turp et al., 2013; Sciasci et al., 2015). Entretanto, o impacto das partículas causa transformação de fase dos cristais o que gera uma tensão residual sobre a superfície, o que pode iniciar um conjunto de microtrincas. Caso a resistência intrínseca do material seja superada, a peça pode fraturar (Kosmac et al., 1999; Chang et al., 2009).

A zircônia em seu estado pré-sinterizado encontra-se em fase tetragonal, e ao ser jateada os cristais da superfície transformam-se para o estado monoclínico. A transformação reversa M $\rightarrow$ T pode ocorrer quando é realizada a sinterização final (Moon et al., 2011; Monaco et al., 2013). Ressalta-se que no estado pré-sinterizado

a Y-TZP apresenta menor densidade (Monaco et al., 2013), favorecendo uma maior interação do laser com a superfície cerâmica e podendo evitar também a carbonização (Silva et al., 2011). Subasi et al. (2014) realizaram tratamento térmico adicional em forno cerâmico após o jateamento, simulando a queima do glaze recomendada pelo fabricante, e ainda assim foi encontrado conteúdo monoclínico na superfície da Y-TZP, indicando que a queima adicional não foi eficiente em reverter a transformação de fase ocorrida, causada pelo jateamento. Assim, acreditamos que realizar o tratamento de superfície na fase pré-sinterizada da zircônia seja mais indicado.

Identificamos ainda estudos que testaram o laser de Er;Cr:YSGG em Y-TZP antes da sinterização final que encontraram valores de rugosidade adequados (Silva, 2011; Kirmali et al., 2015) ou valores semelhantes de RU para a Y-TZP pré-sinterizada e sinterizada (Ghasemi et al., 2014). Lasers de Er:YAG e de Nd:YAG também tem sido testados na fase pré-sinterizada da zircônia (Kirmali et al., 2014) observando valores elevados de rugosidade quando a irradiação com um laser de Er:YAG foi feita após o jateamento com Al_3O_2. Estes estudos corroboram a validade da realização do tratamento de superfície na fase pré-sinterizada da zircônia.

Do exposto, os resultados obtidos neste estudo nos permitem sugerir que a regulagem da largura temporal de pulso possui efeito sobre as características da Y-TZP pré-sinterizada. Sugere-se que a largura temporal de 600 µs, com DE de 15,87J/cm2 seja a mais indicada como alternativa para tratamento de superfície, objetivando um tratamento que promova micro-retenções superficiais, com pouca perda de volume de material.

Sendo assim, com base nos resultados obtidos no presente estudo, novas pesquisas são necessárias a fim de esclarecer os efeitos do laser na resistência mecânica da cerâmica Y-TZP antes da sua sinterização final, além de estudos que avaliem a resistência adesiva entre zircônia e agente cimentante ao longo do tempo.

7 CONCLUSÕES

Dentro dos limites do presente estudo, pode-se concluir que a variação da largura temporal de pulso interferiu na rugosidade, perda de volume e formação de degrau da Y-TZP pré-sinterizada:

1. A largura temporal de pulso de 600μs pode ser considerada como tratamento de superfície válido, pois foi capaz de alterar a superfície, aumentando sua rugosidade, sem grande perda de volume e com pequeno degrau formado, sendo de alguma maneira semelhante ao resultado obtido com abrasão triboquímica.
2. A irradiação com o laser de Er:YAG, com largura temporal de pulso de 50, 100, 300μs não está indicada para tratamento de superfície, pois promove valores de rugosidade aumentados, com maiorres perda de volume e formação de degrau quando comparados à abrasão triboquímica e grupo sem tratamento.
3. A superfície da zircônia irradiada com 1000μs não parece ter sido afetada de nenhuma forma, estando este parâmetro descartado como possibilidade para tratamento de superfície.

REFERÊNCIAS[1]

Abi-Rached FO, Martins SB, Campos JA, Fonseca RG. Evaluation of roughness, wettability, and morphology of an yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic after different airborne-particle abrasion protocols. J Prosthet Dent. 2014 Dec;112 (6):85-91. doi:10.1016/j.prosdent.2014.07.005.

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. J Prosthet Dent. 2007 Nov;98(5):379- 88.

Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Dent Mater. 2005 Oct;21(10):984-91.

Akın H, Ozkurt Z, Kırmalı O, Kazazoglu E, Ozdemir AK. Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. Photomed Laser Surg. 2011 Dec;29(12):797-802. doi:10.1089/pho.2011.3039

Akin H, Tugut F, Akin GE, Guney U, Mutaf B. Effect of Er:YAG laser application on the shear bond strength and microleakage between resin cements and Y-TZP ceramics. Lasers Med Sci. 2012 Mar;27(2):333–8. doi:10.1007/s10103-011-0883-4.

Akyıl MS, Uzun IH, Bayındır F. Bond Strength of Resin Cement to Yttrium-Stabilized Tetragonal Zirconia Ceramic Treated with Air Abrasion, Silica Coating, and Laser Irradiation. Photomed Laser Surg. 2010 Dec;28(6):801-8. doi:10.1089/pho.2009.2697.

Amaral R, Rippe M, Oliveira BG, Cesar PF, Botino MA, Valandro LF. Evaluation of Tensile Retention of YTZP Crowns After Long-term Aging: Effect of the Core Substrate and Crown Surface Conditioning. Operat Dent. 2014 nov-Dec;39(6):619-26.

Anusavise KJ. Phillips materiais dentários. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

[1] De acordo com o Estilo Vancouver.

Arami S, Tabatabae MH, Namdar SF. Chiniforush N. Effects of different lasers and particle abrasion on surface characteristics of zirconia ceramics. J Dent Tehran. 2014 Mar;11(2):233-41.

Bahrami B, Askari N, Tielemans N, Heysselaer D, Lamard L, Peremans A, Nyssen-Behets C, Nannour S. Effect of low fluency dentin conditioning on tensile bond strength of composite bonded to Er:YAG laser-prepared dentin: a preliminary study. Lasers Med Sci. 2011 Mar;26(2):187-91. doi:10.1007/s10103-010-0767z.

Belo YD, Sonza QN, Borba M, Bona AD. Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria: comportamento mecânico, adesão e longevidade clínica. Cerâmica. 2013;59:633-9.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. . J Prosthet Dent. 2003 Mar;89(3):268-74.

Borba M, Cesar PF, Griggs JA, Bona AD. Adaptation of all-ceramic fixed partial dentures. Dent Mater. 2011b;27:1119-26.

Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent. 2003 May;89(5):479-88.

Carden RA. A changing direction in dentistry: full-contour zirconia. J Dent Technol. 2011Feb;14-6.

Castro HL, Corazza PH, Paes-Junior TA, Bona AD. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. Dent Mater. 2012 Nov;28(11):1191-7. doi:10.1016/j.dental.2012.09.2003.

Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. J Dent. 2009 Nov;37(11):891-7. doi:10.1016/j.dent.2009.06.013.

Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. Acta Biomater. 2011 Feb;7(2):858-65. doi: 10.1016/j.actbio.2010.09.020.

Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: Key concepts for clinical application. Oper Dent. 2009ª May-Jun;34(3):344-51. doi:10.2341/08-79.

Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. Photomed Laser Surg. 2009b Jun;27(3):473-9. doi:10.1089/pho.2008.2293.

Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. Oper Dent. 2009c may-Jun;34(3):280-7. doi:10.2341/08-80.

Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. J Prosthet Dent. 2008 Sep;100(3):194-202. doi:10.2341/07-141.

Chang JH, Hsuan CL, Wei HT. Effect of abrasive grinding on the strength of Y-TZP. Eur Ceramic Soc. 2009 Sep;29(12):2665–9. doi:10.16/j.purceramcor.2009.02.011.

Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. J Biomed Mater Res. 1989 Jan;23(1):45–61.

Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: Science and instruments. Dent Clin N Am. 2004 Oct;48(4):751–70.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review.Prosthet Dent. 2007 Nov;98(5):389-404.

Da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. J Prosthet Dent. 2014 Sep;112(3):568-75. doi:10.1016/j.prosdent.2013.12.003.

Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. Dent Mater. 2004 May;20(4):338–44.

Demir N, Subaşı MG, Ozturk N. Surface roughness and morphologic changes of zirconia following different surface treatments. Photomed Laser Surg. 2012 Jun;30(6):339-45. doi:10.1089/pho.2011.3213.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):299-307.

Derand T, Molin M, Kvam K. Bond stregnth of composite luting cement to zircônia ceramic surfaces. Dent Mater. 2005 Dec;21(12):1158-62.

Druck CC, Pozzobon JL, Callegari GL, Dorneles LS, Valandro LF. Adhesion to Y-TZP ceramic: Study of silica nanofilm coating on the surface of Y-TZP. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2015 Jan;103(1):143-50. doi:10.1002/jbm.b.33184.

Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LVJ. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. J Mech Behav Biomed Mater. 2014 Sep;37:78–87. doi:10.1016.j.jmbbm.2014.05.013.

Erdem A, Akar GC, Kose T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. Oper Dent. 2014 May;39(3):E118-27. doi:10.2341/12-420-L.

Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. Prosthodont. 2011 Feb;20(2):84–92. doi:10.1111/j.1532-849X.2010.00678.x.

Ghasemi A, Kermanshah H, Ghavam M, Nateghifard A, Torabzadeh H, Nateghifard A, Zolfagharnasab K, Ahmadi H. Effect of Er,Cr:YSGG laser treatment on microshear bond strength of zirconia to resin cement before and after sintering. J Adhes Dent. 2014 Aug;16(4):377-82. doi:10.3290/j.jad.a32444.

Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. Cerâmica. 2008;54(331):329-5.

Gupta S, Kumar S. Lasers in dentistry: An overview. Trends Biomater. 2011;25(3):119-23.

Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hammerle CHF. Surface characterization of dental Y-TZP ceramic after air abrasion treatment.J Dent. 2012 Sep;40(9):723-35. doi:10.1016/j.jdent.2012.05.003.

Kasraei S, Rezaei-Soufi L, Heidari B, Vafaee F. Bond strength of resin cement to CO2 and Er:YAG laser- treated zirconia ceramic. Restor Dent Endod. 2014 Nov;39(4):296-302. doi:10.5395/rde.2014.39.4.296.

Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. Aust Dent. 2011 Jun;56(1):84–96. doi:10.1111/j.1834-7819.2010.01299.x.

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):289-98.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater. 1998 Jan;14(1):64-71.

Kim JW, Covel NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. J Dent Res. 2010 Jan;89(1):91–5. doi:10.1177/0022034509354193.

Kirmali O, Akin H, Kapdan A. Evaluation of the surface roughness of zirconia ceramics after different surface treatments. Acta Odontol Scand. 2014 Aug;72(6):432-9. doi:10.3109/00016357.2013.853320.

Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A. Surface roughness and morphologic changes of zirconia: Effect of different surface treatment. Nigeri Clini Pract. 2015 Jan-Feb;18(1):124-9. doi:10.4103/1119-3077.146994.

Kitayama S, Nikaido T, Mauroka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, Foxton RM, Miura H, Tagami J. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zircônia ceramics. Dent Mater. 2009 Jul;28(4):446-53.

Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO2-Y2O3 solid electrolyte after aging. Solid State Ionics 1981 Aug;3/4:489–93. doi:10.1016/0167-2738(81)90138-7.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. Dent Mater. 1999 Nov;15(6):426–33.

Liu Q, Shao L, Hu C, Deng B, Yi Y, Wen N. Mechanical properties of Y-TZP ceramic after different surface treatments. Key Eng Mater [cited 2014 Mar 11]. 2012;492:71-4. Available from: www.scientific.net/2014/kem.492.71.

Maeda FA. Avaliação da influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união ao cisalhamento entre zircônia Y-TZP e cimento resinoso. [Tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo; Faculdade de Odontologia; 2012.

Majaron B, Lukac M, Sustercic D, Funduk N, Skaleric U. Threshold and efficiency analysis in Er:YAG ablation of hard dental tissue. Proc SPIE 2922. 1996:233–42.

Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. J Dent. 2007 Nov;35(11):818-26.

Marchack BW, Sato S, Marchack CB, White SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. J Prosthet Dent. 2011 Sep;106(3):145-52. doi:10.1016/50022-3913(11(60112-1.

Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento Biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. Cerâmica. 2010;56(338):148-55.

Martins LM, Lorenzoni FC, Melo AO, Silva LM, Oliveira JLG, Oliveira PCG, Bonfante G. Internal fit of two all-ceramic systems na metalceramic crowns. J Appl Oral Sci. 2012 Mar-Apr;20(2):235-40.

Miranda PV, Rodrigues JA, Blay A, Shibli JA, Cassoni A. Surface alterations of zirconia and titanium substrates after Er,Cr:YSGG irradiation. Lasers Med Sci. 2015 Jan;30(1):43–8. doi:10.1007/s10103-013-1516-x.

Miyazaki T, Matsumura TNH, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration.Prosthodont. 2013 Oct;57(4):236-261. doi:10.1016/j.jpor.2013.09.001.

Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. J Prosthet Dent. 2011 Feb;20(2):97-100. doi:10.1111/j.1532-849x.2010.00677.x.

Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. J Dent. 2013 Feb;41(2):121-6. doi:10.1016/j.jdent.2012.06.009.

Moon J-E, Kim S-H, Lee J-B, Ha S-R, Choi Y-S. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. Dent Mater. 2011 Jul;27(7):651-7. doi:10.1016/j.dental.2011.03.005.

Moradabadi A, Roudsari SES, Yekta BE, Rahbar N. Effects of surface treatment on bond strength between dental resin agent and zirconia ceramic. Mater Sci Eng C Mater Biol Appl. 2014 Jan;34:311–7. doi:10.1016/j.msec.2013.09.015.

Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S. Surface damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. Dent Mater J. 2010 Oct;29(5):536–41.

Osorio E, Toledano M, da Silveira BL, Osorio R. Effect of diferente surface treatments on In-Ceram Alumina roughness. An AFM study. J Dent. 2010 Feb;38(2):118-22. doi:10.1016/j.dent.2009.09.010.

Ozcan M, Cura C, Valandro LF. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. Odontology. 2011 Jan;99(1):62–7. doi:10.1007/s1007/s10266-010-0144-1.

Passos SP, Linke B, Major PW, Nychka JA. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. Dent Mater. 2015 Sep;31(9):1011-21. doi:10.1016/j.dental.2015.05.008.

Pereira GKR, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ,Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. J

Mech Behav Biomed Mater. 2015 May;45:183–92. doi:10.1016/j.jmbbm.2014.12.009.

Pereira GKR, Amaral M, Simoneti R, Rocha GC, Cesar PF, Valandro LF. Effect of grinding with diamond-disc and-bur on the mechanical behavior of a Y-TZP ceramic. J Mech Behav Biomed Mater. 2014 Sep;37:133-40. doi:10.1016/j.jmbbm.2014.05.010

Pich O, Franzen R, Gutknecht N, Wolfart S. Laser treatment of dental ceramic/cement layers: transmitted energy, temperature effects and surface characterization. Lasers Med Sci. 2015 Feb;30(2):591-7. doi:10.1007/s10103-013-1340-3.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials. 1999 Feb;20(1):1-25.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and Technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2004 Dec;92(6):557-62.

Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supportedfixed dental prostheses (FDPs)? A systematicreview of the survival and complication rates.Part I: Single crowns (SCs). Dent Mater. 2015 Jun;31(6):603–23. doi:10.1016/j.dental.2015.02.011.

Sari T, Tuncel I, Usumez A, Gutknecht N. Transmission of Er:YAG laser through different dental ceramics. 2014 Jan;32(1):37-41. doi:10.1089/pho.2013.3611.

Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. J Prosthet Dent. 2015 Mar;113(3):212-9. doi:10.1016/j.prosdent.2014.09.012.

Shahin R, Kern M. Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. Dent Mater. 2010 Sep;26(9):922-8. doi:10.16/j.dental.2010.06.006.

Shin Y-J, Shin Y, Yi Y-A, Kim J, Lee I-B, Cho B-H, Son H-H, Seo D-G. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after

different surface treatments. Scanning. 2014 Sep-Oct;36(5):479-86. doi:10.1002/sca.21142.

Silva AV. Avaliação dos diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo; Faculdade de Odontologia; 2011.

Smielak B, Klimek L. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching duration on select surface roughness parameters for zirconia. J Prosthet Dent. 2015 Jun;113(6):596-602. doi:10.1016/j.jmbbm.2015.01.001.

Souza ROA, Valandro LF, Melo RM, Machado JPB, Bottino MA, Ozcan M. Air–particle abrasion on zircônia ceramic using different protocols:Effects on biaxial flexural strength after cyclicloading, phase transformation and surface topography. J Mecan Behav Biomed Mater. 2013 Oct;23:155–63. doi:10.1016/j.jmbbm.2013.04.018.

Staninec M, Gardner AK, Le CQ, Sarma AV, Fried D. Adhesion of composite to enamel and dentin surfaces irradiated by IR laser pulses of 0.5–35 micros duration. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2006 Oct;79(1):193–201.

Stubinger S, Homann F, Etter C, Miskiewicz M, Wieland M, Sader R. Effect of Er:YAG, CO2 and diode laser irradiation on surface properties of zirconia endosseous dental implants. Lasers Surg Med. 2008 Mar;40(3):223–8. doi:10.1002/lsm.20614.

Subaşı MG, İnan O. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. Lasers Med Sci. 2012 Jul;27(4):735–42. doi:10.1007/s10103-011-0965-3.

Subasi MG, Demir N, Kara O, Ozturk AN, Ozel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. J Adv Prosthodont. 2014 Dec;6:462-7. doi:10.4047/jap.2014.6.6.462.

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. doi:10.1016/j.dental.2010.10.022.

Traini T, Gherlone E, Parabita SF, Caputi S, Piattelli A. Fracture toughness and hardness of a Y-TZP dental ceramic after mechanical surface treatments. Clin Oral Invest. 2014 Apr;18(3):707–14. doi:10.1007/s00784-013-1018-z.

Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effect of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agente and zirconia ceramics. Dent Mater J. 2006 Dec;25(4):669–74.

Turp V, Akgungor G, Sen D, Tuncelli B. Evaluation of Surface Topography of Zirconia Ceramic After Er:YAG Laser Etching. Photomed and Laser Surg. 2014 Oct;32(10):533-9. doi:10.1089/pho.2014.3730.

Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Ozcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with diferente particles using microstructural analysis. Aust Dent J. 2013 Jun;58(2):183–91. doi:10.1111/adj.12065.

Ural Ç, Külünk T, Külünk Ş, Kurt M. The Effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. Acta Odontol Scand. 2010 Nov;68(6):354–9. doi:10.3109/00016357.2010.514720.

Usumez A, Aykent F. Bond strengths of porcelain laminate veneers to tooth surfaces prepared with acid and Er,Cr:YSGG laser etching. J Prosthet Dent. 2003 Jul;90(1):24-30.

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):259–266. doi:10.1007/s10103-012-1136-x.

Vanderlei A, Passos SP, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Durability of adhesion between feldspathic ceramic and resin cements: effect of adhesive resin, polymerization mode of resin cement, and aging. J Prosthet Dent. 2013 Apr;22(3):196–202. doi:10.1111/j.1532-849x.2012.00934.x.

Wolfart M, Lehmann L, Wolfart S, Kern M. Durabillity of the resin bond strenght to zircônia ceramic after using diferente surfasse conditioning methods. Dent Mater. 2007 Jan;23(1):45-50.

Yi Y-A, Ahn J-S, Park Y-J, Jun S-H, Lee I-B, Cho B-H, Son H-H, Seo D-G. The effect of sandblasting and different primers on shear bond strength between yttria-tetragonal zirconia polycrystal ceramic and a self-adhesive resin cement. Oper Dent. 2015 Jan-Fev;39(6):1-8. doi:10.2341/13-149-L.