AMANDA VERNA E SILVA

**Avaliação do efeito de diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de
superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização**

São Paulo

2011

AMANDA VERNAL SILVA

**Avaliação do efeito de diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de
superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização**

Versão Corrigida

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

Área de Concentração: Dentística

Orientador: Profa. Dra. Margareth Oda

São Paulo

2011

Verna A. Avaliação do efeito de diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Aprovado em: / /2011

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Josefina e Luiz Carlos, por me ensinarem a buscar meus sonhos não importa a dificuldade e por todo amor e dedicação com que cuidam de mim sempre!

Aos meus avós Tommaso e Santina, pelo exemplo de coragem e luta, e por alimentarem meus sonhos com suas histórias fascinantes!

Ao meu irmão Gustavo, por estar sempre disposto a me ouvir. Mesmo a distância estamos sempre em sintonia!

Ao Roberto, pelo amor dedicado em todos os momentos e por acreditar nos meus sonhos e vivê-los comigo como se fossem seus!

Sem vocês nada seria possível!

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora Profa. Dra. Margareth Oda, por me receber no Departamento de Dentística da FOU SP abrindo os caminhos da pesquisa em minha vida. Obrigado por confiar em mim desde a época da iniciação científica e por todo incentivo, conversas e conselhos que sempre me ajudam a entender um pouco melhor as pessoas e a vida.

Ao Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar, por todo o incentivo e apoio em todas as fases deste trabalho. Obrigado pela amizade, por me receber no Departamento de Materiais Dentários e me ensinar tudo que sei sobre cerâmicas odontológicas.

Ao Prof. Dr. Felipe Valandro, por todo apoio desde o início deste trabalho e por possibilitar o meu período de estágio em Bologna, tornando tudo muito mais fácil.

Ao Prof. Roberto Scotti, por abrir as portas da Universidade de Bologna e de sua casa. Obrigado pelo carinho, respeito e por tudo que eu pude aprender neste ano em que estive trabalhando com o seu grupo.

Ao Dr. Carlo Monaco e Dr. Paolo Baldissara, por todo o apoio, incentivo e pelo carinho com que me receberam em Bologna.

Ao Prof. Dr. Edilson Nakasa, por me incentivar e me apoiar desde a graduação.

À Profa. Dra. Miriam Lacalle Turbino, coordenadora da Pós-graduação do Departamento de Dentística por todo o apoio.

Às professoras Márcia, Adriana, Maria Aparecida e Maria Ângela, pelo convívio durante os estágios na restauradora I.

Às professoras Patrícia Freitas e Ana Cecília Aranha, pela amizade e por me receberem no LELO desde a graduação.

À minha querida amiga Bruna, pela amizade verdadeira e por estar sempre presente, minha eterna dupla. Obrigado por toda ajuda durante a execução deste trabalho. Sem você seria muito mais difícil!!

À minha querida amiga Luciana, por me entender mais que eu mesma e por sempre ter uma palavra de carinho! Obrigado por toda a ajuda sempre!

À minha querida amiga Debora, que mesmo do outro lado do Atlântico está sempre presente na minha vida. Você faz muita falta aqui!

Ao Washington pela amizade e por toda a ajuda no laboratório e na estatística, colaboração e apoio.

Aos meus amigos da Pós-graduação, pelo convívio amigável.

*Aos meus queridos tios Carla e Fabio, por estarem sempre presentes.
Obrigado pelo carinho!*

À Thais e a Paola, por tornarem nossos momentos juntas sempre muito especiais.

À toda a minha família por estarem sempre torcendo e vibrando a cada nova conquista.

Aos meus amigos pra toda a vida, Cintia, Renato e Paula. Vocês estão sempre no meu coração.

Aos funcionários do Departamento de Dentística e do LELO, por todo o suporte durante a Pós-graduação.

Às funcionárias Cátia e Alessandra por estarem sempre prontas a ajudar.

À CAPES, pela bolsa de Doutorado no Brasil e em Bologna.

À todos que direta ou indiretamente contribuíram para a conclusão deste trabalho, o meu muito obrigado!

Verna A. Avaliação do efeito de 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. Versão corrigida.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos dos lasers de Nd:YAG, CO₂ e Er,Cr:YSGG no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP antes e depois da sinterização final, por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), mensuração da rugosidade de superfície (Ra) e teste de resistência adesiva por microcisolamento (RAD). Para tanto, barras de Y-TZP foram confeccionadas e distribuídas entre as 3 fases do experimento, sendo as duas primeiras fases seletivas para a identificação dos parâmetros lasers a serem utilizados na fase 3 de análise da RAD. Na fase 1 – MEV - foram testados parâmetros que variavam entre 50 e 100 mJ para o laser de Nd:YAG, 2 a 4W para o laser de CO₂ e 1 a 3,5W para o laser de Er,Cr:YSGG, testados antes ou após a sinterização da Y-TZP. Observou-se que a maioria dos tratamentos foram capazes de promover alterações na cerâmica com diferentes intensidades dependendo do parâmetro utilizado. Para a fase 2 – Ra – foram selecionados apenas os tratamentos com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG aplicados antes da sinterização da cerâmica, sendo que cada laser foi avaliado individualmente e comparados ao tratamento de superfície com o sistema Rocatec. Os tratamentos com os maiores valores de Ra foram: para o laser de Nd:YAG - 1,6W-20Hz ($11.623 \pm 3,419$) e para o laser de Er,Cr:YSGG - 3W ($6,051 \pm 1,991$). O sistema Rocatec apresentou os menores valores de rugosidade ($1,297 \pm 0,026$). Para a fase 3 do estudo – RAD – foram selecionados os parâmetros que apresentaram os maiores valores de Ra para cada laser, além do parâmetro com características favoráveis à adesão observado na fase 1 – MEV. Sendo assim, o teste de microcisolamento foi realizado entre a cerâmica Y-TZP tratada com os lasers antes da sinterização final, nos parâmetros de 1,6W e 1,2W para o laser de Nd:YAG e 3W para o laser de Er,Cr:YSGG; e com o sistema Rocatec, utilizando-se dois cimentos resinosos de dupla ativação (Panavia e RelyX U100). A análise estatística ANOVA Split-Plot dos dados de RAD obtidos revelou que não houve

diferença estatística entre os cimentos estudados. Porém, no fator tratamentos de superfície observou-se que os maiores valores de RAD foram obtidos para o sistema Rocatec ($20,92 \pm 3,4$ MPa). Os dois parâmetros utilizados para o laser de Nd:YAG foram semelhantes entre si com valores de RAD intermediários ($1,2W = 9,79 \pm 4$ MPa e $1,6W = 11,35 \pm 3,64$ MPa) e o tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG apresentou os menores valores de RAD ($1,43 \pm 1,21$ MPa). Pôde-se concluir que os tratamentos de superfície com todos os lasers testados nos parâmetros de irradiação após a sinterização, provocaram danos à cerâmica Y-TZP. Os tratamentos com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG antes da sinterização, apesar de apresentarem características micromorfológicas sugestivas de aumento da área de superfície, não foram suficientes para aumentar a resistência adesiva entre a Y-TZP e os cimentos resinosos testados.

Palavras-chave: Cerâmicas odontológicas. Laser de Nd:YAG. Laser de CO₂. Laser de Er,Cr:YSGG. Rocatec. Tratamento de superfície. Microscopia eletrônica de varredura. Microcisalhamento. Cimento resinoso.

Verna A. Effect evaluation of different high-intensity lasers on the surface treatment of Y-TZP ceramic before and after sintering (thesis). São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011. Versão corrigida.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effects of Nd:YAG, CO₂ and Er,Cr:YSGG lasers on the surface treatment of Y-TZP ceramic before and after the final sintering by means of Scanning Electron Microscope (SEM), surface roughness measurement (Ra) and microshear bond strength adhesive resistance test (RAD). In order to do so, Y-TZP bars were produced and distributed among the three experimental phases, being the two first ones selective in what regards identifying parameters for the lasers used in phase 3 of the RAD analysis. In phase 1 – SEM – parameters varying from 50 to 100 mJ were tested for the Nd:YAG laser, from 2 to 4W for the CO₂ laser and from 1 to 3,5W for the Er,Cr:YSGG laser, either before or after the Y-TZP sintering. It was observed that most treatments were able to promote changes in the ceramic with varied intensity according to the parameter used. In phase 2 – Ra – only treatments with Nd:YAG and Er,Cr:YSGG lasers applied before ceramic sintering were selected, and each laser was individually evaluated and compared to the surface treatment with Rocatec system. The treatments which had the highest Ra values were: 1,6W-20Hz ($11.623 \pm 3,419$) for the Nd:YAG laser and 3W ($6,051 \pm 1,991$) for Er,Cr:YSGG. Rocatec system showed the lowest roughness levels ($1,297 \pm 0,026$). As for phase 3 of the study – RAD – the highest Ra parameters for each laser were selected as well as the parameter with favorable characteristics to adherence observed in phase 1 – SEM. Therefore, the microshear bond strength test was done not only in the Y-TZP ceramic treated with lasers before the final sintering (using 1,6W and 1,2W parameters for the Nd:YAG laser and 3W for Er,Cr:YSGG), but also in the Rocatec system, making use of two double activation resin cements (Panavia e RelyX U100). The ANOVA Split-Plot statistical analysis of the RAD data showed that there were no statistical variations concerning the studied cements. However, in what regards the surface treatments, it was observed that the highest RAD values were obtained for the Rocatec system ($20,92 \pm 3,4$ MPa). Both parameters used for the Nd:YAG laser were similar, presenting intermediate RAD values ($1,2W=9,79 \pm 4$ and

1,6W=11,35±3,64 MPa). The treatment which used Er,Cr:YSGG laser presented the lowest RAD values (1,43±1,21MPa). It was possible to conclude that surface treatments with all tested lasers in the irradiation parameters after sintering caused damage to the Y-TZP ceramic. Treatments making use of Nd:YAG and Er,Cr:YSGG lasers before the sintering were not enough in order to increase the adhesive resistance between Y-TZP and the resin cements tested, even though they presented micromorphological characteristics that indicated growth in the surface area.

Keywords: Dental ceramic. Nd:YAG laser. CO₂ laser. Er,Cr:YSGG laser. Rocatec. Surface treatment. Scanning Electron Microscope. Microshear bond strength. Resin cement.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 REVISÃO DA LITERATURA	13
3 PROPOSIÇÃO	22
4 MATERIAL E MÉTODOS	23
5 RESULTADOS.....	36
6 DISCUSSÃO	60
7 CONCLUSÕES	69
REFERÊNCIAS.....	70

1 INTRODUÇÃO

A adesão de peças cerâmicas às estruturas dentais por meio de cimentos resinosos tem sido largamente estudada, pois o sucesso clínico das próteses cerâmicas livres de metal está diretamente relacionado aos procedimentos de cimentação. Dentre as várias cerâmicas disponíveis para uso clínico, as porcelanas são as que apresentam um método de cimentação já bem estabelecido, uma vez que o condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a área de superfície interna da peça, e o agente silano aumenta a capacidade de molhamento do cimento, favorecendo a união entre os dois materiais.

Em dentes posteriores, submetidos à grande solicitação mecânica, as cerâmicas policristalinas têm apresentado melhores resultados clínicos quando comparados às porcelanas e vitro-cerâmicas à base de leucita e dissilicato de lítio. Dentre as cerâmicas policristalinas encontra-se a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (*yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystals* – Y-TZP), a qual apresenta uma microestrutura puramente cristalina, sem nenhum conteúdo vítreo, conferindo a esse material uma resistência à fratura consideravelmente maior do que as outras cerâmicas odontológicas [1].

As melhores propriedades mecânicas das cerâmicas policristalinas estão diretamente ligadas ao seu alto conteúdo cristalino e à ausência de uma fase vítrea, a qual normalmente apresenta menor resistência. Entretanto, a falta de uma porção vítrea faz com que esse tipo de material não possa ser condicionado pelo ácido fluorídrico. Além disso, a aplicação de agentes silanos, recomendados para formar uma união química entre a sílica presente na superfície de porcelanas e a matriz orgânica dos sistemas adesivos, também é um procedimento descartado para cerâmicas como a alumina e a Y-TZP, já que as mesmas não apresentam sílica em sua composição [2, 3].

Com o intuito de melhorar a resistência de união entre as cerâmicas policristalinas e os cimentos resinosos, numerosas técnicas têm sido propostas [4, 5]. Uma delas é o sistema de jateamento da superfície cerâmica com partículas abrasivas de tamanhos variados, como o óxido de alumínio (Al_2O_3) [6], o que promove o aumento da rugosidade superficial e algum grau de retenção do adesivo, além de aumentar a área adesiva e a energia da superfície [7, 8]. Entretanto, esse

aumento da resistência de união parece ser mínimo e insuficiente para o sucesso clínico da restauração a longo prazo [4, 9].

Outro tipo de tratamento superficial é o método triboquímico, no qual a superfície da cerâmica é jateada com partículas de óxido de alumínio recobertas com sílica [10]. A pressão do jateamento resulta na deposição de partículas de sílica na superfície da cerâmica e, desta forma, o silano que será aplicado posteriormente poderá reagir com essa superfície modificada. Estudos laboratoriais já comprovaram que este sistema é capaz de promover um aumento na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso, porém é importante ressaltar que a geração de defeitos na superfície de cimentação pode levar à redução da resistência da restauração ao longo do tempo [11-13].

Apesar da união entre cerâmica e cimento resinoso já ter sido largamente estudada, a literatura mostra que ainda é possível e necessário melhorar a interação desses dois materiais para uma melhor retenção e durabilidade das peças cimentadas na clínica. Alguns estudos sugerem o uso de lasers para o condicionamento das cerâmicas, com intuito de aumentar a resistência de união desses materiais com os cimentos resinosos. O laser é uma tecnologia que vem sendo incorporada progressivamente à Odontologia e sua utilização tem sido amplamente investigada. O princípio da ação do laser sobre as superfícies é fototérmico, ou seja, baseado na conversão da energia luminosa em calor [14]. Esta energia é capaz de promover alterações morfológicas na estrutura dental e também nos materiais restauradores, como a fusão e solidificação dessas estruturas [15].

A utilização de diversos tipos de lasers tem sido proposta para o condicionamento das cerâmicas em geral. Porém para o tratamento específico da superfície da cerâmica Y-TZP ainda são poucos os estudos que relatam a avaliação destes tratamentos, que em sua maioria, são realizados após a sinterização final da cerâmica. Sendo assim, parece claro que a utilização dos lasers como tratamento de superfície para cerâmicas de zircônia policristalinas deve ser investigada mais profundamente para avaliar o efeito destes tratamentos na cerâmica Y-TZP, antes e após a sinterização final e sua influência na resistência adesiva aos cimentos resinosos.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ZIRCONIA TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIA – Y-TZP

A zircônia policristalina estabilizada por ítria foi introduzida na área médica a mais de 20 anos para resolver os problemas relacionados à fragilidade das próteses ortopédicas de alumina e suas conseqüentes falhas [16, 17]. Devido a sua alta resistência e biocompatibilidade, foi gradativamente incorporada à prática odontológica para a confecção de próteses livres de metal, implantes e pinos intraradiculares [18-20]. Mas foi com avanço da tecnologia CAD/CAM (*computer-aided design – computer-aided manufacturing*) que seu uso ganhou maior expressão na confecção de infraestruturas de próteses unitárias ou até mesmo extensas, sendo indicadas tanto para dentes anteriores como posteriores, devido às suas propriedades mecânicas favoráveis [21].

O óxido de zircônio (ZrO_2), ou zircônia é um óxido de metal polimórfico na natureza, o que significa que ele exibe diferentes estruturas de cristal em diferentes temperaturas, sem qualquer alteração química [22]. Essas formas cristalinas são: monoclinica, quando em baixas temperaturas; tetragonal, acima de 1170°C e cúbica, acima de 2.370°C. Uma característica deste material é que ele passa por uma mudança na estrutura cristalina, de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) durante o resfriamento, causando um aumento de volume de 3-4%. As tensões geradas neste processo podem produzir trincas resultando em fratura [23].

Para manter a zircônia em sua fase tetragonal a temperatura ambiente, são utilizados óxidos estabilizantes como óxidos de cálcio (CaO), de magnésio (MgO), de ítrio (Y_2O_3) ou de cério (CeO_2). No sistema $Y_2O_3-ZrO_2$, a adição de 2-3mol% de Y_2O_3 à zircônia produz uma matriz de cristais tetragonais meta estável, chamada de policristais de zircônia tetragonal (TZP) [24, 25]. A Y-TZP é de particular interesse devido ao aumento das suas propriedades com essa transformação [26]. Quando uma trinca inicia e se propaga na Y-TZP, devido à aplicação de uma carga externa compressiva, como a mastigação, os cristais localizados na ponta do defeito e que estão na fase tetragonal podem se transformar na fase monoclinica. A expansão

volumétrica resultante dessa transformação cria tensões de compressão na ponta da trinca impedindo ativamente a propagação, que necessitará de maior energia para continuar a crescer, aumentando assim, a resistência à fratura da Y-TZP [26].

Por outro lado, Chevalier [16] descreveu que, em longo prazo, a zircônia sofre degradação, pois os cristais da superfície que sofrem transformação de fase, quando aumentam de tamanho, deslocam-se e criam espaços no material, por onde é possível a entrada de fluidos da cavidade oral. Este evento acaba por gerar uma reação em cadeia, com a indução dos cristais mais internos à transformação de fase, aumentando o defeito e diminuindo a resistência do material ao longo do tempo, como representado na figura 2.1.

Figura 2.1 – Esquema do processo de envelhecimento da zircônia mostrando a transformação “vizinho a vizinho”. (a) Nucleação dos cristais de zircônia da superfície, induzindo micro-trincas e tensões para os cristais vizinhos. (b) e (c) Crescimento da zona de transformação, induzindo o aumento das micro-trincas e da rugosidade superficial. Os cristais em cinza são os que sofreram transformação. Os traços vermelhos indicam a penetração da água nas micro-trincas ao redor dos cristais transformados [16]

2.2 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

Apesar das excelentes propriedades mecânicas da Y-TZP, com o aumento da sua utilização na odontologia foram identificados problemas quanto a adesão das peças protéticas produzidas com este material, devido a sua superfície apolar e inerte que não permite a utilização da adesão química convencional, uma vez que o ácido fluorídrico não é eficiente no condicionamento da superfície para promover retenções micromecânicas [3, 27-30].

Além disso, a adesão química é suscetível a sofrer degradação hidrolítica [2, 31], e por isso, existe um interesse contínuo na procura de tratamentos que

promovam retenção micromecânica na zircônia, já que as irregularidades geradas durante a fabricação/fresagem das próteses cerâmicas não são suficientes para a obtenção de altos valores de resistência adesiva [3, 32, 33]. Sendo assim, diversos tratamentos começaram a ser testados visando o aumento da rugosidade da superfície cerâmica [8].

O tratamento de superfície da zircônia com jateamento de partículas de Al_2O_3 foi amplamente testado devido ao seu potencial para aumentar a energia e a área de superfície, além da molhabilidade [32, 34-38]. Porém, existe a especulação de que o jateamento de partículas de Al_2O_3 não deve ser utilizado, particularmente com a cerâmica Y-TZP, uma vez que isso pode causar a indução de defeitos ou micro-trincas na superfície da cerâmica, que reduzem significativamente sua resistência à fratura, podendo levar a uma falha catastrófica prematura [10, 39].

O uso do sistema triboquímico de silicatização é uma prática comum para a deposição de sílica na superfície de ligas metálicas e cerâmicas odontológicas de alumina e zircônia [2, 9, 40-42]. Os sistemas CoJet e Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), são os produtos mais conhecidos comercialmente para a realização deste tratamento. A técnica do sistema triboquímico consiste no jateamento da superfície cerâmica com partículas de alumina revestidas com sílica, que irá incorporar e recobrir a superfície jateada [43, 44], como demonstrado por Thompson e col. [10] no esquema apresentado na figura 2.2. Isso resulta, não só na preparação da superfície para a aplicação do agente silano (silanização), mas também cria retenções micromecânicas. Estes trabalhos revelam que a aplicação de um sistema triboquímico, antes de silanização, melhora significativamente a resistência de união entre a cerâmica tratada e os cimentos resinosos. No entanto, pode haver perda significativa na resistência de união a longo prazo quando se utiliza cimentos resinosos tradicionais [12, 13]. Isso pode ser resultado de uma baixa concentração de sílica na superfície, dificultada pela alta dureza da zircônia, sendo que alguns trabalhos afirmam que este é um procedimento complicado, que não produz valores de resistência de união tão elevados como os relatados para as porcelanas que contém sílica em sua composição [7, 45, 46].

O uso de cimentos resinosos com monômeros fosfatados tem se mostrado eficiente para produzir uma melhor adesão a superfície cerâmica silanizada, através de um tipo de hidroxilação-guiada quimicamente. Entretanto, os valores de resistência de união relatados com o uso desses agentes, são geralmente mais

baixos do que os valores reportados para o sistema de tratamento triboquímico combinado com o uso do silano e cimento resinoso. Os tratamentos atualmente disponíveis para a união adesiva da zircônia aos cimentos resinosos, ainda não são adequados para todas as aplicações clínicas, e sua durabilidade é desconhecida [47].

Figura 2.2 – Ilustração do processo de silicatização pelo sistema triboquímico. As partículas de alumina recobertas por sílica são arremessadas na superfície cerâmica com alta pressão. Isto cria uma energia local que facilita a transferência da sílica para a superfície cerâmica. Porém, insere defeitos que podem acelerar a fadiga do material [10]

Recentemente surgiram novos estudos que propõem um novo modo de utilização dos tratamentos de superfície. Ao invés de serem aplicados após a sinterização da Y-TZP, como de costume, são utilizados antes do procedimento de sinterização final. É o caso do estudo de Monaco e col. [48] que avaliaram o jateamento da Y-TZP antes e depois da sinterização e concluíram que o tratamento da zircônia pré-sinterizada é semelhante ao tratamento pós sinterização. Moon e col. [49] também avaliaram o efeito da ordem de preparação na estrutura cristalina da Y-TZP e da resistência ao cisalhamento da união desta cerâmica tratada aos cimentos resinosos. Segundo estes autores, no jateamento realizado antes da sinterização devem ser utilizadas partículas de Al₂O₃ de maior tamanho que no jateamento pós sinterização, no caso 70 e 50µm respectivamente, devido à contração de polimerização de 20% em volume que ocorre na cerâmica durante a sinterização. Os resultados do estudo revelaram, pela análise de difração de raios X, não haver conteúdo monoclinico nas amostras tratadas antes da sinterização, diferentemente daquelas tratadas após este procedimento e concluíram que os dois tratamentos

apresentaram valores de resistência adesiva com os cimentos resinosos semelhantes estatisticamente.

Estes estudos indicam que o tratamento de superfície da Y-TZP antes da sinterização final pode ser uma alternativa eficaz na criação de uma superfície micro-retentiva, sem a desvantagem da indução de defeitos e transformação de fase da cerâmica.

2.3 LASER EM CERÂMICAS

Além dos tratamentos de superfície convencionais testados para aumentar a resistência adesiva entre as cerâmicas odontológica e os cimentos resinosos, alguns estudos propõem a utilização de lasers de alta potência para este fim [50-53].

O laser é uma tecnologia que vem sendo incorporada progressivamente à Odontologia e sua utilização tem sido amplamente investigada em todas as áreas. O princípio de ação do laser sobre as superfícies é fototérmico, ou seja, baseado na conversão da energia luminosa em calor [54]. Esta energia é capaz de promover alterações morfológicas na estrutura dental e também nos materiais restauradores, como a fusão e solidificação dessas estruturas. Para que a energia emitida pelo laser tenha efeito sobre a superfície irradiada, é necessário que haja interação entre o comprimento de onda da luz laser com cromóforos do substrato. Para ilustrar este processo, no gráfico proposto por Puig e col. [55] (Figura 2.3), podem ser observadas as interações entre os diferentes lasers e os principais cromóforos dos tecidos biológicos. No caso da irradiação da cerâmica Y-TZP, praticamente não existem cromóforos de superfície que possam absorver a luz nos comprimentos de onda emitidos pelos lasers. Por este motivo, um pó de grafite pode ser aplicado sobre a superfície, favorecendo a absorção da energia emitida [15, 56].

Diversos tipos de laser já foram testados para o tratamento de superfície das cerâmicas odontológicas. Em geral, os mais utilizados são os lasers de Er:YAG, Nd:YAG, CO₂ e, mais recentemente o laser de Er,Cr:YSGG. A diferença fundamental entre eles é o comprimento de onda da luz emitida, o que vai determinar o tipo de interação e efeito que irá ocorrer na superfície irradiada.

Figura 2.3 – Representação da interação entre os comprimentos de onda de diferentes lasers e os cromóforos dos tecidos biológicos. No caso do laser de Nd:YAG (Nd), seu comprimento de onda tem maior interação com a melanina. Os lasers de Er:YAG e Er,Cr:YSGG (Er) são absorvidos pela água e hidroxiapatita, assim como o laser de CO₂ [55]

A irradiação do substrato dental ou das cerâmicas odontológicas com os lasers de Er:YAG e Er,Cr:YSGG, que apresentam comprimentos de onda de 2,94 μm e 2,78 μm respectivamente, resulta na vaporização ou ablação da estrutura através de um processo termomecânico. A vaporização é caracterizada pela expulsão de porções do material aquecido acima do seu ponto de fusão a pressão atmosférica. A ablação termomecânica ocorre devido à absorção da energia laser pela água presente no material ou na superfície (proveniente do sistema de refrigeração) e sua rápida evaporação, causando micro explosões suficientes para ejetar o substrato adjacente [57].

A maioria dos estudos que utilizaram o laser de Er:YAG para o condicionamento das cerâmicas feldspáticas e vitrocerâmicas, relatam que este é

um tratamento eficiente para criar micro-retenções e obter altos valores de adesão aos cimentos resinosos [58]. Entretanto, quando utilizado no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP não há consenso entre os autores, sendo que alguns afirmam que o laser foi capaz de promover eficiente resistência adesiva e rugosidade superficial [50], porém com a formação de trincas ou até mesmo a carbonização da cerâmica [53, 59]. Alguns autores indicam também que o laser de Er:YAG pode não ter nenhum efeito na superfície cerâmica, dependendo do parâmetro utilizado [60, 61].

Cavalcanti e col. [59] avaliaram o tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP com o laser de Er:YAG e observaram que os valores de resistência ao teste de microcissalhamento do grupo irradiado foram menores que os valores obtidos pelo tratamento com jateamento de partículas de Al_2O_3 e comparáveis aos valores encontrados para o grupo sem tratamento.

Para o laser de Er,Cr:YSGG, apenas um estudo avaliou sua atuação na superfície de um compósito de alumina infiltrado por vidro (In-Ceram Alumina) e relatou que este tratamento apresentou valores de resistência adesiva semelhantes ao tratamento com o sistema Rocatec, sem alteração cromática ou a observação de trincas [62].

O laser de Nd:YAG apresenta comprimento de onda de 1064nm e uma forte interação com pigmentos, sendo seu principal efeito o derretimento da superfície irradiada [63]. Já o laser de CO_2 é um laser cirúrgico que apresenta comprimento de onda de 1060nm, e tem alta interação com a água, sendo que nos tratamentos das cerâmicas odontológicas, em geral não apresenta bons resultados devido a formação de trincas [60, 64, 65]. Porém, outros estudos indicam que, em alguns parâmetros testados, o laser de CO_2 foi eficiente para promover altos valores de resistência adesiva entre a cerâmica irradiada e os cimentos resinosos [50, 51].

Ersu e col. [65] avaliaram o efeito do laser de CO_2 no tratamento de superfície das cerâmicas In-Ceram Spinell, In-Ceram-Alumina e In-Ceram-Zirconia, em comparação com o jateamento com Al_2O_3 e observaram que, para a In-Ceram Spinell o tratamento com laser apresentou maiores valores de resistência adesiva, porém para os outros materiais, o jateamento apresentou melhores resultados.

Os estudos referentes à utilização do laser de Nd:YAG para condicionar a superfície de materiais cerâmicos são controversos. Li e col [66]. sugerem que a aplicação do laser de Nd:YAG é capaz de alterar a superfície da porcelana

feldspática melhorando sua união aos cimentos resinosos. O que é corroborado por Silveira e col. [52] em estudo sobre o tratamento de superfície com o laser de Nd:YAG na In-Ceram Alumina, demonstrando que este tratamento causa alterações micro-morfológicas completamente diferentes daquelas produzidas por outros tratamentos de superfície, criando retenções micromecânicas favoráveis à união com os cimentos resinosos e obtendo valores de adesão satisfatórios, superiores aos conseguidos com o sistema triboquímico.

Entretanto, Noda e col. [67] avaliaram os efeitos do mesmo laser de Nd:YAG na superfície da cerâmica Y-TZP e indicaram que, além da carbonização da superfície tratada, também ocorrem a formação de trincas, a redução no conteúdo de oxigênio da superfície e a transformação de fase $t \rightarrow m$ da zircônia. Os autores relatam, que o aspecto de carbonização da superfície pode ser revertido com o aquecimento da Y-TZP a 1000 °C por 5 minutos, porém as trincas originadas pela irradiação permanecem mesmo após o tratamento térmico e foram definidas como algo inevitável ao tratamento com os lasers. Isto porque durante a irradiação a superfície da cerâmica aquece de tal maneira que acaba derretendo, e quando a irradiação cessa, o resfriamento do material e sua solidificação provocam uma alteração de volume que leva a formação de trincas.

Não existem relatos na literatura quanto a utilização dos lasers para tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP antes da sua sinterização. Sendo assim, parece claro que a utilização dos diferentes lasers como tratamento de superfície para cerâmicas policristalinas deve ser investigada mais profundamente para a determinação de parâmetros otimizados para o seu uso.

2.4 CIMENTOS RESINOSOS

Os cimentos resinosos são os materiais de escolha para a cimentação das próteses cerâmicas à estrutura dental [68].

A cimentação adesiva de restaurações cerâmicas convencionais, que contém sílica em sua composição, é bem estabelecida pelo condicionamento da superfície com ácido fluorídrico [2, 69]. Entretanto, as cerâmicas de zircônia policristalinas apresentam uma superfície totalmente inerte e apolar, com alta resistência a

corrosão e, por isso, com baixo potencial para a adesão química e pouco susceptível ao condicionamento ácido [70].

Existem evidências de que altos valores de resistência adesiva às cerâmicas de zircônia podem ser obtidos com a utilização de materiais que tenham afinidade por óxidos metálicos [2, 8, 27, 71]. É o caso dos monômeros fosfatados, como o MDP (10-methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphate) que reage quimicamente com os óxidos de zircônio, promovendo uma adesão densamente resistente a água [10]. Estes monômeros fosfatados podem ser encontrados em cimentos resinosos, como o Panavia, que apresenta bons resultados de resistência adesiva, sendo o cimento de escolha para a cimentação adesiva das próteses de Zircônia, devido a sua baixa incidência de falhas e perda de retenção [72-74].

Os cimentos resinosos autoadesivos são assim chamados por promover uma boa resistência adesiva com as estruturas dentais e também com os materiais de restauração, sem a necessidade de nenhum tratamento prévio ou a utilização de agentes de união [75]. Além disso, a utilização destes cimentos é bastante simples, com apenas um passo clínico, semelhante aos procedimentos de aplicação de cimentos convencionais como o fosfato de zinco e os cimentos de ionômero de vidro. Este tipo de cimento é indicado para a cimentação adesiva de próteses livres de metal, metálicas ou de resinas indiretas, além de pinos intra-radiculares. As vantagens físicas e funcionais destes cimentos são a simplificação das etapas clínicas e a baixa incidência de sensibilidade pós-operatória, o que resulta em rápida popularização e grande aceitação entre os profissionais, sendo, portanto de extrema importância à avaliação da resistência adesiva destes materiais com as cerâmicas de zircônia combinados com os diferentes tratamentos de superfície dessas cerâmicas.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo foram:

- 1 - Avaliar os efeitos dos lasers de alta intensidade Nd:YAG, CO₂ e Er,Cr:YSGG na superfície da cerâmica Y-TZP, *antes* e *após* a sua sinterização final, por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Óptica (MO).
- 2 - Comparar a rugosidade superficial da Y-TZP tratada com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG, *antes* da sinterização final.
- 3 - Avaliar a resistência adesiva, pelo teste de microcisolamento, da cerâmica Y-TZP tratada com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG, antes da sinterização final em diferentes parâmetros de energia, comparados ao tratamento com o sistema triboquímico Rocatec utilizando-se dois cimentos resinosos, um autoadesivo e um a base de MDP.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Para melhor entendimento das etapas desenvolvidas durante a execução desta tese, a parte experimental foi dividida em 3 fases, sendo que as duas primeiras foram estudos preliminares para a seleção dos tratamentos de superfície a serem avaliados na terceira fase. Segue abaixo a descrição de cada uma das fases.

Fase 1 - O objetivo desta fase foi avaliar, por meio de MEV e MO, os efeitos dos lasers de Nd:YAG, CO₂ e Er,Cr:YSGG na superfície da Y-TZP (antes e após a sinterização final) a fim de selecionar os lasers e parâmetros capazes de promover modificações com características favoráveis ao procedimento adesivo para serem testados nas fases 2 e 3 deste estudo.

Fase 2 – Nesta fase, comparou-se a rugosidade superficial das amostras de Y-TZP tratadas com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG *antes* da sinterização final. Os parâmetros dos lasers utilizados nessa fase foram escolhidos com base nos resultados da Fase 1 e variaram de 50 a 100mJ com frequências de 10 ou 20 Hz para o laser de Nd:YAG. Para o laser de Er,Cr:YSGG os parâmetros variaram de 50 a 175mJ com frequência fixa de 20 Hz.

Fase 3 – Nesta fase, avaliou-se resistência de união entre a Y-TZP tratada com o sistema Rocatec, o laser de Nd:YAG (nos parâmetros de 60 e 80mJ com frequência de 20 Hz) e o laser de Er,Cr:YSGG (150mJ - 20Hz), com dois cimentos resinosos (um autoadesivo e um convencional a base de MDP) por meio do teste de microcisalhamento. Os parâmetros utilizados para os dois tipos de laser foram escolhidos com base nos resultados da Fase 2.

Figura 4.1 – Representação esquemática do delineamento experimental

4.2 OBTENÇÃO DAS BARRAS DE Y-TZP

Para a realização das diferentes fases deste estudo, foram confeccionadas 168 barras de zircônia, obtidas através do seccionamento de blocos cerâmicos pré-sinterizados, destinados ao processamento tipo CAD/CAM (IPS e.max ZirCAD B40, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Para tanto, cada bloco foi fixado em um aparato da máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Buff, USA) e foram realizados cortes seriados com disco de diamante (Series 15LC diamond no. 11-4254, Buehler, USA) a 250rpm sob refrigeração (Figura 4.1), resultando em barras de aproximadamente 6x6x4mm. Estas medidas foram estipuladas objetivando uma barra com medidas finais de aproximadamente 5x5x3mm, considerando-se que a zircônia sofre uma redução de 20% em volume após a sinterização final.

Figura 4.2 – Sequência de corte dos blocos cerâmicos pré-sinterizados para obtenção das barras de

Y-TZP

Após a obtenção das barras de zircônia, foi realizada a padronização da superfície de um dos lados das barras, onde serão realizados os diferentes tratamentos de superfície. Esta padronização foi obtida com a utilização de um instrumento cortante rotatório diamantado (ICRD) de formato cilíndrico, o mesmo utilizado nas máquinas de usinagem de blocos cerâmicos para a confecção de próteses fixas. Neste caso, o ICRD utilizado pertencia ao módulo de usinagem do

CEREC® Inlab e foi acoplado a um micromotor fixado a um aparato para preparo cavitário, como observado na figura 4.2. Cada barra foi fixada com fita dupla face a uma base móvel deste aparato. Em seguida, o micromotor foi posicionado de forma que o ICRD ficasse paralelo e em contato com a superfície superior da barra cerâmica. Para melhor visualização e comprovação do desgaste de toda a superfície cerâmica de maneira uniforme, esta foi colorida com grafite. Feito isto, o micromotor era acionado com velocidade de 4000 rpm e a base onde estava fixada a barra era movimentada no sentido horizontal e contrário a rotação do ICRD, sempre com água abundante para refrigeração. Este procedimento foi repetido até a completa remoção da superfície cerâmica marcada com grafite.

Figura 4.3 – Aparato para o desgaste da superfície da cerâmica com o ICRD. Detalhe da justaposição do ICRD com a superfície da barra cerâmica e do desgaste da superfície observado com a remoção do grafite

A padronização da superfície das barras teve por objetivo, aproximar o experimento da realidade clínica, uma vez que a grande maioria das peças protéticas confeccionadas com a Y-TZP é produzida pelo método de usinagem do bloco pré-sinterizado, a qual é realizada com ICRD a 4000 rpm e velocidade de usinagem entre 0,4 e 0,6 mm/min, resultando em uma superfície semelhante àquela obtida neste experimento. Além disso, durante o estudo piloto observou-se que a superfície da zircônia, após o corte com disco diamantado, apresentava grandes irregularidades e, na tentativa de realizar o polimento desta superfície, não foram obtidos resultados satisfatórios, uma vez que este material, quando ainda pré-sinterizado, apresenta baixa resistência ao desgaste, fraturando com facilidade.

Essa padronização das amostras foi realizada *antes* da sinterização final da

cerâmica, já que os tratamentos de superfície a serem avaliados foram aplicados em dois tempos distintos: alguns parâmetros foram testados *antes* da sinterização final, enquanto outros foram realizados apenas *após* este procedimento, como será explicado nas próximas etapas.

As barras foram divididas aleatoriamente em 2 grupos: as que seriam tratadas apenas *após* a sinterização final foram sinterizadas utilizando-se o forno Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Alemanha) com ciclo de sinterização de 1530°C por 2 horas, taxa de aquecimento de 25°C/min e tempo de resfriamento de 7,5 horas [76]; as demais barras receberam os diferentes tratamentos de superfície *antes* do procedimento de sinterização final.

4.3 FASE 1 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROSCOPIA ÓPTICA DAS AMOSTRAS TRATADAS COM OS DIFERENTES LASERS

Para a Fase 1 deste estudo foram utilizadas 63 barras cerâmicas, as quais foram aleatoriamente divididas da seguinte forma (n=2): 28 barras para tratamento com o laser de Nd:YAG; 12 barras tratadas com o laser de CO₂; 20 barras tratadas com o laser de Er,Cr:YSGG; 2 barras foram tratadas com o sistema triboquímico Rocatec® (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA); e 1 barra não recebeu nenhum tratamento.

Todos os lasers utilizados neste estudo pertencem ao Laboratório Especial de Laser em Odontologia do Departamento de Dentística (LELO/FOUSP) e apresentam as seguintes características:

- O laser de Nd:YAG (PowerLase™ ST6, Pulsed Free Running Nd:YAG laser, USA) apresenta comprimento de onda de 1064nm e taxa de repetição variável de 10 a 50Hz, com sistema de entrega do feixe laser por fibra óptica de 300µm de diâmetro. A irradiação foi realizada no modo de varredura a 1mm de distância da superfície cerâmica e refrigeração com jatos de ar.
- O laser de CO₂ (Union Medical Engineering Co. UM-L30, Seul, Coréia do Sul) com comprimento de onda de 10,6µm, foi utilizado no modo contínuo, focado e perpendicular a superfície cerâmica, com diâmetro do feixe de 300µm,

refrigeração com jatos de ar e tempo de irradiação de 40 segundos.

- O laser de Er,Cr:YSGG (Biolase® Thecnology, San Clemente, USA) apresenta comprimento de onda de 2,78 μ m e trabalha no modo pulsado com largura de pulso entre 140 a 200 μ s e taxa de repetição fixa em 20Hz. O sistema de entrega do feixe é por peça de mão com fibra óptica, sendo que, neste caso foi utilizada a ponta Z6, com diâmetro de 600 μ m. A irradiação foi realizada com refrigeração ar/água (65% e 55%, respectivamente) a uma distância de 1mm da superfície cerâmica.

Os parâmetros dos lasers testados nesta etapa foram escolhidos à partir da revisão da literatura e de um estudo piloto, levando-se em conta todos os parâmetros já testados como tratamento da superfície de cerâmicas odontológicas. Cada laser foi utilizado em diferentes situações de irradiação: *Antes* ou *Após* a sinterização final da cerâmica Y-TZP. Para os lasers de CO₂ e Er,Cr:YSGG os parâmetros variaram apenas quanto à potência utilizada. Já para o laser de Nd:YAG, foram testadas diferentes densidades de energia entre 50 e 100mJ, com duas frequências (10 e 20Hz), o que foi obtido variando-se a potência de 0,5 a 2W. Além disso, os parâmetros utilizados no tratamento das amostras *após* a sinterização final, não foram necessariamente os mesmos utilizados no tratamento de amostras *antes* da sinterização, como apresentado nas tabelas 4.1 e 4.2.

Tabela 4.1 - Descrição dos parâmetros utilizados para o laser de Nd:YAG *antes* da sinterização final

	Taxa de repetição		Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
	10Hz	20Hz		
Potência Média (W)	0,5	1,0	50	70,77
	0,6	1,2	60	84,92
	0,7	1,4	70	99,07
	0,8	1,6	80	113,23
	0,9	1,8	90	127,38
	1,0	2,0	100	141,54

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Tabela 4.2 - Descrição dos parâmetros utilizados para o laser de Er,Cr:YSGG *antes* da sinterização final

Potência Média (W)	Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
1,0	50	17,85
1,5	75	26,78
2,0	100	35,71
2,5	125	44,64
3,0	150	53,57
3,5	175	62,50

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Tabela 4.3 - Descrição dos parâmetros utilizados para o laser de CO₂ *antes* da sinterização final

Potência Média (W)	Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
2,0	80	113,23
3,0	125	169,85
4,0	160	226,46

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Tabela 4.4 - Descrição dos parâmetros utilizados para os lasers de Nd:YAG (Nd), Er,Cr:YSGG (Er,Cr) e CO₂ *depois* da sinterização final

	Potência média(W)	Taxa de repetição (Hz)	Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
Nd	2,0	20	100	141,54
	4,0	20	200	283,08
Er,Cr	2,0	20	100	35,71
	2,5	20	125	44,64
	3,0	20	150	53,57
	3,5	20	175	62,50
CO ₂	2,0	Tempo de irradiação 40s	80	113,23
	3,0		120	169,85
	4,0		160	226,46

* Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²)

Antes de realizar o tratamento com os lasers, as superfícies dos corpos-de-prova foram recobertas com uma camada de pó de grafite, visando ao aumento da absorção da energia laser, seja nos grupos irradiados *antes* ou *depois* da sinterização final [77].

Um sistema triboquímico Rocatec® também foi utilizado para o tratamento de superfície da YTZP, pois a literatura tem mostrado que esse sistema apresenta os melhores resultados de adesão deste tipo de cerâmica aos cimentos resinosos. O tratamento da superfície como Rocatec foi realizado seguindo-se as recomendações do fabricante: primeiramente, as superfícies dos corpos-de-prova foram jateadas com partículas de Al₂O₃ de aproximadamente 110µm (Rocatec - Pre®, 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA) perpendicularmente às superfícies fresadas da Y-TZP, a uma distância de 10mm, por 20s e pressão de 2,8bars (Micro-Etcher, Danville, Danville, CA, USA). Em seguida, as mesmas superfícies cerâmicas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 110µm modificadas por ácido silícico (Rocatec – Plus®, 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA), perpendicularmente à face cerâmica e a 10mm de distância, por 20s e pressão de 2,8bars. Neste caso, o tratamento com o sistema Rocatec® foi realizado apenas depois da sinterização final dos corpos-de-prova, pois foi constatado em estudo piloto que o jateamento da cerâmica pré-sinterizada causava grande perda estrutural, incompatível com a utilização

clínica.

Após os tratamentos de superfície, os corpos-de-prova tratados *antes* da sinterização final foram sinterizados da mesma maneira já descrita anteriormente. Em seguida, todos os corpos-de-prova foram observados em Microscópio Óptico (SZ40 – Olympus Corporation, Tóquio, Japão), com aumentos de 20 a 40x, para a análise dos efeitos produzidos pelos lasers nos diferentes parâmetros. As amostras que apresentavam um padrão de modificação superficial considerado de interesse (i.e., sugestivo de boa retenção micromecânica e sem dano estrutural evidente) foram metalizadas para observação em MEV. A partir desta análise foram selecionados os lasers que promoveram alterações mais interessantes na superfície da Y-TZP para a avaliação da rugosidade superficial. O critério de escolha dos tratamentos com laser estão descritos na seção de Resultados.

4.4 FASE 2 - AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Com base nos resultados obtidos na Fase 1 (apresentados no capítulo 5), foram selecionados os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG aplicados *antes* da sinterização final da cerâmica, sendo que foram avaliados quanto à rugosidade superficial para permitir a seleção dos parâmetros para a fase 3 deste trabalho. Sendo assim, 54 corpos-de-prova não sinterizados foram divididos da seguinte forma (n=3): 6 grupos com parâmetros diferentes para o laser de Er,Cr:YSGG; 12 grupos com diferentes parâmetros para o laser de Nd:YAG e 1 grupo tratado com Rocatec® (realizado após a sinterização). Os parâmetros utilizados para os dois lasers foram escolhidos também com base nos resultados da Fase 1 e estão descritos na tabela 4.3.

A rugosidade superficial foi aferida após a sinterização final dos corpos-de-prova utilizando-se um rugosímetro a contato (Surftest SJ-301, Mitutoyo, Japão). Para este procedimento, cada corpo-de-prova foi fixado a uma superfície plana com fita adesiva dupla face e, em seguida, o rugosímetro foi posicionado com a ponta de leitura apoiada sobre a superfície tratada para efetuar a leitura com 0,25mm de deslocamento (cut-off). O resultado de Ra (rugosidade média) foi tomado e a ponta de leitura foi reposicionada em um outro ponto do corpo-de-prova para a realização

de uma nova leitura. Para cada corpo-de-prova foram obtidos 3 valores de rugosidade, a partir dos quais foi calculada a média para a realização da análise estatística.

Tabela 4.5 - Descrição dos parâmetros utilizados para o laser de Nd:YAG *antes* da sinterização final para o teste de rugosidade

	Taxa de repetição		Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
	10Hz	20Hz		
Potência Média (W)	0,5	1,0	50	70,77
	0,6	1,2	60	84,92
	0,7	1,4	70	99,07
	0,8	1,6	80	113,23
	0,9	1,8	90	127,38
	1,0	2,0	100	141,54

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Tabela 4.6 - Descrição dos parâmetros utilizados para o laser de Er,Cr:YSGG *antes* da sinterização final para o teste de rugosidade

Potência Média (W)	Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
1,0	50	17,85
1,5	75	26,78
2,0	100	35,71
2,5	125	44,64
3,0	150	53,57
3,5	175	62,50

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Os resultados obtidos foram tabulados e analisados estatisticamente utilizando-se Análise de Variância de 1 fator para avaliar se existiam diferenças estatísticas entre os grupos ($p < 0,05$). Para localizar essas diferenças foi utilizado o teste de múltipla comparação de Tukey.

4.5 FASE 3 - TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA Y-TZP AO CIMENTO RESINOSO

Com base nos resultados das fases 1 (MO e MEV) e 2 (rugosidade), foram selecionados os parâmetros para a execução desta terceira fase. Foram selecionados dois parâmetros do laser de Nd:YAG e um parâmetro do laser de Er,Cr:YSGG, os quais apresentaram os maiores valores de rugosidade durante a fase 2, porém sem a formação de trincas ou danos muito acentuados visíveis ao microscópio eletrônico de varredura (detalhes dos critérios de escolha dos parâmetros serão apresentados na seção Resultados). Os parâmetros escolhidos estão apresentados na tabela 4.4.

Tabela 4.7 - Descrição dos tratamentos de superfície utilizados para o teste de microcisolamento

	Potência média (W)	Taxa de repetição (Hz)	Energia (mJ)	DE* (J/cm ²)
Nd:YAG	1,2	20	60	84,92
	1,6	20	80	113,23
Er,Cr:YSGG	3,0	20	159	53,57
Rocatec	-	-	-	-

*Calculada pela fórmula $DE = E / A$, onde DE é a densidade de energia, E é energia (J) e A é a área do feixe laser (cm²).

Após o tratamento de superfície dos corpos-de-prova e realização da sinterização final, foi necessária a inclusão dos espécimes em resina acrílica para viabilizar a fixação das amostras na máquina de ensaio para o teste de microcisolamento. Para tanto, uma resina acrílica autopolimerizável em sistema pó/líquido foi utilizada da seguinte forma: as superfícies tratadas dos corpos-de-prova foram isoladas com lubrificante a base de água (K-Y® gel lubrificante, Johnson&Johnson, São Paulo, BRA) e posicionadas em contato com uma placa de vidro polido também isolada com o mesmo lubrificante. Em seguida, um tubo de PVC com 20mm de diâmetro interno e 10mm de altura foi posicionado sobre a mesma placa de vidro, de modo que o corpo-de-prova ficasse no centro do tubo. O tubo foi então preenchido com o pó da resina acrílica (JET Clássico, São Paulo, BRA) até que todo o corpo-de-prova estivesse recoberto para que posteriormente

fosse gotejado o monômero (JET Clássico, São Paulo, BRA) de modo que todo o pó fosse umedecido. Após a polimerização da resina, todos os corpos-de-prova foram limpos em cuba ultrassônica (Kondortech, São Paulo, BRA) imersos em álcool por 5 minutos e secos com jatos de ar.

Os corpos-de-prova já inclusos foram analisados em lupa estereoscópica para verificar se havia ausência de resina sobre a superfície tratada da Y-TZP. Após este procedimento, foram recortados fragmentos de fita adesiva dupla face ácido-resistente (Tectape, Manaus, AM, BR) de 0,05mm de espessura e dimensões suficientes para recobrir toda a superfície do corpo-de-prova. Em cada fragmento de fita foram realizadas 4 perfurações circulares alinhadas duas a duas com 0,8mm de diâmetro, utilizando-se um perfurador de lençol de borracha (Modelo Ainsworth, Wilcos do Brasil Indústria e Com. Ltda., Petrópolis, RJ, BR). Uma das faces adesivas da fita foi aderida à superfície da cerâmica, delimitando-a com circunferências de 0,8mm de diâmetro. Estes procedimentos foram realizados conforme descrito por Shimaoka e col. [78].

Neste momento, todos os corpos-de-prova receberam a aplicação de uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA) conforme as recomendações do fabricante. Em seguida, na outra face da fita dupla face, foi posicionado um tubo plástico (Tygon, Norton Performance Plastic Co, Cleveland, OH, USA) com diâmetro interno de 0,8mm e 0,5mm de altura, de forma que seu diâmetro interno coincidissem com a perfuração da fita. Após o posicionamento dos 4 tubos nas 4 perfurações de cada corpo-de-prova, estes foram preenchidos com os cimentos resinosos de dupla ativação, sendo que 2 tubos foram preenchidos com o cimento autoadesivo RelyX U100 (Self-Adhesive Universal Resin Cement, 3M/ESPE, Seefeld, Alemanha) e os outros 2 tubos foram preenchidos com o cimento Panavia (Kuraray, Okayama, Japão). Para este procedimento, foram utilizadas seringas para insulina de 0,3mL e agulha curta com calibre de 0,3mm (BD Ultra-Fine™ II, Franklin Lakes, NJ, USA).

Após o preenchimento dos tubos plásticos, os excessos de cimento foram removidos com o auxílio de uma espátula, com subsequente fotoativação por 40s, utilizando-se um aparelho fotopolimerizador (Astralis 3, Ivoclar Vivadent, Austrália), com potência de 500mW/cm², a qual foi mensurada pelo radiômetro Demetron Research Co. (Danbury, CT, USA). Desta forma, obteve-se um total de 12 corpos-

de-prova para cada tratamento de superfície com 2 cilindros de cada cimento resinoso por corpo-de-prova.

Após a confecção dos cilindros de cimentos resinosos, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada à temperatura de 37°C em estufa por 24h. Passado este período, os tubos plásticos foram cortados e removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi (Embramed, Jurubatuba, SP, BR) e todos os espécimes foram observados em lupa estereoscópica com aumento de 40x para a certificação da ausência de defeitos antes de serem submetidos ao ensaio mecânico de microcisalhamento (Figura 4.3).

Figura 4.4 - Tubos plásticos preenchidos com os dois tipos de cimentos resinosos e cilindros de cimento após a remoção dos tubos plásticos

Os espécimes foram fixados ao dispositivo da máquina universal de testes (Kratos), de modo que os cilindros de cimento resinoso permanecessem alinhados com a célula de carga.

Um fio metálico de 0,2 mm de diâmetro (fio ortodôntico de aço inoxidável para amarrilho – Morelli Ortodontia, Sorocaba, BR) laçava o prolongamento da célula de carga da máquina e simultaneamente um cilindro de cimento resinoso. O fio era mantido em contato com o semicírculo inferior dos cilindros e também com a superfície da cerâmica. A força de cisalhamento foi aplicada a uma velocidade de 0,5 mm/min até que ocorresse a fratura do espécime (cilindro de cimento).

Para a avaliação dos padrões de fratura foi necessário realizar uma evidenciação do possível remanescente de cimento resinoso, uma vez que a

visualização era bastante difícil sobre a superfície cerâmica tratada com os lasers. Sendo assim, foi utilizada solução de Fucsina ácida a 4% diluída em água destilada (Labsynth Produtos para laboratório LTDA, Diadema, Brasil), na qual os corpos-de-prova foram mergulhados durante 1 minuto e posteriormente lavados em água corrente. Em seguida, a avaliação quanto aos padrões de fratura foi realizada, observando-se os corpos-de-prova em lupa estereoscópica com aumento de 40x.

As fraturas foram classificadas como:

Adesivas: falhas interfaciais entre cerâmica e cimento

Coesivas: falhas exclusivas na estrutura cerâmica ou no cimento

Mista: quando existia mais de um padrão de fratura

Os valores de carga no momento da fratura, registrados em Newton (N), foram transformados em MegaPascal (MPa) pela fórmula $MPa = \frac{N}{A}$, onde A representa a área da secção transversal do cilindro de cimento resinoso em mm².

Para a análise estatística os dados foram submetidos a testes de premissas (normalidade e homogeneidade). Um modelo de ANOVA de fator duplo do tipo “Split-Plot” foi utilizado para tratamento dos dados, sendo o fator principal cimentos, vinculado com dois níveis (Panavia e RelyX U100), e o outro fator principal, tratamentos de superfície com 4 níveis (Nd:YAG 1,2W, Nd:YAG 1,6W, Er,Cr:YSGG 3W e Rocatec). A partir de valores de *p* significantes, a múltipla comparação dos dados foi realizada pelo teste de Games-Howell.

5 RESULTADOS

5.1 FASE 1 – MO e MEV

A análise morfológica dos efeitos dos tratamentos de superfície com diferentes lasers em MO e MEV demonstrou que todos os parâmetros testados foram capazes de modificar a superfície da Y-TZP, porém com características muito diversas.

Nas figuras 5.1 a 5.29 são apresentadas as imagens obtidas para todos os tratamentos realizados, tanto *antes* como *após* a sinterização final. Para melhor entendimento dos resultados, será feita uma descrição individual para cada tratamento utilizado. A figura 5.1 apresenta as fotomicrografias da cerâmica sem tratamento.

- Sistema Rocatec

As amostras tratadas com o sistema triboquímico apresentaram um padrão superficial bastante homogêneo, com vales pouco profundos caracterizando uma superfície mais rugosa em comparação com a amostra controle, sem tratamento (Fig. 5.2).

- *Er,Cr:YSGG*

O laser de *Er,Cr:YSGG* utilizado *após* a sinterização final da Y-TZP foi testado em quatro parâmetros diferentes que são apresentados na figura 5.3. Os dois menores parâmetros (2 W e 2,5 W) causaram poucas modificações na superfície cerâmica, com algumas áreas de alteração cromática. A partir da potência de 3 W, observou-se a formação de pontos de carbonização, com áreas enegrecidas, as quais estavam presentes em maior quantidade nas amostras irradiadas com o maior parâmetro (3,5 W). Este efeito pôde ser constatado por visualização direta, macroscopicamente. Além disso, foram observados pontos de derretimento superficial caracterizados por um aspecto vítreo de coloração enegrecida.

Comparando-se estes efeitos com o aspecto das superfícies observada nas figuras 5.1 e 5.2, que representam a Y-TZP somente fresada, e tratada pelo sistema Rocatec, respectivamente, constatou-se que as modificações superficiais observadas não são sugestivas de aumento da rugosidade superficial, e por este motivo, o tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG *após* a sinterização da cerâmica foi descartado das fases subseqüentes do estudo.

O tratamento da Y-TZP com o laser de Er,Cr:YSGG *antes* da sinterização final não causou alterações cromáticas na cerâmica (Figuras 5.4 a 5.9). Quando utilizadas as menores potências (1 W e 1,5 W), observou-se ao MO pouca modificação superficial, comparável com a superfície sem tratamento (Fig. 5.1). Com o aumento do parâmetro de irradiação, constatou-se a presença de concavidades com pouca variação de tamanho espalhadas pela superfície, caracterizando o efeito da ablação da cerâmica pelos pulsos do laser. Na análise em MEV não foram observadas trincas na superfície cerâmica, que apresentou-se em formato de escamas, sem muita variação neste padrão nas potências de 2 a 3,5 W.

- CO_2

A análise das amostras irradiadas com o laser de CO_2 *após* a sinterização final da Y-TZP (Figuras 5.10 a 5.12), demonstrou que a superfície cerâmica não apresentou grandes alterações quando o parâmetro de 2W foi utilizado (Fig. 5.10). A medida que aumentou-se o parâmetro laser, foi possível observar a presença de trincas em forma de escamas se propagando em todas as direções, principalmente em profundidade quando utilizado o parâmetro de 4W (Fig. 5.12).

O laser de CO_2 utilizado para o tratamento *antes* da sinterização final da Y-TZP, promoveu importantes modificações superficiais, diversas daquelas produzidas pelo mesmo laser quando utilizado na cerâmica já sinterizada (Figuras 5.13 a 5.15). Ao MO verificou-se a formação de trincas em toda a superfície cerâmica, com algumas áreas de aglomerados sugestivos de derretimento da superfície e perda de estrutura. A análise em MEV demonstrou a formação de uma superfície em escamas, onde as bordas parecem se sobrepor.

Assim como no tratamento realizado *após* a sinterização final, com o aumento dos parâmetros observou-se maior dano à estrutura cerâmica, que pôde ser

observado inclusive macroscopicamente, sugerindo que estes tratamentos talvez não devam ser utilizados na Y-TZP.

- *Nd:YAG*

O laser de Nd:YAG nos parâmetros de irradiação *após* a sinterização da Y-TZP apresentou um padrão de derretimento superficial e alteração cromática significativa, identificados macroscopicamente (Figuras 5.16 e 5.17) . Pela análise em MEV, observou-se que com o menor parâmetro utilizado (2 W-20 Hz-100mJ) este padrão de derretimento ficou melhor evidenciado, com elevações, crateras e presença de poros heterogêneos, além de trincas de tamanho considerável, como apresentado pela figura 5.16A, onde se observa o sentido de propagação da trinca entre os cristais de zircônia. Na figura 5.17, que apresentam a Y-TZP tratada com o maior parâmetro *após* a sinterização final (4 W-20 Hz-200mJ), observa-se um aumento na quantidade de trincas presentes e também regiões com grande perda estrutural.

O tratamento da Y-TZP com o laser de Nd:YAG *antes* da sinterização final, não causou alteração cromática em nenhum dos 12 parâmetros testados (Figuras 5.18 a 5.29). Em geral, os padrões das alterações observadas foram semelhantes em todos os parâmetros, com a formação de espículas, como se fossem lascas de cerâmica originadas a partir do derretimento e solidificação da cerâmica de superfície. A diferença observada entre os tratamentos foi quanto à intensidade dessas alterações. Os parâmetros que utilizavam potências menores (0,5W - 10Hz e 1W - 20Hz), apresentaram efeitos mais brandos, sendo possível a observação de áreas características de derretimento, intercaladas com regiões que se assemelham à superfície inicial, sem tratamento. Comparando-se os efeitos dos tratamentos em MEV, observou-se que o parâmetro de 1,2W - 20Hz (Figura 5.25) se destacou por ser o único a promover alterações morfológicas significantes, porém sem a característica de destacamento da superfície tratada, como nos demais parâmetros utilizados, sugerindo ser um tratamento eficiente e não tão agressivo quanto os demais.

Com base nos resultados apresentados, os lasers de Er,Cr:YSGG e Nd:YAG nos parâmetros de tratamento *após* a sinterização final da Y-TZP e o laser de CO₂ em todos os parâmetros, tratados *antes* ou *após* a sinterização, foram excluídos da Fase 2 por apresentarem características não desejáveis para o propósito deste

estudo. Portanto, apenas os parâmetros de tratamento *antes* da sinterização final, tanto para o laser de Nd:YAG, quanto para o laser de Er,Cr:YSGG foram testados na fase 2.

Figura 5.1 - Fotomicrografias do controle sem tratamento. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.2 - Fotomicrografias do tratamento com Rocatec. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.3 - Fotomicrografias em MO dos tratamentos com laser de Er,Cr:YSGG aplicado *após* a sinterização. **A** – 2,0W x40; **B** – 2,5W x30; **C**- 3,0W x40; **D** – 3,5W x30

Figura 5.4 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 1,0 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.5 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 1,5 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x1500; **B** MO x20

Figura 5.6 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 2,0 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** MO x30

Figura 5.7 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 2,5 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.8 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 3,0 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.9 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro 3,5 W aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** MO x20

Figura 5.10 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO_2 com o parâmetro 2,0 W aplicado *após* a sinterização. **A** – MEV x2000; **B** MO x20

Figura 5.11 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO_2 com o parâmetro 3,0 W aplicado *após* a sinterização. **A** – MEV x2000; **B** MO x20

Figura 5.12 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO_2 com o parâmetro 4,0 W aplicado *após* a sinterização. **A** – MEV x5000; **B** MO x80

Figura 5.13 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO₂ com o parâmetro 2,0 W aplicado *antes* a sinterização. **A** – MEV x2000; **B** – MEV 5000x; **C** MO x80

Figura 5.14 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO₂ com o parâmetro 3,0 W aplicado *antes* a sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MEV 2000x; **C** MO x20

Figura 5.15 - Fotomicrografias do tratamento com laser de CO₂ com o parâmetro 4,0 W aplicado *antes* a sinterização. **A** – MEV x50; **B** – MEV 500x; **C** MO x30

Figura 5.16 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 2,0W – 20Hz aplicado *após* a sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MEV 3000x; **C** MO x40

Figura 5.17 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 4,0W – 20Hz aplicado *após* a sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MEV 1500x; **C** MO x40

Figura 5.18 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 0,5W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x20

Figura 5.19 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 0,6W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x20

Figura 5.20 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 0,7W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x20

Figura 5.21 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 0,8W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x30

Figura 5.22 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 0,9W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x20

Figura 5.23 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,0W – 10Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x20

Figura 5.24 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,0W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x30

Figura 5.25 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,2W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x40

Figura 5.26 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,4W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x40

Figura 5.27 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,6W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x40

Figura 5.28 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 1,8W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x40

Figura 5.29 - Fotomicrografias do tratamento com laser de Nd:YAG com o parâmetro 2,0W – 20Hz aplicado *antes* da sinterização. **A** – MEV x500; **B** – MO x40

5.2 FASE 2 – AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Como apresentado na sessão anterior, os resultados observados na Fase 1 deste estudo sugeriram que os tratamentos de superfície da Y-TZP, *antes* da sinterização final com os lasers de Nd:YAG e Er,Cr:YSGG foram capazes de modificar favoravelmente a superfície cerâmica. Por este motivo, esses dois lasers foram escolhidos para a realização da Fase 2 do estudo, na qual avaliou-se a rugosidade superficial dos espécimes para selecionar os tratamentos a serem utilizados na fase 3 deste estudo.

As análises foram realizadas para cada laser separadamente e os valores de rugosidade média (Ra) foram utilizados como variável de resposta. Os dados foram tratados em uma ANOVA de fator único para dados independentes e, seguindo um valor “F” significativo, as múltiplas comparações foram feitas pelo teste de TUKEY HSD. Para o laser de Nd:YAG foram irradiadas três amostras de cada parâmetro, num total de 12 tratamentos mais um tratamento controle, feito com o sistema Rocatec.

A tabela 5.1 traz o resultado da ANOVA de fator único para este experimento.

Tabela 5.1- ANOVA de fator único para os dados de rugosidade para os tratamentos com o laser de Nd:YAG

Fonte de Variação	gl	SQ	QM	F ^a	Sig(p).	F crit
Tratamentos	12	283,86	23,65	2,85	0,012	2,15
Erro (Resíduo)	26	215,51	8,29			
Total	38	499,37				

gl = graus de liberdade; SQ = Soma dos Quadrados; QM = Quadrado Médio; F = Valor “F” obtido; F crit = Valor “F” tabelado; a. Computado usando alfa =0,05

O resultado da ANOVA (Tabela 5.1), mostrou que $F(12,26)=2,85$ e $p=0,012$, indicando haver diferença entre os tratamentos propostos.

O teste complementar de múltipla comparação de TUKEY, disposto na tabela 5.2, mostrou que os maiores valores de Ra foram obtidos pelo parâmetro 1,6 W –

20Hz, e os menores pelos parâmetros 0,5 W – 10Hz e Rocatec. Os demais parâmetros apresentaram valores intermediários.

Tabela 5.2 - Múltiplas comparações dos grupos experimentais de Nd:YAG, pelo método de Tukey

Tratamentos	N	Média	DP	Tukey HSD
1,6W-20Hz	3	11,623	3,419	A
1,8W-20Hz	3	8,861	2,553	A B
1,2W-20Hz	3	8,418	3,196	A B
0,8W-10Hz	3	8,383	0,328	A B
1,4W-20Hz	3	8,192	2,361	A B
0,9W-10Hz	3	7,338	4,604	A B
2,0W-20Hz	3	7,304	2,985	A B
1,0W-20Hz	3	6,629	4,404	A B
0,7W-10Hz	3	6,171	0,719	A B
0,6W-10Hz	3	5,628	3,983	A B
1,0W-10Hz	3	4,032	2,584	A B
0,5W-10Hz	3	2,313	1,048	B
ROCATEC	3	1,297	0,026	B

Para o laser de Er,Cr:YSGG foram testados 6 parâmetros diversos, mais um tratamento controle, feito com o sistema Rocatec.

A tabela 5.3 traz o resultado da ANOVA de fator único para os tratamentos com o laser de Er,Cr:YSGG.

Tabela 5.3 - ANOVA de fator único para os dados preliminares de rugosidade para os tratamentos com o laser de Er:YSGG

Fonte de Variação	gl	SQ	QM	F	Sig(p).	F crit
Tratamentos	6	51,24	8,54	6,66	0,002	2,15
Erro (Resíduo)	14	17,95	1,28			
Total	20	69,19				

gl = graus de liberdade; **SQ** = Soma dos Quadrados; **QM** = Quadrado Médio; **F** = Valor “F” obtido; **F crit** = Valor “F” tabelado; **a.** Computado usando alfa =0,05

O resultado da ANOVA (Tabela 5.3), mostrou que $F(6,14)=6,66$ e $p=0,002$, indicando haver diferença entre os tratamentos propostos.

O teste complementar de múltipla comparação de TUKEY, disposto na tabela 5.4, mostrou que os maiores valores de Ra foram obtidos pelas superfícies

irradiadas com o parâmetro 3W, e os menores pelos parâmetros 1W, 1,5W e Rocatec. Os demais parâmetros (3,5W, 2,5W e 2W) apresentaram valores intermediários.

Tabela 5.4 - Múltiplas comparações dos grupos experimentais de Er,Cr:YSGG, pelo método de Tukey

Tratamentos	N	Média	DP	Tukey HSD
3,0W	3	6,051	1,991	A
3,5W	3	3,802	0,693	A B
2,5W	3	3,002	1,002	A B
2,0W	3	2,977	1,694	A B
1,0W	3	1,701	0,496	B
1,5W	3	1,379	0,639	B
ROCATEC	3	1,297	0,026	B

A partir dos resultados descritos nesta Fase 2, e também levando-se em consideração os resultados observados na fase 1 (MEV e MO), os tratamentos selecionados para a realização dos testes de resistência adesiva foram: laser de Er,Cr:YSGG com o parâmetro de 3W (maior valor de rugosidade); laser de Nd:YAG com os parâmetros 1,6 W-20 Hz (maior valor de rugosidade) e 1,2 W-20 Hz, devido às características favoráveis observadas na fase 1; e jateamento com sistema Rocatec.

5.3 FASE 3 - Teste de resistência adesiva

Esta fase do estudo possui uma variável dependente, Resistência Adesiva mensurada em teste de Microcissalhamento, cuja unidade é MPa. Os fatores de variação são dois: Cimentos Resinosos e Tratamentos de Superfície. A tabela 5.5 traz a estatística descritiva e os parâmetros estatísticos dos dados.

Tabela 5.5 - Estatística descritiva e os parâmetros estatísticos dos dados. Variável dependente: Resistência Adesiva. Unidade = MPa

Cimentos	Tratamentos	Média	EP	DP	Var	Min	Max	Amp	Q1 (25%)	Med. (50%)	Q3 (75%)	CV(%)
Panavia	Er,Cr:YSGG - 3W-20Hz	2,50	0,64	2,21	4,89	0,54	7,37	6,83	0,77	1,56	4,01	88,46
	Nd:YAG - 1,2W-20Hz	10,43	1,27	4,41	19,44	1,27	16,05	14,78	8,23	11,02	14,31	42,29
	Nd:YAG 1,6W-20Hz	10,97	1,60	5,55	30,85	3,22	21,90	18,68	6,34	10,25	14,90	50,65
	ROCATEC	21,13	1,35	4,67	21,78	14,44	27,61	13,17	16,14	21,46	25,73	22,09
RelyX	Er,Cr:YSGG - 3W-20Hz	0,36	0,10	0,33	0,11	0,00	0,98	0,98	0,15	0,25	0,58	92,40
	Nd:YAG - 1,2W-20Hz	9,15	1,43	4,95	24,46	4,39	21,56	17,17	5,40	8,20	10,83	54,05
	Nd:YAG 1,6W-20 Hz	11,73	0,95	3,30	10,87	7,51	17,80	10,29	9,95	10,54	14,36	28,11
	ROCATEC	20,71	0,94	3,26	10,63	16,05	27,51	11,46	18,52	19,64	22,96	15,74

N=12; **Med(50%)**=Mediana; **EP**=Erro-Padrão; **Var**=Variância; **Amp**=Amplitude; **Min**=Mínimo; **Max**=Máximo; **Q1(25%)**=Primeiro Quartil; **Q3(75%)**=Terceiro Quartil; **CV**=Coeficiente de Variação

Modelo experimental

O modelo estatístico escolhido para a análise dos dados deste estudo foi o teste paramétrico de Análise de Variância (ANOVA), do tipo “SPLIT-PLOT”, de dois fatores (um vinculado e um independente), sendo a variável dependente, Resistência Adesiva (RAD) (unidade = MPa) e os dois fatores de variação: Cimentos Resinosos, vinculado, em 2 níveis (**Panavia e RelyX**); e Tratamentos de Superfície, independente, em 4 níveis (**Er,Cr:YSGG – 3W–20Hz; Nd:YAG - 1,2W-20Hz; Nd:YAG 1,6W-20 Hz e Rocatec**).

Teste de normalidade

Tabela.5.6- Teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov (KS), para a variável dependente (RAD)

Cimentos	Estatística (SW)	gl	Sig(p).
RelyX	0,932	48	0,008
Panavia	0,943	48	0,022

gl = graus de liberdade
alfa = 0,05

O teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov (KS) (Tabela 5.6) apontou que a variável RAD não se apresenta normalmente distribuída, com valores de

$p < 0.05$ para ambos os cimentos RelyX ($p = 0,008$) e Panavia ($p = 0,022$), entretanto o teste F da ANOVA é conhecido robusto a falta de normalidade.

Teste de homogeneidade

Tabela 5.7 - Teste de homogeneidade de Levene†, para a variável dependente (RAD)

Cimentos	F (Levene)	gl1	gl2	Sig(p).
RelyX	4,96	3	44	0,005
Panavia	2,31	3	44	0,089

†Testa a hipótese nula na qual o erro da variância da variável dependente é igual em todos os grupos.

Design: Intercept+Tratamentos;

Fator vinculado=Cimentos

F = Teste F (LEVENE)

gl1 = graus de liberdade do numerador

gl2 = graus de liberdade do denominador

alfa = 0,05

O teste de homogeneidade de Levene (Tabela 5.7) apontou que a premissa de homogeneidade ($p > 0,05$) foi observada apenas para os valores de RAD, para o cimento Panavia ($p = 0,089$). Já para o cimento RelyX, os dados apresentaram desvio desta condição, com variâncias não homogêneas ($p = 0,005$).

Análise de Variância (ANOVA)

Tabela 5.8- ANOVA SPLIT-PLOT de fator duplo, para os dados de Resistência Adesiva

Origem	Fonte de Variação	gl	SQ	QM	F	Sig.	F crit
Vinculados	Cimentos	1	14,16	14,16	1,47	0,23	4,06
	Cimentos * Tratamentos	3	27,64	9,21	0,96	0,42	2,82
	Erro(Cimentos) - Resíduo I	44	422,70	9,61			
Independentes	Intercept	1	5673,38	5673,38	536,38	2,81E-26	4,06
	Tratamentos	3	2298,98	766,33	72,45	4,67E-17	2,82
	Erro - Resíduo II	44	465,39	10,58			

gl = graus de liberdade; **SQ** = Soma dos Quadrados; **QM** = Quadrado Médio; **F** = Valor "F" obtido; **F crit** = Valor "F" tabelado; **a.** Computado usando alfa = 0,05

O resultado do teste de ANOVA “SPLIT-PLOT” (Tabela 5.8) é dividido em duas partes, sendo que a primeira diz respeito à análise do fator vinculado (CIMENTOS) e sua interação com o fator independente; e a segunda parte diz respeito somente ao fator independente (TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE).

O resultado da primeira parte da ANOVA (Tabela 5.8) aponta que o fator vinculado (CIMENTO) $F(1,44)=1,47$ e $p=0,23$ é não significativa. O valor de RAD para o Cimento RelyX ($10,5\pm 8,0$ MPa) é semelhante ao valor do Cimento Panavia ($11,3\pm 7,9$ MPa).

Da mesma maneira, a interação de dois fatores, CIMENTOS*TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE $F(3,44)=0,96$ e $p=0,42$, é não significativa. Isto significa que o comportamento dos níveis do fator CIMENTO em relação aos níveis do fator TRATAMENTOS são matematicamente semelhantes. A figura 5.30, ilustra tal comportamento.

Figura 5.30 – Perfis da interação entre CIMENTOS*TRATAMENTOS

Os resultados acima apontam que o fator CIMENTOS e sua interação com o fator TRATAMENTOS não influenciam no comportamento da variável RAD. Em

outras palavras, o comportamento da variável RAD é independente do Fator CIMENTOS.

Quanto à segunda parte, o fator independente, TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE $F(3,44)=72,45$, $p=4,67E-17$ é significativa, indicando que há indícios para se afirmar que existem diferenças entre os níveis deste fator.

Devido à não significância do fator CIMENTOS, os valores de RAD puderam ser tratados independentemente. Sendo assim, a ANOVA de fator único, do fator independente (Tabela 5.8), tornou-se suficiente para a análise dos dados. Nesta análise, os valores de RAD de ambos os cimentos foram reduzidos a valores médios, em função dos seus respectivos grupos experimentais.

A estatística descritiva e os parâmetros estatísticos dos valores médios, tratados na ANOVA de fator único para os dados independentes, independente do tipo de cimento (Tabela 5.8), estão dispostos na tabela 5.9.

Tabela 5.9 - Estatística descritiva e os parâmetros estatísticos dos dados para o fator TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE. Variável dependente: Resistência Adesiva (RAD). Unidade = MPa

Tratamentos	Média	EP	DP	Var	Min	Max	Amp	Q1 (25%)	Med. (50%)	Q3 (75%)	CV(%)
Er,Cr:YSGG - 3W-20Hz	1,43	0,35	1,21	1,46	0,37	4,00	3,64	0,51	0,87	2,12	84,38
Nd:YAG - 1,2W-20Hz	9,79	1,16	4,00	16,03	3,75	16,85	13,10	6,84	9,51	12,57	40,91
Nd:YAG 1,6W-20 Hz	11,35	1,05	3,64	13,27	5,37	17,15	11,78	9,21	9,90	15,15	32,10
ROCA TEC	20,92	0,98	3,40	11,55	16,61	26,93	10,32	17,81	20,60	23,41	16,24

N=12; **Med(50%)**=Mediana; **EP**=Erro-Padrão; **Var**=Variância; **Amp**=Amplitude; **Min**=Mínimo; **Max**=Máximo; **Q1(25%)**=Primeiro Quartil; **Q3(75%)**=Terceiro Quartil; **CV**=Coeficiente de Variação

O teste complementar de múltipla comparação de GAMES-HOWELL (GH) foi aplicado para se localizar as possíveis diferenças existentes entre os níveis dos tratamentos. Este teste foi utilizado, por ser indicado nos casos onde as premissas de normalidade e homogeneidade não se verificaram para os dados experimentais. O teste realiza todos os contrastes “pairwise” entre os níveis dos tratamentos, ajustando os graus de liberdade, e por consequência o erro, para cada comparação, pelo método de ajuste de SATTERWAITE, garantindo assim que todos os contrastes sejam feitos a um alfa nominal de 0,05.

A tabela 5.10 traz o teste complementar de múltipla comparação de GAMES-HOWELL (GH) para as médias do Fator Tratamentos.

Tabela 5.10 – Teste de Games-Howell (GH) para os níveis do fator Tratamentos

Tratamentos	N	Agrupamentos		
		A	B	C
ROCATEC ^C	12			20,92±3,40
Nd:YAG 1,6W-20 Hz ^B	12		11,35±3,64	
Nd:YAG - 1,2W-20Hz ^B	12		9,79±4,00	
Er,Cr:YSGG - 3W-20Hz ^A	12	1,43±1,21		

Letras (índices) diferentes indicam diferença estatística

Os dados estão dispostos em média ± desvio-padrão.

N=12, alfa =0.05

O resultado do teste GH, (Tabela 5.10) e a ilustração dos intervalos de confiança de 95% dos dados (Figura 5.31), mostraram que os menores valores de RAD, que é o menor intervalo na figura 5.31, foram apontados para o tratamento Er,Cr:YSGG - 3W-20Hz (1,43±1,21)^A, os grupos Nd:YAG - 1,2W-20Hz (9,79±4,00)^B e Nd:YAG - 1,6W-20Hz (11,35±3,64)^B, apresentaram valores estatisticamente superiores ao tratamento anterior, porém sendo semelhantes entre si, ou seja, os intervalos intercalantes intermediários da figura 5.31. Por fim, os maiores valores de RAD, que é o maior intervalo da figura 5.31, foram apontados para o tratamento Rocatec (20,92±3,40)^C.

Figura 5.31 – Intervalos de confiança de 95% dos níveis do fator Tratamentos. Linha pontilhada = Média geral dos dados. Linha tracejada = Média geral do cimento RelyX. Linha intertrilhada (ponto-traço) = Média geral do cimento Panavia

Distribuição dos tipos de falhas

Figura 5.32 – Representação dos tipos de falhas. **A** – adesiva; **M** – mista

Os modos de fratura foram avaliados em estereomicroscópio com aumento de 40X (Figura 5.32). Observou-se que não ocorreram falhas coesivas. As falhas das amostras tratadas com o sistema Rocatec, para os dois tipos de cimentos, foram do tipo mista em sua totalidade. O tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG apresentou falhas exclusivamente adesivas. Para os tratamentos com o laser de Nd:YAG a distribuição foi semelhante entre falhas adesivas e mistas. A distribuição dos tipos de fraturas em porcentagens está representada na tabela 5.11.

Tabela 5.11 – Porcentagens de distribuição dos tipos de falhas após o teste de microcissalhamento

Tipos de falhas	Er,Cr:YSGG 1,6W+Panavia	Er,Cr:YSGG 1,6W+RelyX	Nd:YAG 1,2W+Panavia	Nd:YAG 1,2W+RelyX	Nd:YAG 1,6W+Panavia	Nd:YAG 1,6W+RelyX	ROCATEC +Panavia	ROCATEC +RelyX
Adesiva	100%	100%	25%	54%	46%	37%	0	0
Coesiva	0	0	0	0	0	0	0	0
Mista	0	0	75%	46%	54%	63%	100%	100%

6 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou alternativas de condicionamento da Y-TZP por meio do tratamento de superfície com diferentes lasers, aplicados em dois momentos distintos: *antes* ou *após* a sinterização final da cerâmica. O tratamento da superfície com laser tem como principal objetivo gerar uma superfície rugosa com características micro-rententivas que favoreçam a resistência de união entre esse material e o cimento resinoso.

A maioria dos trabalhos que avaliam os tratamentos de superfície em cerâmicas de zircônia policristalina estabilizada por ítria, realiza estes procedimentos após a sinterização, o que acaba gerando danos no material. É o caso dos tratamentos com jateamento de partículas de Al_2O_3 , do sistema triboquímico, e dos tratamentos com lasers, que apesar de apresentarem bons resultados de resistência adesiva com os cimentos resinosos, são criticados por inserirem defeitos na cerâmica e induzirem a transformação de fase $t \rightarrow m$, reduzindo sua resistência à fratura tanto imediata como a longo prazo [79, 80].

O lasers de Er:YAG e Er,Cr:YSGG, por exemplo, tem a habilidade de remover partículas da superfície irradiada por meio de micro-explosões e por vaporização, processo chamado ablação. Estas micro explosões produzem uma superfície cerâmica com alta rugosidade, que pode favorecer a resistência de união desse tipo de cerâmica aos cimentos resinosos. Entretanto, as mudanças bruscas de temperatura que ocorrem na cerâmica durante o tratamento com os lasers podem gerar tensões residuais indesejáveis e danificar o material ou induzir a transformação de fase de tetragonal para monoclinica [81, 82].

Na busca por tratamentos de superfície eficientes na formação de micro-retenções, mas que não provoquem danos às cerâmicas, recentemente foram publicados novos estudos avaliando os efeitos do jateamento da Y-TZP *antes* da sinterização final, sendo relatado que este tratamento de superfície é eficiente para aumentar a resistência adesiva entre a cerâmica e os cimentos resinosos, com valores de adesão semelhantes aos obtidos com o tratamento pós-sinterização, porém sem causar transformação de fase $t \rightarrow m$ [48, 83].

Neste sentido, no presente estudo o tratamento da Y-TZP com os lasers *antes* da sinterização final, foi proposto com a hipótese de que os efeitos deletérios

dos lasers, como alterações cromáticas, seriam revertidos durante o procedimento de sinterização, assim como a transformação de fase, a qual não seria influenciada pelo tratamento, já que o material estaria em seu estado monoclinico no momento da irradiação e seria totalmente transformada em tetragonal quando sinterizada. Além disso, a contração dos cristais de zircônia e sua consequente redução de volume durante a sinterização poderiam minimizar ou eliminar os possíveis defeitos originados pelo tratamento de superfície, como as trincas.

O levantamento bibliográfico dos estudos que utilizaram a tecnologia laser para tratamento de superfície das cerâmicas em geral, revelou a grande variedade de tipos de lasers e parâmetros testados, a disparidade dos resultados apresentados pelos autores e também à escassez de estudos quanto aos efeitos dos lasers, especificamente nas cerâmicas de zircônia policristalina [50, 51, 53, 60, 62, 64, 65, 67, 77, 84]. Observou-se ainda, que não existe relato na literatura do uso dos lasers como tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP *antes* da sua sinterização final.

Sendo assim, com base no levantamento desses dados, foram selecionados os parâmetros utilizados com maior frequência para os lasers de Nd:YAG, CO₂ e Er,Cr:YSGG, para serem testados no condicionamento da Y-TZP antes ou após a sinterização, para a determinação de parâmetros que promovessem o aumento dos valores de resistência adesiva com os cimentos resinosos.

Para essa avaliação dos tratamentos de superfície com os lasers, o presente estudo foi dividido em 3 fases, sendo as duas primeiras, a análise dos tratamentos em MEV e avaliação da rugosidade, seletivas para a escolha dos parâmetros a serem testados na terceira fase, de avaliação da resistência adesiva entre a Y-TZP condicionada com os tratamentos selecionados e dois cimentos resinosos.

A análise em MEV da Y-TZP tratada com os diferentes lasers demonstrou, em alguns casos, irregularidades na superfície cerâmica irradiada que, hipoteticamente, aumentariam a retenção mecânica entre a cerâmica e os cimentos resinosos [64]. Porém, como exposto no capítulo dos resultados, todos os tratamentos lasers realizados *após* a sinterização final da zircônia causaram danos ao material, como carbonização e trincas, ou ainda, não tiveram nenhum efeito devido a baixa densidade de energia utilizada, incapaz de alterar a superfície da Y-TZP. Resultados semelhantes foram observados por Stubinger e col. [60], que a partir da observação em MEV de implantes de zircônia tratados com os lasers de Er:YAG, não verificaram nenhum efeito de superfície nos parâmetros de 100 a 1000mJ. Entretanto, para o

laser de CO₂ com variações de potências de 2 a 4,5W, foram observados danos ao material, principalmente trincas, descritas pelos autores como semelhantes a lâminas de gelo, e que quanto maior a energia e o tempo de irradiação, maiores os danos observados [4, 65]. Outro estudo, avaliou o efeito do laser de Er:YAG no tratamento de superfície da Y-TZP e relatou excessiva deterioração da cerâmica, não sendo indicado para este fim [53], concorde com os resultados encontrados neste estudo.

Noda e col. [67], além da carbonização da superfície da Y-TZP tratada com o laser de Nd:YAG *após* a sinterização, observaram também a redução do conteúdo de oxigênio da superfície e a transformação de fase *t→m* da zircônia, avaliadas pelos métodos de espectroscopia por dispersão de energia e difratometria. Os autores relataram que o efeito da carbonização pode ser revertido com o aquecimento da Y-TZP a 1000°C por 5 minutos. Entretanto, as trincas originadas pela irradiação, permaneceram mesmo após o tratamento térmico, e foram definidas como algo inevitável ao tratamento com os lasers, pois durante a irradiação a superfície da cerâmica é aquecida de tal maneira que acaba derretendo, e quando a irradiação cessa, o resfriamento do material e sua solidificação provocam uma alteração de volume que leva a formação de trincas.

No presente estudo, com a constatação dos efeitos deletérios citados, causados pelos tratamentos de superfície da Y-TZP com todos os lasers nos parâmetros utilizados *após* a sinterização final, optou-se por eliminá-los do estudo e seguir com os tratamentos envolvendo lasers aplicados apenas *antes* da sinterização.

A avaliação da rugosidade de superfície da Y-TZP tratada, foi utilizada como ferramenta útil na identificação dos parâmetros lasers mais efetivos, uma vez que a criação de uma superfície rugosa implica uma maior área de superfície e é importante para gerar um íntimo contato entre os cimentos resinosos e as restaurações cerâmicas [77, 85].

Os resultados obtidos para o laser de Er,Cr:YSGG revelaram que os parâmetros com menores densidades de energia (1 e 1,5W), apresentaram rugosidade média estatisticamente semelhante àquela observada para o tratamento com o sistema triboquímico. Para esse laser, o mais alto valor de rugosidade foi observado para a potência de 3W.

Para o laser de Nd:YAG, o parâmetro que se destacou com os maiores valores de rugosidade foi 1,6W, com taxa de repetição de 20Hz. Todos os outros tratamentos apresentaram valores de rugosidade semelhantes ao Rocatec ($R_a=1,297$). Os valores de R_a obtidos neste estudo para o laser de Nd:YAG com 1,6W-20Hz ($R_a=11,623$), são semelhantes aos descritos por Paranhos e col. [63, 83], que utilizaram o parâmetro de 2W-20Hz para o mesmo laser ($R_a=11,991$). Esta diferença de parâmetros apresentados com valores de rugosidade semelhantes pode ser explicada pelo fato de que o tratamento com laser, no presente estudo, foi realizado na zircônia antes da sinterização final, diferentemente do estudo citado, que tratou a cerâmica já sinterizada, necessitando de maiores densidades de energia para obter a mesma rugosidade de superfície [83].

Pela comparação dos resultados de rugosidade com as imagens obtidas em MEV entre todos os tratamentos, observou-se que o parâmetro de 1,2 W-20 Hz para o laser de Nd:YAG foi o que apresentou um padrão de superfície com melhores características sugestivas para promover a adesão e sem a presença de trincas. Por este motivo, pela combinação dos resultados de rugosidade e MEV, foram selecionados dois parâmetros do laser de Nd:YAG (1,2 e 1,6 W, 20Hz) e o parâmetro de 3W para o laser de Er,Cr:YSGG, além do tratamento com o sistema Rocatec para serem testados na fase 3, que envolveu a avaliação da resistência adesiva da cerâmica aos cimentos resinosos.

As etapas preliminares descritas neste estudo (fases 1 e 2) foram necessárias devido a ampla variedade de tratamentos testados, o que inviabilizou a realização de testes de resistência adesiva com todos os grupos experimentais. Além disso, a confecção de corpos-de-prova em zircônia é um procedimento complexo. Desta forma, foi possível fazer uma seleção inicial durante as fases preliminares do estudo, na qual os tratamentos de superfície que não apresentaram resultados desejáveis foram identificados e descartados do teste de microcissalhamento.

O sistema triboquímico de silicatização Rocatec foi utilizado neste estudo como parâmetro de comparação aos tratamentos lasers testados, devido ao seu favorável desempenho em termos de resistência adesiva, sendo atualmente o método mais indicado para o condicionamento das cerâmicas policristalinas [2, 30, 41, 86-89]. A escolha deste procedimento como controle positivo, deveu-se à dificuldade de se conseguir algum resultado de adesão em amostras de cerâmica sem tratamento, uma vez que durante o estudo piloto, todos os cilindros de cimento

falharam espontaneamente, mesmo com pouco tempo de armazenamento (24h). Em testes preliminares, também foi testado o jateamento da Y-TZP antes da sinterização, com o sistema Rocatec, mas devido ao alto impacto das partículas de óxido de alumínio com a superfície porosa e pouco resistente da cerâmica pré-sinterizada, houve considerável destruição do material, inviabilizando este procedimento.

Apesar dos trabalhos demonstrarem que os tratamentos com os lasers apresentam resultados de resistência adesiva maiores ou iguais ao jateamento ou ao sistema triboquímico das cerâmicas [50, 62-64, 90], os resultados obtidos no presente estudo não nos permitem concluir o mesmo. Todos os tratamentos de superfície com os lasers testados neste estudo pelo teste de microcisalhamento, apresentaram valores de resistência adesiva inferiores àqueles observados pelo tratamento com o sistema Rocatec (20,92MPa), sendo o tratamento com o Er,Cr:YSGG (3W) o que apresentou os menores resultados de adesão (1,43MPa). Além disso, comparando-se os resultados do teste de resistência adesiva com a rugosidade mensurada para os diferentes tratamentos testados, observou-se que todos os tratamentos com laser apresentaram valores de adesão inferiores aos valores obtidos pelo tratamento com o sistema Rocatec, porém o menor valor de rugosidade foi observado para esse sistema.

Diversos fatores podem estar relacionados com a disparidade entre os resultados encontrados neste estudo e os relatados na literatura. O primeiro deles, pode ser justamente devido ao fato dos tratamentos testados no presente estudo terem sido aplicados *antes* da sinterização da zircônia, pois quando sinterizada, a cerâmica apresenta uma redução em volume de aproximadamente 20% e durante este processo a área da superfície tratada diminui, sendo menos efetiva para conferir uma boa adesão aos cimentos resinosos [34, 83, 91].

Outro fator que deve ser levado em consideração, é que poucos estudos testaram os tratamentos com lasers na cerâmica Y-TZP. A maioria dos trabalhos que relatam altos valores de adesão com os tratamentos laser, em comparação aos utilizados mais frequentemente como o sistema Rocatec, foram testados em compósitos cerâmicos, vitrocerâmicas ou porcelanas. A diferença entre a Y-TZP e estes materiais é basicamente microestrutural, uma vez que todos são bifásicos e apresentam uma fase amorfa, menos resistente aos tratamentos de superfície do que as cerâmicas de zircônia policristalina como a Y-TZP, que não apresenta fase

amorfa [52, 59, 62-65, 92, 93]. Além disso, os altos valores de adesão observados para o sistema Rocatec são obtidos, não só pela formação de uma superfície micro retentiva, mas também por este tratamento promover a deposição de partículas de sílica na superfície cerâmica, as quais irão reagir com o agente silano, que por sua vez se ligará ao cimento resinoso formando uma união estável [10, 94]. Infelizmente, o tratamento com laser não oferece nenhum componente químico adicional que possa potencializar a interação química da superfície da Y-TZP com o cimento resinoso.

Durante o desenvolvimento da fase experimental deste estudo, houve uma dificuldade de padronização da superfície cerâmica, pois o polimento com discos de lixa ou soluções abrasivas era um procedimento inviável para ser aplicado à cerâmica pré sinterizada, devido a sua baixa resistência ao desgaste. Sendo assim, optou-se por desgastar a superfície cerâmica com o instrumento cortante rotatório diamantado utilizado nos módulos de usinagem para a confecção de próteses pelo sistema CAD/CAM. Este procedimento foi selecionado visando, não só uma superfície padronizada para receber os diferentes tratamentos, mas também buscando uma superfície mais próxima do que se observa na clínica, já que a maioria das peças protéticas de cerâmica Y-TZP são confeccionadas pela técnica de fresagem de blocos pré-sinterizados.

Esta padronização da superfície cerâmica é um ponto a ser discutido, uma vez que, diversos estudos que testaram os tratamentos de superfície com lasers, utilizaram o jateamento com partículas de Al_2O_3 previamente ao tratamento a ser testado [52, 63, 77]. Eduardo e col. [62], em estudo que avaliava diferentes parâmetros do laser de Er,Cr:YSGG para tratamento de superfície do compósito cerâmico In-Ceram Alumina, descreveram que durante a preparação dos espécimes, estes foram polidos com soluções diamantadas e posteriormente jateadas com partículas de Al_2O_3 de $110\mu\text{m}$, antes do tratamento com o laser. Os autores justificam este procedimento, afirmando que o jateamento se faz necessário para a remoção de camadas de contaminação da superfície cerâmica. Entretanto, como já citado anteriormente, o jateamento da superfície cerâmica pode inserir defeitos no material e, dependendo do teste a ser realizado, pode-se ter um mascaramento dos efeitos do tratamento que se quer avaliar.

Existem evidências de que altos valores de adesão à cerâmica Y-TZP podem ser obtidos pela utilização de materiais com afinidade química por óxidos metálicos

[2, 8, 27, 30, 95], como monômeros fosfatados que reagem quimicamente com os óxidos de zircônia, promovendo uma adesão altamente resistente à água [2, 40, 96]. É o caso dos cimentos utilizados neste estudo. O cimento Panavia F apresenta em sua composição monômeros bifuncionais fosfatados chamados MDP (10-methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphate), que também pode estar presentes em sistemas adesivos. Estes monômeros podem formar uma união com as cerâmicas de zircônia que é resistente a longos períodos de armazenamento e à ciclagem térmica [10].

O cimento RelyX U100, por sua vez, é um cimento resinoso universal autoadesivo de dupla ativação que contém grupos funcionais metacrilato de ácido fosfatado, os quais promovem a adesão por ligações de hidrogênio com a superfície cerâmica [75]. Além disso, essa configuração de adesão assemelha-se àquela produzida pelos cimentos de ionômero de vidro, interagindo com minerais de superfície dos tecidos dentais [75]. Por estes motivos apresentam uma sequência de utilização clínica simplificada, sem a necessidade de condicionamento das superfícies dental e cerâmicas.

Diferentemente dos resultados reportados por estudos prévios, que demonstraram existir afinidade química entre a cerâmica Y-TZP e os materiais a base de MDP, proporcionando uma forte adesão, resistente a termociclagem e armazenamento em água [2, 8, 95], no presente estudo não houve diferença entre o cimento resinoso a base de MDP, Panavia em comparação com o cimento autoadesivo RelyX U100. Ambos os cimentos apresentaram resultados semelhantes para todos os tratamentos de superfície testados.

Piwowarczyk e col [41], relataram que cimentos contendo monômeros ácidos fosfatados, como o Panavia, promovem uma forte interação física, por ligações de hidrogênio, com superfícies cerâmicas tratadas com jateamento de partículas de Al_2O_3 . Resultados semelhantes foram observados por Cavalcanti e col. [59] que relatam valores de resistência maiores entre a cerâmica Y-TZP jateada com Al_2O_3 e um cimento a base de MDP em comparação com o tratamento de superfície realizado com o laser de Er:YAG e o mesmo cimento. Em concordância com os resultados encontrados no presente estudo para o tratamento com o laser de Er,Cr:YSGG que apresentou somente falhas do tipo adesivas, com valores de resistência a adesão extremamente baixos (1,4MPa) em comparação aos grupos tratados com o sistema Rocatec (20,9MPa), sugerindo que apenas a interação

química dos cimentos resinosos não é suficiente para proporcionar uma adesão eficiente [97, 98].

Entretanto, o presente estudo avaliou apenas a resistência adesiva imediata, mensurada 24 horas após a polimerização dos cimentos resinosos. Por este motivo, este curto período de armazenamento pode ter sido insuficiente para permitir a difusão da água na interface adesiva, justificando os resultados similares de resistência adesiva obtida para os dois cimentos resinosos [59] [95, 99].

Neste estudo o teste de microcissalhamento foi utilizado para mensurar a resistência adesiva entre os cimentos resinosos e a cerâmica Y-TZP. Recentemente, os testes de resistência micro têm sido muito utilizados, especialmente o de microtração. Entretanto, estes testes, apesar de serem efetivos em termos de avaliação por testar áreas reduzidas, são difíceis de serem executados, principalmente no caso de preparação dos espécimes que tem de ser seccionados em palitos após o procedimento adesivo podendo induzir tensões na área adesiva e prejudicar o teste. Esse fato foi observado neste estudo durante teste piloto, no qual houve muita dificuldade de obtenção de palito para o teste de microtração, pois durante o procedimento de corte a maioria dos palitos soltavam espontaneamente [59]. No entanto, para o teste de microcissalhamento, este procedimento não é necessário o que torna a preparação dos espécimes mais fácil [100].

Além disso, o teste de microcissalhamento com delimitação da área adesiva foi proposto por Shiamoka e col. [78] que indicaram ser este muito eficiente para a identificação de diferenças entre adesivos dentinários, por restringir a área adesiva apenas ao cilindro de resina. No caso do presente estudo, por se tratar de cimentos resinosos, que são mais fluidos do que as resinas compostas, esta delimitação da área adesiva foi fundamental para garantir o teste de amostras com diâmetro de 0,8mm.

Sendo assim, com base nos resultados obtidos no presente estudo, observa-se a necessidade da realização de estudos mais aprofundados quanto aos efeitos dos lasers na resistência mecânica da cerâmica Y-TZP antes da sinterização, além de estudos que avaliem a durabilidade da resistência adesiva entre a zircônia e os cimentos resinosos Panavia F e RelyX U100.

7 CONCLUSÕES

Dentro dos limites do presente estudo, pôde-se concluir que:

1. Pela análise das imagens em MEV e MO, os lasers de alta intensidade Nd:YAG, CO₂ e Er,Cr:YSGG são capazes de modificar a superfície da cerâmica Y-TZP. Sendo que os parâmetros de tratamento *pós* sinterização testados neste estudo causam grandes danos a superfície da cerâmica Y-TZP tornando totalmente desaconselhável seu uso clinicamente.
 2. Através da análise da rugosidade conclui-se que o laser de Nd:YAG para tratamento da Y-TZP *antes* da sinterização promove altos valores de rugosidade superficial, nos parâmetros testados neste estudo.
 3. Quanto ao teste de resistência adesiva, conclui-se que os tratamentos de superfície da Y-TZP com os lasers de Er,Cr:YSGG com 3W e Nd:YAG nos parâmetros de 1,2 e 1,6W, não são eficazes para aumentar a resistência adesiva entre a cerâmica e os cimentos resinosos Panavia F e RelyX U100, sendo o tratamento com o sistema triboquímico Rocatec o mais eficiente para promover altos valores de adesão. Além disso, não há diferença entre os valores de resistência adesiva encontrados para os dois cimentos testados neste estudo.
- O teste de microcisolamento com delimitação da área adesiva mostrou-se eficiente para a avaliação dos tratamentos de superfície da Y-TZP.

REFERÊNCIAS**

1. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004 Jun;20(5):449-56.
2. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):64-71.
3. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*. 2005 Dec;21(12):1158-62.
4. 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.
5. 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.
6. Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 1995 Aug;74(2):145-50.
7. Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent*. 2006 Jun;8(3):175-81.
8. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater*. 2007 Jan;23(1):45-50.
9. Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent*. 2005 Jun;93(6):551-8.

* De acordo com estilo Vancouver

10. 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.
11. Zhang C, Degrange M. Shear bond strengths of self-adhesive luting resins fixing dentine to different restorative materials. *J Biomater Sci Polym Ed*. 2010;21(5):593-608.
12. Zhang XF, Zheng H, Han DW. [Effect of nano-silica coating on bonding strength of zirconia ceramics to dentin]. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue*. 2009 Apr;18(2):198-202.
13. Kiyani VH, Saraceni CH, da Silveira BL, Aranha AC, Eduardo Cda P. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent*. 2007 Sep-Oct;32(5):457-65.
14. Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: science and instruments. *Dent Clin North Am*. 2004 Oct;48(4):751-70, v.
15. Turkmen C, Sazak H, Gunday M. Effects of the Nd:YAG laser, air-abrasion, and acid-etchant on filling materials. *J Oral Rehabil*. 2006 Jan;33(1):64-9.
16. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43.
17. Christel P, Meunier A, Dorlot JM, Crolet JM, Witvoet J, Sedel L, et al. Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery. *Ann N Y Acad Sci*. 1988;523:234-56.
18. Yildirim M, Edelhoff D, Hanisch O, Spiekermann H. Ceramic abutments--a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2000 Feb;20(1):81-91.
19. Koutayas SO, Kern M. All-ceramic posts and cores: the state of the art. *Quintessence Int*. 1999 Jun;30(6):383-92.
20. Ferraris M, Verne E, Appendino P, Moisesescu C, Krajewski A, Ravaglioli A, et al. Coatings on zirconia for medical applications. *Biomaterials*. 2000 Apr;21(8):765-73.

21. Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CH. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater.* 2005 Oct;21(10):930-7.
22. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999 Jan;20(1):1-25.
23. Chevalier J, Grandjean S, Kuntz M, Pezzotti G. On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials.* 2009 Oct;30(29):5279-82.
24. Rieth PH, Reed JS, Naumann AW. Fabrication and flexural strength of ultra-fine grained yttria-stabilised zirconia. . *Bull Am Ceram Soc.* 1976;55:717.
25. Gupta TK, Bechtold JH, Kuznickie RC, DCado LH, Rossing BR. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mater Sci.* 1978;13:6.
26. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature.* 1975;258:2.
27. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006 Apr;77(1):28-33.
28. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006 Mar;22(3):283-90.
29. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):289-98.
30. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006 Jun;95(6):430-6.
31. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont.* 2007 2007 Jan-Feb;20(1):70-2.

32. Phark JH, Duarte S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent*. 2009 Jan;101(1):29-38.
33. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater*. 2008 Sep;24(9):1268-72.
34. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J*. 2006 Dec;25(4):669-74.
35. de Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater*. 2009 Feb;25(2):172-9.
36. Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*. 2005 Oct;94(4):357-62.
37. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*. 2007 Jan-Mar;21(1):10-5.
38. Uo M, Sjogren G, Sundh A, Goto M, Watari F, Bergman M. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. *Dent Mater J*. 2006 Sep;25(3):626-31.
39. Zhang S, Kocjan A, Lehmann F, Kosmac T, Kern M. Influence of contamination on resin bond strength to nano-structured alumina-coated zirconia ceramic. *Eur J Oral Sci*. 2010 Aug;118(4):396-403.
40. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*. 2003 Dec;19(8):725-31.
41. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent*. 2005 May-Jun;30(3):382-8.

42. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005 2005 Jan-Feb;18(1):60-5.
43. Peutzfeldt A. [Evaluation of three methods of bonding composite resin to metal]. *Tandlaegebladet*. 1988 May;92(8):301-5.
44. Hansson O, Moberg LE. Evaluation of three silicoating methods for resin-bonded prostheses. *Scand J Dent Res*. 1993 Aug;101(4):243-51.
45. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003 Mar;89(3):268-74.
46. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2009 Sep;25(9):1116-21.
47. Blatz MB. Cementation of zirconium-oxide ceramic restorations. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2004 2004 Jan-Feb;16(1):14.
48. 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 Prosthodont*. 2011 Feb;20(2):97-100.
49. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. 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):651-63.
50. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir 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.
51. 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.
52. da Silveira BL, Paglia A, Burnett LH, Shinkai RS, Eduardo Cde P, Spohr AM. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd:YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. *Photomed Laser Surg*. 2005 Dec;23(6):543-8.

53. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, et al. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg.* 2009 Jun;27(3):473-9.
54. Coluzzi DJ, Goldstein AJ. Lasers in dentistry. An overview. *Dent Today.* 2004 Apr;23(4):120-2, 4-7.
55. Puig EM, Ribeiro MS, Zezell DM. Mestrado Profissionalizante Laser em Odontologia - Ipen-FOUSP. Apostila do curso. 2000.
56. Navarro RS, Esteves GV, Oliveira WT, Jr., Matos AB, Eduardo CP, Youssef MN, et al. Nd:YAG laser effects on the microleakage of composite resin restorations. *J Clin Laser Med Surg.* 2000 Apr;18(2):75-9.
57. Meister J, Franzen R, Forner K, Grebe H, Stanzel S, Lampert F, et al. Influence of the water content in dental enamel and dentin on ablation with erbium YAG and erbium YSGG lasers. *J Biomed Opt.* 2006 May-Jun;11(3):34030.
58. Akyil MS, Yilmaz A, Karaalioglu OF, Duymus ZY. Shear bond strength of repair composite resin to an acid-etched and a laser-irradiated feldspathic ceramic surface. *Photomed Laser Surg.* 2010 Aug;28(4):539-45.
59. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009 May-Jun;34(3):280-7.
60. Stübinger 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 in Surgery and Medicine.* 2008;40(3):223-8.
61. Shiu P, De Souza-Zaroni WC, Eduardo CdP, Youssef MN. Effect of Feldspathic Ceramic Surface Treatments on Bond Strength to Resin Cement. *Photomedicine and Laser Surgery.* 2007;25(4):291-6.
62. de Paula Eduardo C, Bello-Silva MS, Moretto SG, Cesar PF, de Freitas PM. Microtensile bond strength of composite resin to glass-infiltrated alumina composite conditioned with Er,Cr:YSGG laser. *Lasers Med Sci.* 2010 Aug 25.
63. Paranhos MP, Burnett LH, Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO₂ laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int.* 2011 Jan;42(1):79-89.

64. Akova T, Yoldas O, Toroglu M, Uysal H. Porcelain surface treatment by laser for bracket-porcelain bonding. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*. 2005;128(5):630-7.
65. Ersu B, Yuzugullu B, Ruya Yazici A, Canay S. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. *J Dent*. 2009 Nov;37(11):848-56.
66. Li R, Ren Y, Han J. [Effects of pulsed Nd:YAG laser irradiation on shear bond strength of composite resin bonded to porcelain]. *Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*. 2000 Dec;18(6):377-9.
67. 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.
68. Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent*. 2000 Nov;13(Spec No):60D-76D.
69. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent*. 2004 Apr;91(4):356-62.
70. Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Muller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: characterization and bonding potential. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Nov;87(2):461-7.
71. Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):195-200.
72. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007 2007 Jul-Aug;20(4):383-8.
73. Komine F, Tomic M. A single-retainer zirconium dioxide ceramic resin-bonded fixed partial denture for single tooth replacement: a clinical report. *J Oral Sci*. 2005 Sep;47(3):139-42.

74. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Scharer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont*. 2004 May-Jun;17(3):285-90.
75. Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig*. 2010 Apr;14(2):187-92.
76. Borba M, de Araujo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011 Jul;27(7):710-21.
77. Osorio E, Toledano M, da Silveira BL, Osorio R. Effect of different surface treatments on In-Ceram Alumina roughness. An AFM study. *J Dent*. 2010 Feb;38(2):118-22.
78. Shimaoka AM, De Andrade AP, Cardoso MV, De Carvalho RC. The Importance of Adhesive Area Delimitation in a Microshear Bond Strength Experimental Design. *J Adhes Dent*. 2010 Nov 8.
79. 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.
80. Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010 Apr;103(4):210-20.
81. Gokce B, Ozpinar B, Dundar M, Comlekoglu E, Sen BH, Gungor MA. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent*. 2007 Mar-Apr;32(2):173-8.
82. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater*. 2005 May;21(5):454-63.
83. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. 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):651-63.

84. Akin H, Tugut F, Emine Akin G, 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*. 2011 Jan.
85. Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent*. 2000 Winter;2(4):305-13.
86. Valandro LF, Mallmann A, Della Bona A, Bottino MA. Bonding to densely sintered alumina- and glass infiltrated aluminum / zirconium-based ceramics. *J Appl Oral Sci*. 2005 Mar;13(1):47-52.
87. 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.
88. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont*. 2005 Jan-Feb;18(1):60-5.
89. Ernst CP, Aksoy E, Stender E, Willershausen B. Influence of different luting concepts on long term retentive strength of zirconia crowns. *Am J Dent*. 2009 Apr;22(2):122-8.
90. Ural C, Külünk T, Külünk S, Kurt M, Baba S. Determination of resin bond strength to zirconia ceramic surface using different primers. *Acta Odontol Scand*. 2010 Jan;69(1):48-53.
91. Heydecke G, Butz F, Binder JR, Strub JR. Material characteristics of a novel shrinkage-free ZrSiO₄ ceramic for the fabrication of posterior crowns. *Dent Mater*. 2007 Jul;23(7):785-91.
92. Spohr AM, Borges GA, Junior LH, Mota EG, Oshima HM. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomed Laser Surg*. 2008 Jun;26(3):203-8.
93. Kara HB, Nilgun Ozturk A, Aykent F, Koc O, Ozturk B. The effect of different surface treatments on roughness and bond strength in low fusing ceramics. *Lasers Med Sci*. 2010 Jun 29.

94. Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar;93(3):253-9.
95. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):195-200.
96. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*. 2007 Oct;38(9):745-53.
97. May LG, Passos SP, Capelli DB, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010 Oct;95(1):69-74.
98. Lin J, Shinya A, Gomi H. Effect of self-adhesive resin cement and tribochemical treatment on bond strength to zirconia. *Int J Oral Sci*. 2010 Mar;2(1):28-34.
99. Kern M. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont*. 2000 Jul-Aug;13(4):350.
100. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002 Jul;18(5):380-8.