STEPHANIE ASSIMAKOPOULOS GARÓFALO

**Comportamento mecânico e resistência de união da zircônia após micro
texturização da superfície com laser de pulsos ultracurtos**

São Paulo
2021

STEPHANIE ASSIMAKOPOULOS GARÓFALO

**Comportamento mecânico e resistência de união da zircônia após micro
texturização da superfície com laser de pulsos ultracurtos**

Versão Corrigida

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

Orientador: Profa. Dra. Ana Cecília Corrêa Aranha

São Paulo

2021

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

Garófalo, Stephanie Assimakopoulos.

Comportamento mecânico e resistência de união da zircônia após micro texturização da superfície com laser de pulsos ultracurtos / Stephanie Assimakopoulos Garófalo ; orientador Ana Cecília Corrêa Aranha. -- São Paulo, 2021.

165 p. : fig. ; 30 cm.

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

Versão corrigida.

1. Zircônia. 2. Lasers. 3. Pulso. 4. Microscopia eletrônica de varredura. 5. Resistência de união. 6. Resistência à flexão. I. Aranha, Ana Cecília Corrêa. II. Título.

Fábio Jastwebski – bibliotecário - CRB8/5280

Garófalo SA. Comportamento mecânico e resistência de união da zircônia após micro texturização da superfície com laser de pulsos ultracurtos. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: 12/03/2021

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). Marcella Esteves-Oliveira

Instituição: Leipzig University Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a). Mário Fernando de Goes

Instituição: FOP UNICAMP Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a). Paulo Francisco César

Instituição: FOUSP Julgamento: Aprovada

Aos meus pais, José Carlos e Kalliope, pelo amor incondicional e incentivo incansável em todos os momentos da minha vida. Serei para sempre grata por tudo que fazem por mim e tenho muito orgulho de ser sua filha e poder dividir esta conquista com vocês.

Ao meu companheiro de todas as horas, Gustavo, por sonhar meus sonhos e dividir os seus comigo. Por estar sempre ao meu lado, me ajudando a alcançar cada objetivo, mesmo quando isso significou enfrentarmos 2 anos de distância.

Ao meu irmão, Nico, por sempre me oferecer o outro lado da moeda.

Aos meus amigos e minha família, por fazerem tudo valer a pena e tornarem esta jornada mais leve e muito feliz.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Profa. Dra. Ana Cecília Corrêa Aranha**, minha orientadora, um exemplo de competência, generosidade, dedicação e amor à profissão, pelos conselhos e apoio constantes, desde que a conheci, na disciplina optativa de laser da graduação. Por se manter sempre calma e por jamais desistir diante dos desafios que nos foram impostos durante esse período. É uma honra poder fazer parte da sua equipe e desfrutar dos diversos ensinamentos pessoais e profissionais que o convívio com você proporciona. Serei eternamente grata por todas as oportunidades, orientação e amizade.

À **Profa. Dra. Marcella Esteves-Oliveira**, por me proporcionar a oportunidade de ser sua aluna de Doutorado na Universidade de Aachen. Por não medir esforços para tornar esse momento possível e me apoiar em todos os momentos que precisei de sua orientação. Por me ensinar e motivar durante meu estágio na graduação, que tornou possível minha pós-graduação na Alemanha. Por sua dedicação e preocupação com a concepção e condução das atividades na Uniklinik. Minha sincera gratidão por aceitar este desafio comigo.

AGRADECIMENTOS

Ao **Dr.-Ing. Martin Wehner**, por seus esforços na idealização desse projeto. Por participar ativamente das discussões do estudo piloto e da determinação dos diferentes parâmetros do laser, além do auxílio no desenvolvimento dos métodos experimentais. Por enriquecer grandemente nossas discussões a respeito do projeto e pelo acesso aos equipamentos do Centro de Laser do Instituto Fraunhofer em Aachen (ILT). Por avaliar também os resultados obtidos neste estudo, bem como possibilidades para os próximos. Obrigada por todo o aprendizado que me proporcionou.

À **Profa. Dra. Taís Scaramucci Forlin**, pela parceria de trabalho, pelas conversas e conselhos. Você é um modelo de competência e humildade e é uma honra poder trabalhar com você. Obrigada por me ensinar sempre tanto.

Ao **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**, por sua disponibilidade em me ajudar sempre que precisei. Por sua maneira leve de conduzir e explicar até o mais complexo dos assuntos. Por ser um exemplo de excelência para mim e para tantos alunos.

Ao Departamento de Dentística, na pessoa do chefe de departamento, **Prof. Dr. Celso Luiz Caldeira**, e do coordenador do programa de pós-graduação, **Prof. Dr. Fernando Neves Nogueira**. Muito obrigada pela oportunidade. A todos os Professores do Departamento de Dentística, muito obrigada pelo aprendizado e convívio durante todos esses anos de Pós-Graduação.

A todos os funcionários da do Departamento ZPP (Uniklinik - Aachen) e do Departamento de Dentística da FOUSP, em especial ao **David, Leandro, Selma e Aldo**, pela ajuda e orientação.

À sempre carinhosa e dedicada **Liliane**, nossa amada Lili, por sua infinita calma e paciência em organizar com maestria nossas atividades no LELO, sempre com um sorriso no rosto.

Aos queridos **Profa. Dra. Juliana Marotti e Norbert Grosshausen**, pelos inúmeros momentos em que me ajudaram e ampararam em Aachen, pelas dicas e orientações nos mais diversos assuntos.

À **Profa. Dra. Marina Stella Bello-Silva**, pela enriquecedora troca de experiências e pelo carinho com que me ajudou sempre que precisei.

Ao **Sr. Marin Bilandzic** (GHI - Universidade de Aachen), por não poupar esforços para me ajudar nos ensaios de resistência à flexão e XRD, e aos **Prof. Dr. Christian Roos** e **Prof. Dr. Taskin Tuna**, pela colaboração e autorização ao uso de seus laboratórios e equipamentos.

Aos colegas do Centro de Laser do Instituto Fraunhofer (ILT), em Aachen, por sua disponibilidade e experiência. Ao **Ing. Herbert Horn-Solle**, pela dedicação na obtenção das micrografias. Ao **Ing. Andreas Dohrn** pela irradiação dos espécimes com o laser de pulsos ultracurtos.

Às funcionárias da Pós-Graduação da FOU SP, pela orientação e colaboração durante todo o Doutorado: **Alessandra Moreira de Lima, Cátia Tiezzi dos Santos**.

Às bibliotecárias **Glauci Elaine Fidelis** e **Vânia Martins Bueno de Oliveira Funaro**, pelo auxílio e revisão da formatação desta obra.

A todos os amigos que fiz em Aachen, por me fazerem sentir acolhida e bem-vinda, mesmo tão longe de casa e por contribuírem para que meu tempo na Alemanha fosse uma experiência tão feliz e incrível: **Otávio, Pedro, Marco, Erika, Nayara, Guilherme, Priscila, Bárbara, Kathy, Isi, Gabi e Jan**.

Aos amigos de pós-graduação, forasteiros ou não, obrigada pelo companheirismo, conhecimento, amizade e carinho e pelas incontáveis horas de risadas, seja na salinha, no laboratório ou na clínica. A convivência com vocês torna tudo mais leve e divertido. Um agradecimento especial à **Sandra**, por me trazer para o mundo da pós-graduação e me ensinar tanto, e a **Ítallo, Letícia e Karol**, por estarem sempre ao meu lado.

Aos meus colegas e amigos do GPEC.HD pela colaboração nos trabalhos, discussões enriquecedoras e aprendizado. E também pela amizade e momentos de descontração. Em especial a **Marcella, Andrea e Mariana**, pelos conselhos, conversas e risadas.

A todos os meus amigos, dos mais novos aos mais antigos, que estão mais perto ou mais distantes. Cada um de um jeito especial contribuiu para que eu encontrasse sempre motivos para sorrir. Em especial a **Julianna, Bruno, Noele e Marilys**, por acompanharem de perto essa jornada e estarem comigo até hoje.

À Faculdade de Odontologia da USP, minha Escola, que, há 10 anos, se transformou em minha segunda casa.

Meus especiais agradecimentos ao à **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)**, pela bolsa de Doutorado Direto concedida e reativada, processo nº 2016/20935-2 e pela Bolsa Estágio de Pesquisa no Exterior / BEPE, processo nº 2017/17808-1 e à **Deutsche Gesellschaft für Restaurative und Regenerative Zahnerhaltung (DGR²Z)**, pela verba para insumos laboratoriais, concedida no ano de 2018 (DGR²Z-GC-Grant) na Alemanha. Agradeço também às empresas **Vita Zahnfabrik** pela doação dos blocos cerâmicos e **Ivoclar Vivadent** pela doação das resinas compostas utilizados neste estudo.

"Em algum lugar, alguma coisa incrível está esperando para ser descoberta."

Carl Sagan

RESUMO

Garófalo SA. Comportamento mecânico e resistência de união da zircônia após micro texturização da superfície com laser de pulsos ultracurtos [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2021 Versão Corrigida.

Os objetivos deste estudo foram avaliar a resistência de união da zircônia tratada com laser de pulsos ultracurtos (LPUC) a um cimento resinoso, bem como o comportamento mecânico da zircônia tratada. Após um levantamento sistemático da literatura, bem como a realização de um estudo piloto, para o teste de resistência de união, sessenta blocos de zircônia (Y-TZP) foram limpos e distribuídos aleatoriamente em 4 grupos (n=12) que receberam os seguintes tratamentos de superfície: 1) Jateamento com partículas de óxido de alumínio (SB); 2) Irradiação com LPUC com padrão de linhas cruzadas (LC); 3) Irradiação com LPUC com padrão de linhas aleatórias (LR); 4) Irradiação com LPUC com padrão de ondas paralelas (LW). Para o teste de rugosidade de superfície (n=6), foi utilizado um perfilômetro 3D. Blocos representativos (n=3) de cada grupo foram submetidos à análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para o teste de resistência de união, os espécimes foram cimentados a réplicas de resina composta com um cimento resinoso dual e, em seguida, cortados em palitos de 1mm² de área transversal. Metade dos palitos de cada bloco foi armazenada em água destilada a 37°C durante 24 horas e outra metade durante 6 meses e, então, o teste foi realizado. Para o teste de resistência à flexão, 160 espécimes em forma de barra de 21x4x2,1 mm³ foram preparados a partir da mesma zircônia e divididos aleatoriamente em cinco grupos (n=32). Quatro grupos receberam os mesmos tratamentos de superfície do teste de resistência de união e um grupo adicional "apenas polido" foi usado como controle negativo. As barras foram submetidas a um teste de flexão de quatro pontos e as alterações no conteúdo da fase cristalina foram identificadas por difração de raios-X. Os dados obtidos em relação à rugosidade, resistência de união e resistência à flexão foram analisados estatisticamente. Os dados de rugosidade e resistência de união foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Dados de resistência à flexão foram submetidos a testes não paramétricos (Kruskal-Wallis) para as comparações entre os grupos. A análise estatística de Weibull foi utilizada para descrever a

confiabilidade do material cerâmico. A zircônia tratada com LPUC apresentou rugosidade estatisticamente maior que a SB, exceto para LR. Após 24h e após 6 meses, os valores de resistência de união mais altos (MPa) foram alcançados por LC ($32,8 \pm 6,0 / 21,2 \pm 5,1$) e LW ($29,3 \pm 5,0 / 21,4 \pm 4,4$), e ambos foram estatisticamente maiores do que SB ($18,1 \pm 5,4 / 6,0 \pm 3,2$) e LR ($22,1 \pm 5,4 / 6,6 \pm 3,7$) ($p < 0,05$). Todos os grupos laser exibiram módulos Weibull mais altos do que NC e SB. Um maior aumento da fase monoclinica foi observado para SB. O LPUC mostrou-se como uma alternativa interessante e contemporânea ao tratamento da superfície interna de zircônia, criando estruturas de superfície reprodutíveis e homogêneas. Foi possível determinar parâmetros de irradiação que promovessem aumento significativo da resistência de união (LC e LW) em relação ao controle positivo (SB), mesmo após 6 meses de armazenamento em água e que não gerassem diminuição da resistência à flexão (LR) em relação ao controle negativo.

Palavras-chave: Zircônia. Lasers de alta potência. Pulsos ultracurtos. Picossegundos. Femtossegundos. Microscopia eletrônica de varredura. Resistência adesiva. Microtração. Resistência à flexão.

ABSTRACT

Garófalo SA. Mechanical behavior and bond strength of zirconia after surface micro texturing with ultrashort pulsed laser [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2020. Versão Corrigida.

The objectives of this study were to evaluate the long-term bond strength of zirconia treated with ultra-short pulsed laser (USPL) to a resin cement, as well as the mechanical behavior of the treated zirconia. After a systematic review of the literature, and the completion of a pilot study, for the bond strength test, sixty zirconia blocks (Y-TZP) were cleaned and randomly distributed into 4 groups ($n = 12$) that received the following surface treatments: 1) Sandblasting with aluminum oxide particles (SB); 2) Irradiation with USPL with crossed lines pattern (LC); 3) Irradiation with USPL with random hatching pattern (LR); 4) Irradiation with LPUC with parallel wave pattern (LW). For the surface roughness test ($n = 6$), a 3D profilometer was used. Representative blocks ($n = 3$) from each group were analyzed by scanning electron microscopy (SEM). For the bond strength test, specimens were cemented to composite resin replicas with a dual cure resin cement and then cut into 1mm^2 sticks. Half of the sticks from each block were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and the other half for 6 months, and then the test was performed. For the flexural strength test, 160 bar-shaped specimens of $21 \times 4 \times 2.1\text{ mm}^3$ were prepared from the same zirconia and randomly divided into five groups ($n = 32$). Four groups received the same surface treatments as for the bond strength test and an additional "just polished" group was used as a negative control. The bars were subjected to a four-point bending test and changes in the content of the crystalline phase were identified by X-ray diffraction. The data for roughness, bond strength and flexural strength were statistically analyzed. The roughness and bond strength data were subjected to ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). Flexural strength data were subjected to nonparametric tests (Kruskal-Wallis) for comparisons between groups. Weibull's statistical analysis was used to describe the reliability of the ceramic material. The USPL-treated zirconia showed a statistically higher roughness than SB, except for LR. After 24h and after 6 months, the highest bond strength values (MPa) were achieved by LC ($32.8 \pm 6.0 / 21.2 \pm 5.1$) and LW ($29.3 \pm 5.0 / 21.4 \pm 4.4$), and both were statistically higher than SB ($18.1 \pm 5.4 / 6.0 \pm$

3.2) and LR ($22.1 \pm 5.4 / 6.6 \pm 3$, 7) ($p < 0.05$). All laser groups exhibited higher Weibull modules than NC and SB. A greater increase in the monoclinic phase was observed for SB. USPL proved to be an interesting and contemporary alternative to the treatment of the internal surface of zirconia, creating reproducible and homogeneous surface structures. It was possible to determine irradiation parameters that promoted a significant increase in the bond strength (LC and LW) compared to the positive control (SB), even after 6 months of water storage and that did not promote a decrease in the flexural strength (LR) in comparison to the negative control.

Keywords: Zirconia. High-power lasers. Ultra-short pulses. Picoseconds. Femtoseconds. Scanning electron microscopy. Bond strength. Microtensile testing. Bending test.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 - Diagrama de fases da Y-TZP	34
Quadro 2.1 - Taxa de sobrevivência de próteses fixas em zircônia cimentadas com cimentos resinosos em estudos clínicos randomizados (RCT) e com acompanhamento de, no mínimo, 5 anos.....	46
Quadro 2.2 - Estudos <i>in vitro</i> mostrando os diferentes tipos e parâmetros de laser utilizados na literatura atual como tratamento de superfície de zircônia para melhorar sua resistência de união a um cimento resinoso.....	51
Quadro 4.1 - Materiais utilizados e sua composição	59
Figura 4.1 - Padrões de irradiação de superfície com laser de pulsos ultracurtos..	66
Figura 4.2 - Grupos de tratamento utilizados no estudo piloto.....	67
Figura 4.3 - Fluxograma da Fase 3.....	68
Quadro 4.2 - Descrição dos parâmetros de laser de pulsos ultracurtos	70
Figura 4.4 - Descrição do procedimento de cimentação para o teste de microtração	72
Figura 4.5 - Descrição da obtenção dos espécimes para o teste de microtração...	73
Figura 4.6 - Equipamento utilizado para os testes de microtração	74
Figura 4.7 - Fluxograma da Fase 4.....	75
Figura 4.8 - Representação esquemática do teste de flexão de 4 pontos	76
Figura 4.9 - Equipamento utilizado para os testes de flexão de 4 pontos.....	77
Figura 5.1 - Procedimentos de seleção de acordo com o protocolo PROSPERO ..	82

Quadro 5.1 - Estudos incluídos na revisão sistemática após aplicação dos critérios de exclusão.....	83
Figura 5.2 - Correlação entre a taxa de ablação e os parâmetros de irradiação com laser de pulsos ultracurtos	106
Figura 5.3 - Imagens representativas da MEV e análise de superfície para os diferentes tratamentos	108
Figura 5.4 - Rugosidade da superfície com medias e desvios padrão de Ra e Rz108	
Figura 5.5 - Análise perfilométrica de profundidade das ranhuras geradas por cada parâmetro de laser.....	109
Figura 5.6 - MEV representativa dos grupos de tratamento, com ampliação de 400X, 1000X, 2000X e 4000X.....	110
Figura 5.7 - Medidas representativas de ângulo de contato dos grupos SB e LR.	111
Figura 5.8 - Médias e desvios padrão da resistência de união após 24h e após 6 meses	112
Figura 5.9 - Box plot da resistência à flexão para os diferentes grupos de tratamento	114
Figura 5.10 - Distribuição Weibull para os diferentes grupos de tratamento de superfície	115
Figura 5.11 - MEV representativa das barras de 3Y-TZP fraturadas de todos os grupos	116
Figura 5.12 - MEV representativa das superfícies fraturadas dos grupos SB, LR e LC	117
Figura 5.13 - Padrões de XRD representativos dos grupos NC, SB, LC, LR e LW.	119

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Distribuição de palitos testados, falhas pré-teste e tipos de falha após 24h e 6 meses.	113
Tabela 5.2 - Resistência característica (σ_c , MPa), módulo de Weibull (m), média da resistência à flexão (MPa) e intervalos de confiança de 95% (IC 95%).	115
Tabela 5.3 - Composição (em peso) relativa das fases tetragonal e monoclinica obtidas a partir da difração por raios-x	118

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

10-MDP	10-metacriloiloxidecil di-hidrogenofosfato
3-MPS	Metacrilato de 3- (trimetoxissilil) propil
3D	Três dimensões
3Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina contendo 3% de ítrio
C (c)	Cúbica (fase da zircônia)
CAD-CAM	Desenho assistido por computador (Computer-aided design) - Manufatura auxiliada por computador (Computer-aided manufacturing)
ISO	International Standard Organization
LPUC	Laser de pulsos ultracurtos
M (m)	Monoclínica (fase da zircônia)
MDP	Metacriloiloxidecil di-hidrogenofosfato
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PPF	Próteses parciais fixas
T (t)	Tetragonal (fase da zircônia)
TM	Marca registrada (trade mark)
XRD	Difração por raios-x (x-ray diffraction)
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina contendo 3% de ítrio
μTBS	Microtração

LISTA DE SÍMBOLOS

MPa	MegaPascal
MPa.m ^{1/2}	Unidade de medida para tenacidade à fratura
μs	Microsegundo
s	Segundo
ns	Nanosegundo
ps	Picosegundo
fs	Femtosegundo
°C	Grau Celsius
%	Porcentagem
GPa	GigaPascal
nm	Nanometro
pH	Potencial hidrogeniônico
Nd:YAG	Neodímio: ítrio, alumínio, granada
W	Watt (Potência)
Er:YAG	Érbio: ítrio, alumínio, granada
Er,Cr:YSGG	Érbio, cromo: ítrio, escândio, gálio, granada
μm	Micrometro
Nd:YVO ₄	Ortovanato de ítrio dopado com neodímio
mm ³ /min	milímetro cúbico por minuto
mJ	MiliJoule
Hz	Hertz
λ	lambda (Comprimento de onda)
ms	Milissegundo
mm	Milímetro
mW	Megawatt
J	Joule
kHz	Quilo-hertz
n	Número de espécimes
mm/s	Milímetro por segundo
W/cm ²	Watt por centímetro quadrado (Intensidade)
<	Menor

h	Hora
+/-	Mais ou menos
mm ³	Milímetro cúbico
K/min	Kelvin por minuto
>	Maior
J/cm ²	Joule por centímetro quadrado (Fluência ou Densidade de energia)
mm ²	Milímetro quadrado
N	Newton
min	Minuto
J	Joule (Energia)
μJ/pulso	MicroJoule por pulso
MHz	Mega-hertz
mL/min	Mililitro por minuto
mm ³ /J	Milímetro cúbico por Joule (Eficiência de ablação)
mW/cm ²	Miliwatt por centímetro quadrado (Intensidade)
m/min	metro por minuto
N	Newton (Força)
bar	Bar (Pressão)
m/s	Metro por segundo
kV	Quilovolt
μl/min	Microlitro por minuto
mm/min	Milímetro por minuto
kN	QuiloNewton
°	Grau

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	29
2	REVISÃO DE LITERATURA	33
2.1	A zircônia como biomaterial	33
2.2	União da zircônia a cimentos resinosos.....	37
2.2.1	Jateamento com partículas de Al ₂ O ₃	39
2.2.2	Revestimento triboquímico com sílica.....	39
2.2.3	Condicionamento por infiltração seletiva	40
2.2.4	Condicionamento ácido a quente.....	40
2.2.5	Revestimento com alumina nanoestruturada.....	41
2.2.6	Deposição de vapor químico	41
2.2.7	Revestimento interno	41
2.2.8	Revestimento sol-gel	41
2.2.9	Revestimento com nano-sílica.....	42
2.2.10	Tratamento com plasma	42
2.2.11	Irradiação com lasers de alta potência	42
2.2.12	Tratamentos químicos	43
2.3	Laser de pulsos ultracurtos	48
3	PROPOSIÇÃO.....	57
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	59
4.1	Material	59
4.2	Métodos	59
4.2.1	Fase 1 – Revisão sistemática	60
4.2.1.1	<i>Estratégia de busca</i>	<i>60</i>
4.2.1.2	<i>Crterios de seleção</i>	<i>61</i>
4.2.1.3	<i>Coleta de dados.....</i>	<i>62</i>
4.2.1.4	<i>Avaliação do risco de viés</i>	<i>64</i>
4.2.2	Fase 2 – Determinação do limiar de ablação.....	64
4.2.3	Fase 3 – Resistência de união.....	67
4.2.3.1	<i>Preparação dos espécimes cerâmicos</i>	<i>68</i>

4.2.3.2	<i>Irradiação com laser de pulsos ultracurtos</i>	69
4.2.3.3	<i>Rugosidade de superfície</i>	70
4.2.3.4	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	71
4.2.3.5	<i>Ângulo de contato</i>	71
4.2.3.6	<i>Teste de microtração</i>	71
4.2.3.7	<i>Análise do tipo de falha</i>	74
4.2.4	Fase 4 – Resistência à flexão e caracterização de fase	74
4.2.4.1	<i>Teste de resistência à flexão</i>	75
4.2.4.2	<i>Análise fractográfica</i>	77
4.2.4.3	<i>Análise de difração por raios-x</i>	78
4.2.5	Análise estatística	78
5	RESULTADOS	81
5.1	Fase 1 – Revisão sistemática	81
5.1.1	Análise descritiva.....	81
5.1.2	Risco de viés	81
5.2	Fase 2 – Determinação do limiar de ablação	106
5.3	Fase 3 – Resistência de união	107
5.3.1	Rugosidade de superfície e microscopia eletrônica de varredura	107
5.3.2	Ângulo de contato	110
5.3.3	Teste de microtração.....	111
5.3.4	Análise do tipo de falha	112
5.4	Fase 4 – Resistência à flexão e caracterização de fase	114
5.4.1	Teste de resistência à flexão.....	114
5.4.2	Análise fractográfica	116
5.4.3	Análise de difração por raios-x.....	118
6	DISCUSSÃO	121
7	CONCLUSÃO	131
	REFERÊNCIAS	133

1 INTRODUÇÃO

A zircônia possui as mais altas propriedades mecânicas disponíveis entre os materiais cerâmicos (> 1000 MPa de resistência à flexão, tenacidade à fratura ~ 10 MPa m^{1/2}) e portanto, é utilizada como material de estrutura em próteses múltiplas e posteriores (1–3). Ao contrário das resinas compostas, as cerâmicas geralmente não sofrem deformação plástica antes que se formem trincas por fadiga. A longevidade de uma peça cerâmica é afetada pela presença de falhas superficiais criadas durante o processamento ou manuseio (microfissuras, poros, inclusões, aglomerados). Além disso, a microestrutura do material também tem influência significativa no comportamento de fratura e fadiga por mecanismos de endurecimento, como deflexão de trincas (4).

Considerando que atualmente a perda de retenção de restaurações de zircônia é aproximadamente três vezes maior quando comparado à outras restaurações de cerâmica (5), parece que ainda há espaço para melhora nos protocolos de cimentação desse material. A adesão de um cimento resinoso a um material cerâmico depende tanto do embricamento micro mecânico quanto da ligação química adesiva à superfície da cerâmica. A retenção micro mecânica requer rugosidade da superfície através de, por exemplo, asperização com pontas diamantadas, jateamento com óxido de alumínio, revestimento com partículas de dióxido de silício ou condicionamento ácido. A ligação química entre a cerâmica e o cimento resinoso, por outro lado, pode ser obtida pela aplicação de soluções de silano (nos materiais que contém sílica) (6).

Ao contrário das cerâmicas vítreas, as cerâmicas reforçadas com alumina ou zircônia não podem ser condicionadas com ácido fluorídrico, uma vez que estas não contêm uma fase de dióxido de silício (sílica) (7,8). Portanto, a adesão a esses materiais mostrou-se menos confiável e requer métodos alternativos de abrasão mecânica para aumentar a rugosidade da superfície (9,10).

A literatura mostra que esses métodos para aumentar a rugosidade podem desencadear uma transformação de fase tetragonal (t) para monoclinica (m) (11–13), além de alterações superficiais. O aumento do conteúdo da fase m, por sua vez, está diretamente relacionado à degradação da zircônia (degradação a baixa temperatura - LTD) e conforme este mecanismo de degradação se desenvolve, pode promover

alterações superficiais e um impacto deletério nas propriedades mecânicas do material, o que compromete a previsibilidade da longevidade da reabilitação protética (14–20).

Diversos estudos na literatura já investigaram a resistência de união das zircônias a cimentos resinosos, e os resultados têm se mostrado menos satisfatórios quando comparados às cerâmicas vítreas condicionadas com ácido fluorídrico. Nas últimas décadas, o laser de pulsos ultracurtos (LPUC) tem sido amplamente utilizado para usinar um grande número de materiais, como metais, semicondutores e isolantes, devido ao alto pico de energia e à escala ultracurta de tempo do laser ultrarrápido. Graças à alta precisão, resolução e eficiência, o LPUC tem um potencial no campo de micro usinagem (21).

O recente desenvolvimento de equipamentos de laser de alta tecnologia, que permitem a seleção da duração de pulso na faixa dos microssegundos ($1\ \mu\text{s}=0,000001\ \text{s}$), nanossegundos ($1\ \text{ns}=0,000000001\ \text{s}$) e, ultimamente, picossegundos ($1\ \text{ps}=1.10^{-12}\ \text{s}$) e femtossegundos ($1\ \text{fs}=1.10^{-15}\ \text{s}$) (chamados laser de pulsos ultracurtos), tem possibilitado a investigação da influência da duração do pulso no processo de ablação de diferentes substratos. Essas fontes luminosas abrangem diferentes comprimentos de onda nas áreas do ultravioleta, visível e infravermelho do espectro eletromagnético. Lasers de alta potência com pulsos de duração menor que o tempo de relaxamento térmico do tecido-alvo são indicados para evitar a danos térmicos nas áreas adjacentes às irradiadas (22). Pulso mais longos podem ser responsáveis pela indução de danos e estresse termomecânico ao material, já que promovem maior acúmulo de energia térmica (23). A avaliação da influência da duração dos pulsos na ablação indica que não apenas a energia necessária para que ocorra a ablação diminui, mas também há melhora no processo de ablação, devido à rápida evaporação do material irradiado.

Alguns estudos na literatura avaliaram o uso de lasers de pulsos ultracurtos para o condicionamento de superfícies de zircônia e já mostram resultados promissores em relação à resistência de união (24–27). No entanto, ainda há muito a ser esclarecido em relação aos possíveis padrões e protocolos de irradiação, bem como às propriedades mecânicas da zircônia irradiada.

Com isso em mente, considera-se importante avaliar a aplicabilidade dos LPUC neste campo da Odontologia, através da análise de aspectos fundamentais relacionados à interação do laser com o substrato cerâmico, tais como a mudança de fases do material, a alteração da morfologia da superfície, o aumento da temperatura e precisão de corte. Além disso, a avaliação de aspectos clínicos envolvidos na introdução desta técnica também é necessária, e inclui alteração de cor do material irradiado, características e longevidade da adesão da zircônia irradiada ao cimento resinoso, resistência do material irradiado aos esforços mastigatórios e disponibilidade da tecnologia para uso clínico em larga escala. A combinação ideal entre o condicionamento de superfície mais adequado e menor dano às propriedades mecânicas do material ainda deve ser encontrada, a fim de se determinar um protocolo ideal para utilização clínica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A alta estabilidade química da zircônia pode ser vista como uma vantagem frente à liberação de algumas substâncias degradantes do corpo humano que podem prejudicar a longevidade das restaurações cerâmicas (13). No entanto, essa estabilidade torna-se um desafio para a modificação da superfície e estabelecimento da adesão à porcelana de cobertura ou aos cimentos resinosos. Os diversos métodos de condicionamento da superfície de zircônia apresentam algumas limitações, como falhas adesivas e piora das propriedades mecânicas do material (8,9). Portanto, um equilíbrio entre as propriedades mecânicas e resistência de união deve ser encontrado, a fim de propiciar maior longevidade clínica dos elementos cimentados.

Para uma melhor compreensão da dinâmica da interação entre tratamentos de superfície, resistência de união e propriedades mecânicas, esta revisão da literatura será dividida em três tópicos. O primeiro tratará das propriedades mecânicas da Y-TZP. Este tópico será seguido pela literatura disponível sobre a resistência de união da zircônia a cimentos resinosos. E o último tópico apresentará as características e aplicações dos lasers de pulsos ultracurtos, e os estudos disponíveis na literatura sobre sua utilização em materiais cerâmicos.

2.1 A zircônia como biomaterial

Zircônia é o nome dado à estrutura química de dióxido de zircônio (ZrO_2), que pode ser encontrado na natureza na forma mineral em dois formatos: zirquita e badeleita (ZrO_3) e zircão ($ZrSiO_4$). Sua extração do minério ocorre por meio de reação química. De acordo com um estudo clássico (28), o dióxido de zircônio (zircônia) possui três alótropos (fases): cúbica (C), na forma de prisma reto de faces quadradas; tetragonal (T) na forma de prisma reto de faces retangulares, e monoclinica (M), com um prisma deformado com faces de paralelepípedos. A transição entre os dois primeiros envolve uma grande expansão de volume que impede que as propriedades refratárias da zircônia pura sejam usadas em cerâmicas estruturais. O que a define cada fase encontrada são a temperatura e a pressão aplicada. Em outro estudo (29), sob temperatura ambiente, a zircônia pura se encontra na fase monoclinica. Ao se elevar a temperatura acima de $1170^{\circ}C$, obtém-se outras duas estruturas moleculares:

a tetragonal e a cúbica (a partir de 2370°C) (Figura 2.1). Sob altas pressões, forma-se ainda um quarto arranjo molecular, chamado de ortorrômbico.

Fonte: adaptado de: Scott (30)

A adição de óxidos estabilizadores à zircônia pura permite a geração de materiais multifásicos e a maioria das pesquisas sobre zircônia para aplicações odontológicas concentra-se em cerâmicas dopadas com ítrio. A adição de 3% a 6% em peso de Y₂O₃ pode evitar a transformação polimórfica durante o aquecimento e resfriamento. Através do sistema ZrO₂-Y₂O₃, pode-se obter um material cerâmico constituído apenas pela fase tetragonal, que é conhecido como “yttrium tetragonal zirconia polycrystals” (Y-TZP), utilizado na odontologia (29).

Entre as cerâmicas odontológicas, a zircônia é a que apresenta maior tenacidade à fratura (31) e resistência à flexão (29) e pode, portanto, ser utilizada para confecção de infraestruturas de coroas e próteses parciais fixas (PPFs). Mais recentemente, a zircônia vem sendo utilizada também para restaurações indiretas monolíticas, de modo que as falhas por lascamento, comuns em coroas estratificadas (32), não ocorrem (33). A superioridade da resistência mecânica da Y-TZP em relação às outras cerâmicas permite inclusive que infraestruturas possam ser confeccionadas em

menores dimensões, o que favorece a estética, permitindo maior espessura da cerâmica de cobertura (34,35).

Entre outras razões para as excelentes propriedades mecânicas, destaca-se a "tenacificação por transformação de fase". Quando uma trinca se inicia, os grãos presentes naquela região passam da fase tetragonal à monoclínica, com expansão volumétrica, para prevenir a propagação da trinca (29).

O tamanho do grão também influencia o comportamento mecânico da zircônia, com temperaturas mais elevadas e tempos de sinterização mais longos, produzindo maiores tamanhos de grão. O tamanho crítico do cristal é de aproximadamente 1 micrômetro, e a zircônia com cristais maiores apresentam estabilidade mais baixa, enquanto um tamanho de grão menor gera propriedades mais favoráveis. Além de permitir a estabilização da zircônia, a adição de ítria diminui a temperatura de sinterização, formando grãos mais finos e menores (36).

Nas cerâmicas, a fratura geralmente começa a partir de pequenas falhas na microestrutura e que podem ser consideradas pequenas fissuras distribuídas na superfície ou no volume. A resistência do material depende, portanto, do tamanho do maior (ou crítico) defeito em uma amostra. Em acompanhamentos de longo prazo, o surgimento de trincas culminando na propagação de fratura da estrutura zircônia atinge de 0% a 20% das peças (37–40).

No início da década de 1920, Griffith postulou que a propagação de uma trinca em materiais frágeis ocorre quando há energia de deformação elástica suficiente no entorno de uma trinca crescente para formar duas novas superfícies (41). Na década de 1950, Irwin baseou-se no trabalho de Griffith para associar a extensão da fissura a uma "taxa de liberação de energia" (42). A abordagem de Irwin possibilitou previsões de resistência com base em cálculos de resistência à fratura que relacionam a extensão da trinca aos tamanhos das trincas ou "falhas" preexistentes em um material. Nenhum material é perfeitamente homogêneo e todos contêm algum tipo de descontinuidade em alguma escala. Essas descontinuidades podem ser poros, inclusões, microfissuras distribuídas e associadas a limites de grãos ou mudanças de fase durante o processamento, regiões de deslocamentos ou pequenas variações químicas ou muitas outras variantes e combinações possíveis. Podem também

ocorrer falhas distribuídas na superfície, como trincas, intrínsecas ao material ou à maneira como foi processado e são distribuídas de alguma forma por toda a superfície ou volume do material (43).

As propriedades mecânicas das zircônias são de grande importância para determinar sua confiabilidade clínica. Embora existam outras propriedades mecânicas para descrever a fratura em cerâmicas dentais, os testes de resistência são conhecidos no campo da ciência dos materiais por fornecer, além dos valores de tensão na falha, informações sobre a natureza da microestrutura, tensões residuais, tamanho do defeito, tipo e distribuição no material, ajudando a determinar as indicações para as quais o material pode ser usado. Consequentemente, uma alta resistência à flexão indica a capacidade do material em resistir às tensões desenvolvidas sob carga oclusal, mesmo após tratamentos de superfície, para melhorar sua união a um cimento resinoso (44).

Ao contrário da tenacidade à fratura, que, em teoria, deve sempre apresentar o mesmo valor, independentemente do tamanho do espécime, geometria e método de teste, a resistência é bastante descrita pela distribuição dos tamanhos de falha em um conjunto de espécimes. Isso, consequentemente, leva a uma dependência da distribuição de resistência no tamanho dos espécimes e tipo de teste aplicado (uniaxial ou biaxial). Assim, corpos de prova maiores têm uma maior probabilidade de conter defeitos limitantes de resistência, resultando em valores de resistência mais baixos do que corpos de prova menores testados nas mesmas condições (44).

Ao avaliar a influência do tipo de teste sobre a resistência à flexão dos materiais cerâmicos, autores (45) relataram que, uma vez que as fraturas se iniciam a partir de defeitos superficiais, os testes de flexão de 3 e 4 pontos dependem muito de falhas na superfície tensionada por tração. E, como a tensão máxima no teste de 4 pontos ocorre dentro da região de carga (entre os 2 rolos) na subsuperfície do corpo de prova, no teste de 3 pontos, a tensão máxima ocorre apenas na região sob o pistão de carga. Assim, o teste de 4 pontos apresenta um maior volume de material sob stress. Isso faz com que a possibilidade de se “encontrar” uma falha crítica seja maior, o que se mostra vantajoso para materiais friáveis não homogêneos como a zircônia.

De acordo com a norma ISO 6872 (46), para cada finalidade clínica, a zircônia deve apresentar uma resistência à flexão mínima, dependendo do teste realizado. Sendo assim, utilizando como parâmetro o teste de resistência à flexão de 4 pontos, para coroas monolíticas unitárias cimentadas adesivamente, o valor mínimo é de 90 MPa, para coroas cimentadas convencionalmente, ou estruturas cerâmicas de próteses anteriores de até 3 elementos de 265 MPa, para estruturas de próteses posteriores de até 3 elementos de 410 MPa, e para estruturas de próteses de 4 ou mais elementos de 710 MPa.

Além da composição dos materiais, a natureza do substrato pode influenciar a resistência das restaurações cerâmicas (47). Para próteses dentárias, as estruturas cerâmicas são comumente unidas ao remanescente dentário (dentina, esmalte), resina composta ou metal. Nesse contexto, pesquisadores relataram que diferentes substratos apresentam diferenças inerentes aos módulos de elasticidade (dentina e resina composta com módulos elásticos próximos a 15 GPa; ligas de titânio 115 GPa; e zircônia aproximadamente 210 GPa), entre outras características, como a capacidade de adesão. Como as cerâmicas são extremamente friáveis, seu desempenho mecânico sob carga intermitente pode ser afetado pelo substrato sobre o qual são cimentadas (48).

2.2 União da zircônia a cimentos resinosos

A adesão do cimento resinoso às restaurações dentárias indiretas é um fator de grande importância para o sucesso clínico.

Em 2020, autores (49) publicaram uma revisão da literatura, na qual pontuaram diversos princípios básicos dos mecanismos de adesão. Segundo os autores, os mecanismos primários de qualquer material dentário que se pretende aderir ao tecido dentário envolvem área de superfície, inter-travamento micro mecânico e interação química. Para uma união clinicamente durável, deve-se sempre almejar o melhor uso desses três mecanismos. A umectação adequada da superfície é um requisito primário para se alcançar um bom contato interfacial entre o material adesivo e o aderente ou substrato. Para que um líquido se espalhe uniformemente por uma superfície sólida, a tensão superficial do líquido deve ser menor que a energia livre da superfície do substrato. O comportamento de umedecimento da superfície é

geralmente determinado por medições de ângulo de contato que idealmente se aproximam de zero. Diversos fatores desempenham papel co-determinantes, como rugosidade da superfície, energia de superfície, efeitos promotores de ligação, como forças capilares, hidrofília/hidrofobia da superfície e poros na interface que enfraquecem a integridade da ligação.

Diferentemente de outras cerâmicas odontológicas, com sílica na composição, a zircônia é um material cristalino que não pode ser condicionado pelo ácido fluorídrico (em baixas concentrações). Tais cerâmicas “ácido-resistentes” não expõem uma camada de sílica na superfície, porque não há fases vítreas incorporadas e não podem ser quimicamente abrasionadas, devido às suas microestruturas estáveis (50,51), o que torna mais difícil obter em sua superfície os fatores co-determinantes acima citados.

Por definição, os trialcóxissilanos bi-funcionais contêm dois grupos terminais funcionais diferentes, alcóxi e $C=C$, que podem se conectar a materiais inorgânicos e orgânicos, respectivamente. Isso torna o silano um mediador para promover a adesão entre a matriz orgânica da resina e o material inorgânico (52).

A resistência de adesão do silano varia com diferentes materiais. A melhor adesão é obtida com sílica, vidro e quartzo, que formam fortes ligações de siloxano ($Si-O-Si$) por meio da condensação com grupos hidroxila superficiais no substrato (53). A formação de uma monocamada de silano funcional na superfície dos materiais restauradores é um dos fatores críticos para a adesão. Isso minimiza a formação de silanos adsorvidos, isto é, um revestimento multicamadas fracamente ligado que afeta a resistência adesiva. A espessura de alguns filmes de silano é próxima ao comprimento teórico da cadeia de silano de ca. 1,0 nm (54).

De maneira geral, o desempenho da silanização pode ser afetado por: (a) concentração de silano, (b) grupos funcionais de silano (combinando com os grupos funcionais de monômero de resina), (c) mistura com silanos de reticulação, (d) pH, (e) tempo de hidrólise, (f) temperatura e (g) natureza da mistura de solventes.

Um agente silano é muito eficaz para unir materiais restauradores à base de sílica, como um cimento resinoso, à cerâmica condicionada por ácido. No entanto, no

ambiente oral, a união a materiais sem fase vítrea, como zircônia, usando apenas silano, não é adequada, pois se degrada gradualmente após um longo período de tempo. Isso é, em parte, devido à hidrólise da ligação de siloxano na interface (polissiloxano) (55–58). Para melhorar a adesão a tais materiais, um pré-tratamento de superfície pode ser a forma mais eficaz de resolver o problema.

Com isso, vários tratamentos de superfície têm sido propostos para melhorar a ligação de cimentos resinosos à zircônia, os dois primeiros já utilizados com frequência em laboratórios de prótese e procedimentos clínicos, sendo considerados tratamentos de referência (59), e os demais utilizados em estudos que visam melhorar a resistência de união da zircônia a cimentos resinosos e sua durabilidade:

2.2.1 Jateamento com partículas de Al_2O_3

O procedimento mais comum para o pré-tratamento de superfície de alguns materiais restauradores indiretos é o jateamento com partículas de Al_2O_3 . Este procedimento, por um lado, é responsável por limpar e aumentar a rugosidade da superfície, o que melhora o embricamento micro mecânico (retenção) (60,61). Por outro lado, pode contaminar a superfície com partículas de pó de alumina durante o jateamento (62). A quantidade de alumina depositada é diretamente proporcional à pressão de jateamento aplicada (63). Após a silanização, ligações Al-O-Si podem ser formadas. As ligações são, no entanto, um pouco mais fracas do que -Si-O-Si- e mais suscetíveis à hidrólise (64). Uma desvantagem deste método é a indução de danos subsuperficiais e a consequente formação de microfissuras na superfície durante o impacto das partículas. Isso pode comprometer a resistência mecânica na camada superficial que, por sua vez, afeta o desempenho clínico a longo prazo (65).

2.2.2 Revestimento triboquímico com sílica

Com o sistema triboquímico RocatecTM (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), a superfície do substrato é jateada, sob ar comprimido, com pó de alumina revestida de sílica. O impacto das partículas produz uma elevação altíssima de temperatura, gerando derretimento microscópico da superfície. A área da zona de fusão está relacionada à energia cinética das partículas, ou seja, a pressão aplicada (66). O impacto das partículas do pó não apenas altera a topografia da superfície, mas

também causa o incrustamento na superfície do substrato. Uma superfície revestida de sílica é, em seguida, silanizada e cimentada com cimento resinoso. A resistência de união alcançada é afetada pela pressão e pelo ângulo do jateamento (67,68). O sistema CoJet™ é uma versão do sistema Rocatec™ para consultórios odontológicos e pode ser usado para reparos intraorais, utilizando partículas de 30 µm.

2.2.3 Condicionamento por infiltração seletiva

Nesta abordagem, a superfície da zircônia é revestida com uma fina camada de um agente condicionante vítreo. Esse revestimento é então aquecido e as partículas de vidro fundido penetram entre os grãos superficiais da zircônia. A tensão superficial é desenvolvida e os movimentos dos grãos superficiais geram uma porosidade. Após o condicionamento com ácido fluorídrico, as partículas de vidro são removidas. Assim, uma superfície de zircônia altamente reativa e retentiva é formada (69,70). Apesar de alguns estudos laboratoriais relatarem melhora da resistência de união após o condicionamento por infiltração seletiva seguido por uma aplicação de silano (71,72), ainda não é claro se, de fato, são formadas Si-O-Zr (adesão química).

2.2.4 Condicionamento ácido a quente

Considerando-se a natureza metálica da zircônia pura, pode-se presumir que os tratamentos originalmente realizados para o condicionamento de metais ou ligas podem ser benéficos para o ataque ácido de elementos de dióxido de zircônio. O condicionamento químico a quente foi proposto para este fim, em 2009 (73). A possibilidade de realizar este procedimento no consultório odontológico, bem como no laboratório, torna esta técnica potencialmente útil para o tratamento da zircônia. A aplicação da solução de corrosão a quente resulta em modificações na superfície da zircônia e aumento na rugosidade da superfície. A ação dessa solução de ácido quente é basicamente um processo de corrosão controlada. A taxa de corrosão depende do movimento da solução sobre a superfície da cerâmica e da temperatura (geralmente 100° C). Uma vez que os sistemas de cimento resinoso penetram nos espaços entre grãos formando travamentos micro mecânicos com o substrato, uma resistência superior seria necessária para descolá-lo.

2.2.5 Revestimento com alumina nano estruturada

As nano partículas de alumina são formadas a partir da hidrólise do nitreto de alumínio (AlN) aquecido a 75 °C, resultando em partículas de nano-boemita. Quando este revestimento é aquecido a 900°C, a boemita passa por uma série de transformações de fase, promovendo aumento na área de superfície e melhorando o embricamento micro mecânico para a cimentação. Alguns estudos relatam que a melhora na resistência de união da zircônia é obtida após o envelhecimento em água, mesmo sem a aplicação de silano (74,75).

2.2.6 Deposição de vapor químico

No sistema de deposição de vapor molecular, uma mistura de tetraclorosilano (SiCl_4) e água é aquecida. O vapor passa para a superfície de zircônia em uma câmara de vácuo. O silano sofre hidrólise para formar sílica hidroxilada e, como subproduto, forma-se gás de cloreto de hidrogênio (HCl). Uma camada de sílica (Si_xO_y) é formada na superfície da zircônia. A espessura da camada pode ser ajustada pelo tempo de deposição. Com aplicação de silano, este tratamento pode promover uma resistência de união durável à zircônia (76).

2.2.7 Revestimento interno (“coating”)

A superfície da zircônia é jateada com pó de alumina e revestimento de sílica na superfície da zircônia é obtido por fusão térmica. O pó da porcelana, composto principalmente de sílica com pequena porcentagem de Al_2O_3 , Na_2O e K_2O , é misturado com água destilada para formar uma pasta e aplicado na superfície da zircônia jateada. Em seguida, é aquecido a 800 °C com vácuo e seguido de silanização (77).

2.2.8 Revestimento sol-gel

O princípio básico deste método é a hidrólise de um precursor de silício, na maioria dos casos, tetraetoxissilano para formar sol-gel de sílica em meio ácido ou alcalino. A hidrólise do tetraetoxissilano produz sílica e etanol como subproduto. O sol-gel de sílica deposita-se na superfície do substrato através dos grupos hidroxila da superfície e forma o revestimento de sílica (78,79).

2.2.9 Revestimento de nano-sílica

Outros precursores de sílica podem reagir para formar sílica por hidrólise, mas em condições mais específicas. O revestimento de sílica foi formado na zircônia pela hidrólise de nano partículas de nitreto de silício (SiN) sob um meio alcalino forte com aquecimento (80). As nano partículas de sílica hidrolisada se depositam na superfície da zircônia e, após a secagem, o revestimento é aquecido a 1400 °C para formar o revestimento de sílica por condensação das espécies de sílica hidroxilada (80–82).

2.2.10 Tratamento com plasma

Um revestimento altamente reativo é formado na superfície da zircônia usando a técnica de spray de plasma. A superfície da zircônia é exposta a um fluxo contínuo de gás a uma pressão constante em um reator de plasma indutivamente acoplado. Sob irradiação de plasma, as moléculas depositadas são convertidas em espécies reativas e reagem com a zircônia após a deposição na superfície. Quando o silano é aplicado na superfície reativa, ocorre a silanização (7,83–85).

2.2.11 Irradiação com laser de alta potência

A superfície do substrato é irradiada com um feixe laser a fim de condicionar a superfície, aumentando a área de contato e o embricamento micro mecânico. Com lasers de alta potência convencionais, a energia do laser é absorvida e convertida em energia térmica. A energia térmica promove a ablação da superfície do substrato e produz irregularidades superficiais (27,86–89). Tais mudanças na topografia da superfície são capazes de promover aumento da resistência de união (27,90–92). O condicionamento de superfície com laser de pulsos ultracurtos será abordado num sub-capítulo separado desta revisão.

Estudos com laser Nd:YAG indicam que o tratamento com uma potência de 1,5 W é suficiente para criar um padrão de tratamento superficial. Potências maiores são capazes de gerar falhas substanciais e perda de material cerâmico (93–95). Em 2013, confirmou-se que o tratamento com o laser de Nd:YAG levou à transformação da fase tetragonal para monoclinica (96).

Trabalhos utilizando laser de CO₂ também relataram que a alta temperatura promovida pelo laser facilita o derretimento da superfície da zircônia e cria microfissuras superficiais. A absorção de luz é influenciada pela pigmentação, quantidade de água e aspereza da superfície (97,98). O processo de fusão e resolidificação promove mudança de volume no material, criando tensões internas e trincas (98).

Os lasers Er:YAG e Er,Cr:YSGG podem remover partículas superficiais por ablação e vaporização (99). Pesquisas mostraram em 2012 (100) que podem ser observadas fusão do material cerâmico, formação de microfissuras e mudanças de cor e que as micro explosões criam detritos que podem aderir à superfície da cerâmica fundida, ligar-se ao cimento resinoso e comprometer a resistência de união. Pesquisadores (94,101) relataram que o uso do laser de érbio com menor potência pode ser um método viável para o tratamento de superfície da zircônia, apresentando rugosidade superficial semelhante ao jateamento com óxido de alumínio.

A ausência de metodologia para aplicação do laser é um aspecto comum entre os estudos pode dificultar o estabelecimento de parâmetros ideais de irradiação em revisões da literatura.

2.2.12 Tratamentos químicos

Segundo uma revisão sistemática (56), além de métodos mecânicos, a associação com métodos químicos de tratamentos de superfície também pode ser responsável por aumentar os valores de resistência de união à zircônia. Entre os métodos químicos, destaca-se a utilização de primers ou cimentos contendo monômeros funcionais em sua composição, principalmente o 10-MDP, uma vez que cimentos resinosos à base de MDP tendem a apresentar resultados superiores aos de outros tipos de cimentos.

Embora muitos estudos mencionem a eficácia de ligação do 10-MDP à zircônia, pouco se sabia sobre as interações químicas responsáveis por tal eficácia. Um estudo de 2017 (102) concluiu que um grupo P-OH da molécula de 10-MDP interage com a zircônia, enquanto o outro grupo OH interage com P = O de outra molécula de 10-MDP vizinha. Neste estudo, quando uma grande quantidade de 10-MDP foi usada,

pode-se observar a interação entre diferentes moléculas de 10-MDP através de ligações de hidrogênio intermoleculares; portanto, a concentração de 10-MDP deve ser otimizada.

Uma revisão da literatura de 2015 (61) mostrou que, quando apenas agentes cimentantes (primers e/ou cimentos) contendo MDP são utilizados, sem nenhum tratamento prévio da superfície cerâmica, ocorre uma diminuição significativa da resistência de união após envelhecimento de longo prazo com armazenamento de água e/ou ciclagem térmica, apesar do desenho retentivo dos preparos realizados. Já quando o revestimento triboquímico de sílica (Rocatec, 3M Espe) foi utilizado, em conjunto com a aplicação de silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent) em combinação com cimento de dupla cura contendo MDP (Panavia F, Kuraray) 46,2% das próteses parciais fixas com dois retentores de inlay descolaram em apenas 12 meses durante a função normal, apesar de um desenho retentivo dos preparos. Com base nesses achados e na literatura presente até o momento do estudo, o autor concluiu que, embora os cimentos contendo MDP sejam capazes de produzir uma união durável com a zircônia abrasionada por jateamento, a camada de sílica impediu que o MDP do cimento se ligasse diretamente à superfície de zircônia, explicando a alta taxa de falhas adesivas em apenas um ano, apesar de alguns estudos demonstrarem *in vitro* uma união durável (103–105).

Na última década, alguns autores revisaram o sucesso da cimentação adesiva de cerâmicas de alta resistência (alumina e zircônia). Em 2015 (61) foram avaliados diversos métodos de cimentação *in vitro*, mas faltavam dados clínicos de apoio a suas conclusões. No entanto, como todos os ensaios clínicos por ele encontrados apresentavam resultados promissores, não foi considerada necessária uma investigação mais aprofundada de métodos alternativos de tratamento de superfície. Pesquisadores revisaram em 2018 (106) a cimentação adesiva com todos os tipos de restaurações cerâmicas de alta resistência, incluindo coroas totais e próteses parciais fixas convencionais. Altas taxas de sucesso e sobrevivência foram encontradas em avaliações de mais de 5 anos. Uma recente revisão sistemática (107) avaliou a eficácia clínica dos métodos de união à zircônia e concluiu que próteses fixas em zircônia apresentam resultados satisfatórios em relação à longevidade clínica, porém o papel da eficácia da adesão nessa longevidade ainda é desconhecido. Segundo os

autores, o uso de jateamento com partículas de 50 μm de Al_2O_3 a 0,10 - 0,25 MPa em combinação com cimento resinoso contendo um monômero fosfatado pode ser recomendado, na ausência de melhores alternativas disponíveis para utilização clínica.

Tais dados parecem favorecer a utilização clínica de elementos protéticos de zircônia. No entanto, um estudo de 2017 (5) mostrou que, apesar de próteses parciais fixas de zircônia se mostrarem mais estáveis que outras cerâmicas odontológicas como material de estrutura, em relação à fraturas, a perda de retenção foi significativamente maior para próteses de zircônia, o que levou a complicações como descoloração marginal e cárie secundária.

Diversos outros estudos chegam a conclusões semelhantes de que: apesar da razoável taxa de sobrevivência de próteses em zircônia, o descolamento ainda é frequente (incidência de até 15% em 5 anos) (38,40,108,109), do que deixa claro a necessidade de se estabelecerem métodos alternativos de tratamento de superfície, capazes de aumentar a resistência de união e diminuir as taxas de descolamento de elementos protéticos em zircônia. O quadro 2.1 mostra os ensaios clínicos que investigaram as taxas de sobrevivência de próteses em zircônia após, no mínimo, 5 anos.

Quadro 2.1 - Taxas de sobrevivência de próteses fixas em zircônia cimentadas com cimentos resinosos em estudos clínicos randomizados (RCT) e com acompanhamento mínimo de 5 anos. Estudos ordenados do menor para o maior por tempo de acompanhamento

Artigo	Tipo de restauração	Protocolo adesivo	Acompanhamento	Taxa de sobrevivência
Sailer et al., 2007 (110)	Prótese parcial fixa de 3 a 5 elementos	Jateamento com Al_2O_3 , 110 μm , cimento auto-adesivo com 10-MDP ou sem MDP.	5 anos	73,90%
Sorrentino et al, 2012 (111)	Prótese parcial fixa de 3 elementos	Cimento auto-adesivo sem MDP	5 anos	100%
Sasse et Kern, 2013 (112)	Prótese fixa cimentada com resina – retentor único	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP; - Primer de zircônia + cimento resinoso sem MDP.	5 anos	89,40%
Chaar et Kern, 2015 (113)	Prótese fixa retida com inlay	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP	5 anos	95,80%
Suarez et al., 2019 (114)	Prótese parcial fixa	Revestimento triboquímico de sílica, silano, cimento auto-adesivo sem MDP.	5 anos	100%
Sasse et Kern, 2014 (115)	Prótese fixa cimentada com resina – retentor único	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP	6 anos	91,10%
Bömicke et al, 2019 (116)	Prótese fixa cimentada com resina – retentor único	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo sem MDP.	9 anos	50%
Ioannidis et Bindl, 2016 (37)	Prótese parcial fixa	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP	10 anos	85%
Rathmann et al., 2017 (39)	Prótese fixa retida com inlay	Revestimento triboquímico de sílica, silano, cimento auto-adesivo com 10-MDP ou sem MDP.	10 anos	12,1%
Kern et al., 2017 (38)	Prótese fixa cimentada com resina – retentor único	Jateamento com Al_2O_3 , 50 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP; Primer de zircônia + cimento resinoso sem MDP.	10 anos	98,20%
Sailer et al., 2018 (40)	Prótese parcial fixa	Jateamento com Al_2O_3 , 110 μm + cimento auto-adesivo com 10-MDP	10 anos	91,30%

Fonte: a autora

Além da resistência de união, estudos *in vitro* mostram que as propriedades mecânicas finais da zircônia também dependerão muito da introdução de danos na superfície após o processamento (117,118). Métodos de asperização como jateamento com Al_2O_3 geram aumento na rugosidade superficial, necessário para a cimentação adesiva, e podem gerar também aumento na transformação tetragonal em monoclinica induzida por estresse (maior quantidade de fase monoclinica na zona de superfície), resultando em um aumento da tensão compressiva da superfície protetora, que inibe propagação de fissuras e aumenta significativamente a resistência à flexão (11,119). Embora efeitos controversos do jateamento na resistência à flexão da zircônia dental tenham sido relatados, uma recente revisão sistemática e meta-análise (120) confirmou que o jateamento com Al_2O_3 melhorou significativamente a resistência à flexão da cerâmica 3Y-TZP.

Com o passar do tempo, porém, a resistência à flexão inicialmente aumentada diminui a uma taxa mais alta em elementos jateados do que em materiais não jateados (121,122). Como resultado, após o envelhecimento da 3Y-TZP, não há diferença significativa na resistência à flexão de materiais jateados e não jateados. Além disso, alguns pesquisadores têm defendido que a 3Y-TZP jateada pode ser mais susceptível à degradação por baixa temperatura (12,35). Também há evidências mostrando que um aumento excessivo do conteúdo da fase monoclinica ($> 12\% - 25\%$) (20) está diretamente relacionado com a degradação da zircônia (11–13). Assim, ainda não se sabe se existem melhores maneiras de usinar a zircônia para aumentar sua rugosidade e adesão superficial, sem aumentar seu conteúdo de fase monoclinica.

2.3 Lasers de pulsos ultracurtos

Diversos métodos de irradiação com laser foram desenvolvidos para melhorar a topografia da superfície de estruturas protéticas e o embridamento mecânico de cimentos resinosos. Tais métodos permitem o controle e a reprodutibilidade dos padrões topográficos da superfície, uma vez que os parâmetros podem ser ajustados para cada material e aplicação.

Estudos anteriores relataram o uso de vários tipos de lasers para melhorar a adesão de zircônia aos cimentos de matriz de resina: Nd:YAG (96), Er:YAG (88), CO₂ (123), Er,Cr:YSGG (124) e Nd:YVO₄ (25). Em muitos dos estudos, os lasers se mostraram capazes de aumentar a resistência de união entre a zircônia e os cimentos resinosos. No entanto, a irradiação também foi responsável por promover trincas nas superfícies e aumentar a quantidade de fase monoclinica, o que pode ser considerado prejudicial para o desempenho mecânico das estruturas protéticas sob condições de fadiga (125).

Na ablação de tecidos/materiais duros com lasers de alta potência, o intervalo de tempo entre dois pulsos consecutivos de um laser pulsado permite a redução da temperatura na superfície irradiada e diminui danos térmicos. A partir disso, o condicionamento com lasers de pulsos mais curtos deve surgir como alternativa para remover pequenas quantidades de material sem danificar as superfícies adjacentes. Lasers de pulsos ultracurtos têm sido usados em diversos estudos com resultados promissores, tanto para usinagem quanto para micro texturização da 3Y-TZP em seu estado final sinterizado (25,27,126–131). De fato, estas avaliações indicam que a duração do pulso desempenha um papel determinante no processo de ablação dos materiais. Pulsos ultracurtos são capazes de promover a ablação de materiais em suas camadas superficiais muito finas, produzindo superfícies quase livres de defeitos (sem aquecimento excessivo e microfissuras).

Os lasers de pulsos ultracurtos têm durações de pulso na ordem de pico e femtossegundos ($1\text{ ps}=1.10^{-12}\text{ s}$ e $1\text{ fs}=1.10^{-15}\text{ s}$). Seu uso na odontologia foi relatado pela primeira vez em 1995 (132), para ablação de tecido dental. Neste estudo, o LPUC foi citado como uma alternativa viável para a remoção seletiva de tecido cariado. Já houve relato na literatura de um laser com duração de pulso ainda mais curto (133),

que apresentou pulsos com duração de 80 attossegundos ($1,10^{-18}$ s), porém ainda não indicado para aplicação na odontologia.

A redução de danos térmicos aos materiais irradiados que se observa com os LPUC é baseada no aspecto não térmico da ablação. Quando a luz laser é direcionada para o substrato-alvo, a energia extremamente intensa do laser promove uma ionização e subsequente avalanche de elétrons na superfície, gerando um aumento de pressão e temperatura, que excede o limite para quebra óptica induzida por laser (acima de 10^7 W / cm² e até 10^{15} W / cm²) (134). Como a duração de um pulso de laser de femtossegundo é extremamente curta (1 bilionésimo de segundo), o calor gerado não pode se difundir no material (135). Ocorre uma onda de choque que se propaga inicialmente no substrato e enfraquece conforme aumenta-se a distância. Assim, o material irradiado é ejetado rapidamente, consumindo grande parte da energia absorvida. Por isso, uma ablação eficiente é alcançada sem que se forme calor residual significativo, evitando danos térmicos e mecânicos ao material subjacente (136,137). Como consequência, plasma é formado por uma mistura de partículas de carga positiva (íons), negativa (elétrons) e diversas partículas sem carga elétrica liberadas pelo processo de ablação. Entre estas partículas podem estar presentes radicais livres e fragmentos atômicos ou moleculares em altas concentrações, que são extremamente reativos.

Este mecanismo de ablação de sólidos por pulsos intensos de laser é descrito de forma analítica (137). É extremamente preciso, independente do comprimento de onda do equipamento e ocorre principalmente por meio de fotodisrupção e ablação induzida por plasma, também chamada de “ablação a frio”. Ele consiste na interação entre essas partículas altamente reativas e a superfície do material irradiado, induzindo ionização adicional do material e essa característica altamente reativa do plasma pode prejudicar o processo de ablação por interferir na interação da luz com a superfície do substrato (138). No entanto, a produção de plasma é considerada uma consequência da ablação com laser de duração de pulso de pico e femtossegundos, e não sua causa, uma vez que se inicia alguns nanossegundos após a irradiação, quando o pulso do laser já não está mais incidindo sobre a superfície. Sendo assim, espera-se que a influência negativa do plasma sobre a ablação aconteça apenas em

lasers com duração de pulso mais longos (centenas de picossegundos e nanossegundos).

Como se sabe, há um limite acima do qual os materiais são submetidos à ablação. Em diversos estudos (21,139–141) relata-se que o limiar de ablação depende de vários fatores, como propriedades dos materiais e parâmetros do laser. Os materiais serão submetidos à ablação por LPUC antes que o calor se espalhe para a região não processada devido à escala de tempo ultracurta, que torna possível o resfriamento. Um estudo (142) demonstrou que a propagação do calor pode ser diminuída através do aumento da taxa de repetição do laser de femtossegundo e a energia do pulso pode ser reduzida, enquanto o número de pulsos é aumentado, sem a redução da eficiência da ablação. Autores (143) descobriram que diferentes taxas de repetição levam a diferentes efeitos sinérgicos na ablação e na rugosidade da superfície do substrato irradiado.

Lasers de pulsos ultracurtos têm sido reconhecidos como uma ferramenta promissora, tanto para usinagem quanto para micro texturização de estruturas de 3Y-TZP em seu estado sinterizado (126,127). O primeiro processo se refere à usinagem de elementos restauradores a partir de blocos CAD-CAM, bem como de implantes dentários (126,144) e o segundo refere-se à criação de padrões de escala micro ou nanométrica na superfície interna de restaurações para melhorar a adesão (24,25) na superfície externa dos implantes dentários para melhorar/acelerar a osseointegração (145,146). A remoção eficiente de material pode ser alcançada pela irradiação da 3Y-TZP com laser com durações de pulso de algumas dezenas de nanossegundos (ns) a femtossegundos (fs), o que resulta em taxas de remoção de material que variam de 1,3 - 2,1 mm³/min (144,147). Mesmo que taxas de remoção de material bastante semelhantes sejam obtidas com pulsos de nanossegundos mais longos, a texturização com pulsos mais curtos (ou seja, dezenas a centenas de pico- ou femtossegundos) resulta em melhor qualidade da superfície, sem microfissuras (147–149) e também aumenta sua hidrofilia (150). Já pulsos mais longos (ou seja, dezenas de ns) resultam claramente em derretimento do material na superfície, uma vez que se trata de um processo térmico, envolvendo altas temperaturas (151,152).

Ainda não há na literatura estudos sobre o uso clínico dos lasers de pulsos ultracurtos em Odontologia. No campo da Medicina, entretanto, seu uso já é frequente

em Oftamologia e cirurgias vasculares. O quadro 2.2 mostra os estudos *in vitro* na literatura atual que utilizam LPUC para melhorar a união da zircônia a um cimento resinoso.

Quadro 2.2 - Estudos *in vitro* mostrando os diferentes tipos e parâmetros de laser utilizados na literatura atual como tratamentos de superfície da zircônia para melhorar sua resistência de união a um cimento resinoso

Artigo	Técnicas testadas	Cimento utilizado	Parâmetros do laser	Resultado
Lasers convencionais				
Lin Y et al, 2013 (89)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al_2O_3 e nove grupos de laser de Er: YAG, subdivididos pela aplicação de diferentes intensidades de energia (100, 200 ou 300 mJ) e tempos de irradiação (5, 10 ou 15 segundos).	Monobond Plus + Panavia F2.0	Laser de Er:YAG (2940 nm), com 100, 200, ou 300 mJ por 5, 10, ou 15 s.	A irradiação com laser não pôde melhorar resistência de união da cerâmica ao cimento resinoso. Aumentar as intensidades de irradiação e estender o tempo de irradiação não trazem benefícios na adesão da cerâmica e podem provocar defeitos no material.
Meryem Gülce Subaşı & Özgür Inan, 2014 (153)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al_2O_3 , revestimento com sílica, laser de Er : YAG e jateamento + laser.	Rely X U200	Er:YAG (2940 nm) com fibra óptica (diâmetro, 1,3 mm), perpendicular à superfície a uma distância de 1 mm, com irrigação de água e resfriamento a ar por 15 s, 400 mJ, 10 Hz, 4 W e largura de pulso de 100 μ s.	Todos os tratamentos de superfície, exceto a irradiação a laser, foram adequados para o tratamento da cerâmica de zircônia. A seleção do cimento foi considerada mais importante do que o tratamento de superfície, e cimentos contendo monômero fosfatados foram adequados para cimentar zircônia.
Kasraei S et al, 2015 (92)	Controle negativo, irradiação com laser de CO2, ou com laser Nd: YAG.	Ketac Cem Plus, RelyX Unicem ou MultiLink Automix.	Laser de CO2 ($\lambda = 10,6 \mu$ m), ponta de cerâmica oca de 600 μ m de diâmetro em um ângulo de 90 °, a 3W, modo pulsado, 100 Hz e duração de pulso de 160ms, a aproximadamente 1 mm da superfície, com refrigeração de ar; Laser de Nd:YAG ($\lambda = 1064$ nm), com potência de 2W, duração de pulso de 300 μ s, energia de pulso de 100mJ e 20Hz. A energia do laser foi fornecida por fibra óptica de 300 μ m de diâmetro,	A durabilidade da resistência de união melhorou com o tratamento de superfície com laser CO2 e Nd:YAG da zircônia.

continuação

Gomes AL, et al, 2015 (88)	Controle negativo, revestimento com sílica (Rocatec), irradiação com laser de Er: YAG (2940 nm, 200 mJ; 10 Hz) e laser seguido por Rocatec.	Variolink II	sem spray de água ou resfriamento de ar. Er:YAG (2940 nm), perpendicular à superfície a 5 mm de distância, 10 Hz e 200 mJ/s.	continua Quando um cimento resinoso contendo 10-MDP foi utilizado sobre uma zircônia tratada com Rocatec, a termociclagem não influenciou negativamente a resistência de união, independentemente da irradiação com laser de Er: YAG.
Liu L et al, 2015 (86)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al_2O_3 e nove grupos de irradiação com laser de Nd:YAG, divididos pela aplicação com diferentes potências de saída (1, 2 ou 3 W) e tempos de irradiação (30, 60 ou 90 s).	Monobond Plus + Multilink Automix	Laser de Nd:YAG, com 1, 2, ou 3 W, por 30, 60, ou 90 s	A irradiação com laser de Nd:YAG não aumentou a resistência de união da cerâmica. O aumento da potência e do tempo de irradiação não pode induzir uma maior resistência de união da cerâmica e pode gerar defeitos no material.
Rona N et al, 2017 (154)	Jateamento com partículas de Al_2O_3 + silano, revestimento com sílica + silano, Laser de Er:YAG + silano, usinagem por descarga elétrica + silano.	Monobond Plus + Variolink II	Amostras revestidas com pó de grafite para aumento da absorção do laser e irradiadas com laser de Er:YAG a 2 W (200 mJ / 10 Hz) por 10 s.	O processo de usinagem por descarga elétrica melhorou a resistência de união e não prejudicou a resistência à flexão do material, ao contrário do tratamento com laser.
Yildirim B et al, 2019 (87)	Controle negativo, revestimento triboquímico de sílica, primer de zircônia à base de MDP, revestimento com nitrato de nanoalumínio e irradiação com laser Er:YAG.	Panavia F2.0 ou Clearfil SA Luting	Laser de Er:YAG a uma distância de 1 mm, 200 mJ, 200 W, por 15 s, sob refrigeração com água.	A adesão foi melhorada após o revestimento triboquímico de sílica em comparação ao primer de zircônia sozinho, revestimento com nitrato de nanoalumínio ou aplicações de laser.
Altan B et al, 2019 (90)	Controle negativo, condicionamento ácido, jateamento com partículas de Al_2O_3 , jateamento + laser de Er: YAG, laser de Er: YAG e CoJet.	Panavia F 2.0	Laser de Er:YAG (2940 nm), a 4W, 10 Hz, energia de 400 mJ, largura de pulso de 100 μ s, perpendicularmente à superfície com uma distância de 10 mm e as superfícies foram irradiadas com irrigação de água por 15 s.	De maneira geral, os grupos tratados com CoJet exibiram maior resistência de união, seguidos pelos grupos de jateamento + laser e apenas jateamento.

continua

continuação

Saade J et al, 2020 (91)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al_2O_3 , irradiação com laser de Er, Cr: YSGG, condicionamento por infiltração seletiva.	Panavia F	Laser de Er Cr YSGG por 2 minutos, com potência de 5,5 W, 20 Hz com energia de 100 mJ.	Uma diminuição significativa na resistência de união foi observada nos grupos jateamento e laser em 48 semanas de armazenamento de água e esterase, enquanto o grupo de infiltração seletiva foi o menos afetado pelo envelhecimento.
Lasers de pulsos ultra-curtos				
Kara O, et al, 2015 (155)	Lasers de femtossegundo (FS), Nd: YAG, Er: YAG.	Multilink, Panavia F, ou RelyX U100	Laser FS (800 nm) a 400 mW / pulso, com pulsos a 90 fs e taxa de repetição de 1 kHz; Laser Nd:YAG com fibra óptica (300 mm de diâmetro) perpendicularmente à superfície da cerâmica a uma distância de 1 mm, com energia de pulso de 100 mJ, pulso de 20 Hz / s, configuração de potência de 2 W, densidade de energia de 141,54 J / cm ² e 150 µs de duração do pulso; Laser Er:YAG perpendicularmente à superfície cerâmica a 1 mm de distância, com água e ar resfriados por ar ajustável e spray de água, com energia de pulso de 300 mJ, pulsos de 20 Hz / seg, configuração de potência de 6 W e duração de pulso de 75 µs.	O laser de FS é um tratamento de superfície eficaz para aumentar a resistência de união da zircônia.
Esteves-Oliveira M et al, 2016 (24)	Jateamento com partículas de Al_2O_3 , revestimento com partículas de SiO_2 , dois irradiados com laser de pulsos ultracurtos, um com 10 repetições de varredura (L10) e outro com 20 (L20).	Monobond Plus + Panavia F2.0	L10: laser de pulsos ultracurtos (1030 nm), varrendo a superfície 10 vezes, 2,3 J / cm ² , duração de pulso de 6 ps; L20: laser de pulsos ultracurtos (1030 nm, varrendo a superfície 20 vezes, 2,3 J / cm ² , duração de pulso de 6 ps.	A irradiação com laser de pulsos ultracurtos aumenta significativamente a resistência de união da zircônia ao cimento resinoso.

continua

continuação

Vicente M et al, 2016 (129)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al_2O_3 de 25 μm ; revestimento com sílica; irradiação com laser de femtossegundo (800 nm, 4 mJ, 40 fs / pulso, 1 kHz, 20 mm); e irradiação com laser de femtossegundo (mesmos parâmetros, com 40 mm).	Panavia F ou Re lyX Unice m	Irradiação com laser de femtossegundo (800 nm), 4 mJ, 40 fs / pulso, 1 kHz, resultando em um ponto de diâmetro de aproximadamente 20 mm. A energia do pulso foi de 0,015 mJ, a velocidade de varredura 0,25 mm / s e a distância de varredura 20 mm; Irradiação de laser de femtossegundo como descrito no grupo anterior, com varredura de 40 mm.	A irradiação com laser de femtossegundo pode ser uma alternativa aos tratamentos de superfície convencionais para obter a adesão adequada de zircônia e cimentos resinosos. A irradiação a laser de femtossegundo na etapa 40 é preferível porque é mais eficiente e rápida.
Yucel MT et al, 2018 (156)	Laser de Er: YAG, laser de femtossegundos e jateamento com partículas de Al_2O_3 .	Monobond Plus + Multilink Speed (MS) ou Multilink N (MN)	Laser de Er: YAG com 1,3 mm de diâmetro, perpendicular à superfície, a 1 mm de distância e resfriamento com ar, 4 W de potência, taxa de repetição de 10 Hz, energia de pulso de 400 mJ e largura de pulso de 100 μs ; Laser de femtossegundo (800 nm), a 700 mW / potência de pulso, duração de pulso de 90 fs e taxa de repetição de 1 kHz, a 300 mm / s.	O jateamento e o laser de femtossegundo foram mais eficazes do que o tratamento com laser de Er: YAG.
Yucel MT et al, 2018 (27)	Controle negativo; superfície espiral usando um feixe de laser de femtossegundo com ângulo de 90 ° ou 30 °; Superfície quadrada quadriculada usando um feixe de laser de femtossegundo com ângulo de 90 ° ou 30 °; Superfície circular usando feixe de laser de femtossegundo com ângulo de 90 ° ou 30 °.	Monobond Plus + Multilink Implant	Laser de 800nm, a 700 mW por pulso, duração de pulso de 90 fs e taxa de repetição de 1 kHz, fluência calculada como $3,88 \times 10^2 \text{ J / cm}^2$ e a intensidade como $1,375 \times 10^{15} \text{ W / cm}^2$.	Os maiores valores médios de resistência de união foram obtidos com superfícies espiral e quadriculada usando um feixe de laser de ângulo de 30 °.

continua

conclusão

Ruja MA et al, 2019 (25)	Controle negativo, jateamento com partículas de Al ₂ O ₃ , revestimento triboquímico de sílica ou irradiação com laser: pontos de superfície com pulsos múltiplos, com espaçamento de 2,5µm (8mJ, 10kHz) ou linhas de superfície de laser com pulso único, com espaçamento de 2,5 µm (4mJ, 6,7 kHz).	Variolink II	Laser ultrarrápido de Nd: YVO4 (1064 nm), duração de pulso de 10 ps. Padrão de pontos, com espaçamento de 2,5 µm entre os pontos em qualquer direção, 8mJ, 10 kHz, pulsos múltiplos; Padrão de linhas, com espaçamento de 2,5m entre as linhas, 4mJ, 6,7 kHz, pulso único. A capacidade do laser de pulsos ultracurtos de alterar a morfologia da superfície Y-TZP, aumentar a molhabilidade e resistência de união sem aumentar o conteúdo de fase monoclínica sugere seu potencial para melhorar a adesão ao cimento resinoso subjacente e ao dente sem comprometer a resistência do material.
--------------------------------------	--	-----------------	--

Fonte: a autora

*Nota-se que, quando pulsos super ou ultra-curtos são utilizados, os resultados relativos à resistência de união dos grupos laser são mais favoráveis.

Embora haja evidências claras de que a texturização com laser de pico e femtossegundo pode melhorar tanto a resistência de união (24,25) às restaurações, quanto a osseointegração a implantes dentários de zircônia (145,146), poucos estudos investigam a influência desse tipo de micro texturização de superfície em uma das propriedades mais importantes da zircônia: sua resistência à flexão (10,157,158). Como no caso das irradiações com laser, a alteração dos parâmetros de irradiação pode causar efeitos totalmente diferentes no material irradiado, é de fundamental importância avaliar a influência de diferentes parâmetros nas alterações nas propriedades mecânicas da zircônia. Foi demonstrado, por exemplo, que pulsos mais longos (10-60 ns) promoveram diminuição significativa na resistência à flexão da 3Y-TZP (152,159). Por outro lado, pulsos na faixa de pico e femtossegundos mostraram manter a resistência à flexão da zircônia no mesmo nível do material não irradiado (sinterizado) (147,149). Assim, há uma tendência clara para uma melhora na qualidade de superfície e manutenção da resistência à flexão com a irradiação com lasers de ps e fs. No entanto, não apenas a duração do pulso, mas também o tipo e a geometria dos padrões de superfície criados podem influenciar a resistência à flexão.

Até onde sabemos, especialmente a influência direta de diferentes padrões de superfície na resistência à flexão da 3Y-TZP não foi estudada antes. Visto que, em primeiro lugar, esta influência não foi esclarecida ainda e, em segundo lugar, diferentes padrões de superfície foram usados em estudos anteriores (25,126,144,152,159), uma comparação entre os estudos de micro texturização da superfície da zircônia com a laser é extremamente difícil.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente estudo foram:

- (1) Revisar sistematicamente a literatura e os dados de resistência de união para identificar a influência que pré-tratamentos químicos e mecânicos têm na resistência de união de cimentos resinosos à zircônia em diferentes condições de envelhecimento.
- (2) Avaliar a superfície de uma zircônia tratada com LPUC, com três diferentes padrões de ablação;
- (3) Avaliar a resistência de união a longo prazo de uma zircônia tratada com LPUC a um cimento resinoso dual;
- (4) Avaliar o comportamento mecânico da zircônia tratada com LPUC, em comparação com o jateamento com partículas de Al_2O_3 e com o controle negativo.

As hipóteses testadas foram as seguintes:

- (1) Não há diferença significativa entre tratamento convencional de superfície de zircônia (3Y-TZP), como o jateamento com óxido de alumínio, e a micro texturização de superfície com um laser de pulsos ultracurtos em relação à rugosidade.
- (2) Não há diferença significativa nos valores de resistência de união de um cimento resinoso de dupla cura a superfícies de zircônia (3Y-TZP) tratadas convencionalmente, àquelas condicionadas (micro texturizadas) com um laser de pulsos ultracurtos.
- (3) Não há diferença significativa entre os tratamentos convencionais da superfície de zircônia (3Y-TZP), como o jateamento com óxido de alumínio e a micro texturização de superfície com um laser de pulsos ultracurtos em relação à resistência à flexão.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Uma zircônia usinável em CAD/CAM parcialmente sinterizada de 3 mol% Y-TZP (Y-TZP, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), contendo aproximadamente 91-94% em massa de óxido de zircônio tetragonal, aproximadamente 5% em óxido de ítrio, além de < 3% em óxido de háfnio, < 1% alumínio e óxido de silício foi empregada neste estudo. Após a sinterização de acordo com as instruções do fabricante (1530°C /2h), grãos de zircônia de um tamanho médio de 0,72 μm ($\pm$ 0,08 μm) foram obtidos (160). O quadro 4.1 mostra os outros materiais utilizados neste estudo.

Quadro 4.1 - Materiais utilizados e suas composições

Material	Componentes	Composição Principal*	Fabricante
In-Ceram YZ	Blocos pré-sinterizados usináveis para sistema CAD/CAM	ZrO ₂ (<94%), Y ₂ O ₃ (<6%), HfO ₂ (<4%), Al ₂ O ₃ (<1%), Si ₂ O ₃ (<1%) em peso	Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha
Tetric Evo Ceram	Cápsulas de 3g, cor A3	BisGMA, UDMA e outros dimetacrilatos (16,8%) Bário, trifluoreto de itérbio, óxido misto (48,5%) Pré-polímeros (34%) Aditivos, estabilizadores e catalisadores (0,7%) Pigmentos (<0,1)	Ivoclar Vivadent GmbH, Schaan, Liechtenstein
Panavia F2.0	Pasta – A Pasta - B	BPEDMA/MDP/DMA/ Ba–B–Si–resina cont. sílica	Kuraray Noritake Europe GmbH, Frankfurt am Main, Alemanha
Clearfill Ceramic Primer	Líquido do primer	3-MPS, 10-MDP, etanol	Kuraray Noritake Europe GmbH, Frankfurt am Main, Alemanha

Fonte: a autora

BisGMA, bisfenol-A-diglicidilmetacrilato; BPEDMA, bisfenol-A-polietoxi dimetacrilato; UDMA, uretano-dimetacrilato; MDP, 10- di-hidrogenofosfato de metacrilóiloxi-decilo; Al, alumínio; B, boro; Ba, bário; Si, silício; Zr, zircônio; Y, ítrio; O, oxigênio.

*De acordo com as informações fornecidas pelos fabricantes

4.2 Métodos

Quatro etapas separadas foram realizadas: uma revisão sistemática da literatura sobre adesão de zircônia a cimentos resinosos (Fase 1 - Revisão Sistemática), um estudo piloto, para definir os parâmetros de irradiação com laser (Fase 2 - Piloto); um estudo investigando a adesão da zircônia a um cimento resinoso dual em longo prazo (Fase 3); e uma avaliando a resistência à flexão e as alterações da fase cristalina da zircônia tratada (Fase 4).

Para a Fase 3, blocos de 10 x 10 x 5 mm³ foram preparados a partir do material cerâmico para os testes de resistência de união. As amostras foram polidas com discos de carbeto de silício úmido usando uma máquina de polimento (gramatura FEPA: 600, 1200, 2400; Saphir 360, ATM, Mammelzen, Alemanha). Depois disso, os blocos foram limpos em cuba ultrassônica (Branson 12, Branson Ultrasonics, Danbury, EUA), com água destilada, por 5 min para remover qualquer contaminação e, em seguida, sinterizados de acordo com as instruções do fabricante (aquecimento: 17 K/min, temperatura final: 1530°C por 2h, resfriamento 5 K/min).

Para o Estudo Piloto (N = 55) e a Fase 4 (N = 160), (teste de flexão de quatro pontos), foram preparadas 215 barras de 21 x 4 x 2,1 mm³ a partir da mesma zircônia utilizada na fase 3.

4.2.1 Fase 1 – Revisão sistemática

Com o objetivo de explorar a literatura existente no tema de tratamentos de superfície para melhora da resistência de união em zircônias odontológicas e estabelecer os métodos mais adequados atualmente disponíveis no mercado para tal fim, uma revisão sistemática da literatura foi realizada, com a seguinte pergunta: Qual a melhor estratégia de tratamento de superfície de zircônia para melhorar a adesão ao cimento resinoso?

Esta revisão sistemática foi relatada de acordo com a extensão PRISMA-NMA e foram registradas no International Prospective Register of Systematic Reviews (PROSPERO) (PROSPERO 2020 CRD42020188641; disponível em: https://www.crd.york.ac.uk/prospero/display_record.php?ID=CRD42020188641).

4.2.1.1 Estratégia de busca

Uma busca sistemática da literatura sobre adesão de zircônia foi realizada usando os seguintes bancos de dados eletrônicos: MEDLINE/PubMed, Web of Science e Scopus. A literatura cinzenta (Opengrey) e as listas de referência de textos completos identificados também foram selecionados para recuperar estudos relevantes adicionais que possam cumprir os critérios de inclusão. Nenhuma restrição foi colocada quanto ao idioma ou ano de publicação. A última pesquisa foi realizada em 08 de maio de 2020.

Uma estratégia de busca foi desenvolvida para o banco de dados MEDLINE/PubMed e então adaptada para os outros com base na seguinte pergunta PICO: "Qual a melhor estratégia de tratamento de superfície de zircônia para melhorar a adesão ao cimento resinoso?" Os resultados das diferentes bases de dados foram verificados manualmente para localizar e eliminar estudos duplicados. A estratégia de busca completa é mostrada abaixo: ((Y-TZP OR "Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals Ceramic" OR zirconium OR zirconia OR "zirconium oxide" OR ZrO₂ OR "zirconia ceramic" OR "YTZP ceramic" OR "Y-TZP ceramic" OR "YTZP zirconia" OR "Y-TZP zirconia" OR YPSZ OR Y-PSZ OR "YPSZ ceramic" OR "Y-PSZ ceramic" OR "YPSZ zirconia" OR "Y-PSZ zirconia") AND ("adhesive cement" OR "luting cement" OR "dental luting cement" OR "composite cement" OR "resin cement" OR "resin composite cement" OR "dental bonding" OR "dental luting" OR "dental cement" OR "adhesive retention" OR "adhesive luting resin" OR "resin bonding" OR "luting Agent") AND ("surface treatment" OR sandblasting OR laser OR "ultra-short pulsed laser" OR plasma OR abrasion OR grinding OR etching OR "particle suspension" OR "chemical treatment" OR "chemical agent" OR "silicon coating" OR cojet OR co-jet OR siljet OR silicoater OR PyrosilPen OR "hexadimethylsil oxane plasma" OR "vapor deposition" OR "4-chloride silicon" OR "coupling agent" OR primer OR silan OR "metal primer" OR "tribochemical silica coating" OR Rocatec) AND ("bond strength" OR shear OR microshear OR micro-shear OR tensile OR microtensile OR micro-tensile OR adhesion)).

4.2.1.2 Critérios de seleção

Inicialmente, os títulos e resumos dos estudos potencialmente elegíveis identificados nas bases de dados foram avaliados por dois revisores independentes (SAG e ACCA), previamente treinados e calibrados para a seleção dos estudos (Kappa > 0,8). Os estudos foram considerados elegíveis se avaliassem a resistência de união de cimentos compostos à zircônia com 3 antagonistas: zircônia, resina composta ou cimento resinoso, incluindo dados de testes de microtração, macrotração, micro-cisalhamento ou macro-cisalhamento. Estudos sem resumos disponíveis listados foram totalmente avaliados para inclusão/avaliação de texto completo. Após a primeira avaliação, os estudos que atenderam aos critérios de inclusão tiveram seus textos completos revisados de forma independente; então,

aqueles com pelo menos um critério de exclusão foram considerados inelegíveis. Os critérios de exclusão foram: ausência de grupo de comparação (controle); estudos in vitro sem avaliação da força de união; envelhecimento insuficiente (ciclagem térmica com menos de 5000 ciclos ou armazenamento < um mês); revisões de literatura, revisões sistemáticas e meta-análises e ensaios clínicos; artigos em que não foram incluídos dados quantitativos de média e desvio padrão da resistência de união; dados não apresentados em MPa; artigos que repetiram os mesmos dados de força de união em outra publicação; artigos ou resultados de testes baseados em zircônia infiltrada com vidro, zircônia de prensagem isostática a quente, pinos, implantes ou braquetes ortodônticos feitos de zircônia; artigos ou resultados de testes baseados na resistência de união de resinas compostas a copings de zircônia ou porcelana de cobertura a infraestruturas de zircônia; número de espécimes inferior a 5 nos subgrupos; estudos realizados com testes pull-out; artigos ou resultados de testes baseados em cimentos que não sejam sistemas de cimentação adesiva; artigos ou resultados de testes baseados na cimentação no substrato dentário.

Os estudos que empregaram métodos de condicionamento de superfície usando promotores de adesão, como resinas adesivas, agentes silano ou primers apenas foram agrupados em "químicos" e aqueles que usaram apenas protocolos de jateamento, abrasivos ou condicionantes ácidos foram categorizados como "físicos". Quando os métodos de condicionamento físico e químico foram aplicados, esses grupos foram classificados como "físico-químicos". Os grupos "controle negativo" foram definidos como substratos de zircônia moídos apenas com papéis de carboneto de silicone. Dados parcialmente ausentes de artigos incluídos, foram recuperados entrando em contato com os autores correspondentes. Os artigos que apresentavam dados incompletos eram excluídos se o autor não tivesse condições de fornecer as informações solicitadas.

4.2.1.3 Coleta de dados

Os estudos que preencheram os critérios de elegibilidade foram considerados para avaliação posterior da extração de dados. Os dados foram extraídos dos textos completos dos artigos incluídos por meio de formulário padronizado. Os autores categorizaram informações semelhantes em grupos de acordo com os principais resultados de interesse. Um dos revisores (SAG) coletou as informações necessárias

de estudos elegíveis de texto completo, e um segundo revisor (VT) verificou independentemente todos os dados coletados usando esses contornos padronizados. Para cada estudo incluído, os seguintes dados foram extraídos sistematicamente: detalhes da publicação (autores, ano, periódico, país), desenho do estudo, número da amostra, marca da zircônia, composição e método de processamento, cimento resinoso usado, tratamento de superfície realizado, área de cimentação, configuração de teste, condições de envelhecimento e informações sobre o resultado (resistência de união em MPa).

As técnicas de pré-tratamento foram classificadas em 2 grupos principais: mecânicos e químicos. Os pré-tratamentos mecânicos foram classificados em 7 grupos: (i) nenhum pré-tratamento mecânico (incluindo também polimento com carbetto de silício e planificação), (ii) jateamento com óxido de alumina, (iii) revestimento triboquímico de sílica, (iv) irradiação com laser, (v) etching químico, (vi) revestimento cerâmico e (vii) plasma. Os pré-tratamentos químicos foram classificados em 3 grupos: (i) nenhum pré-tratamento químico, (ii) primers contendo MDP, (iii) primers funcionais (sem MDP na composição, incluindo silanos). Os cimentos compostos foram divididos em 3 grupos: (i) cimentos contendo MDP, (ii) cimentos contendo monômero funcional sem MDP, (iii) cimentos sem monômero funcional (158).

Todos os grupos de teste foram divididos em 3 condições de envelhecimento: (i) condição não-envelhecida, aplicada a espécimes armazenados por até de 1 dia em ar ou água, dessecador ou incubadora com 98 a 100% de umidade e/ou submetidos a termociclagem por menos de 500 ciclos antes do teste de resistência de união, (ii) condição de envelhecimento intermediário, aplicada a espécimes armazenados de 2 dias a 6 meses em ar ou água, dessecador ou incubadora com 98 a 100% de umidade e/ou submetidos a termociclagem por 500 a 5.000 ciclos; (iii) condição de envelhecimento longo, aplicada a espécimes armazenados por mais de 6 meses em ar ou água, dessecador ou incubadora com 98 a 100% de umidade e/ou submetidos à termociclagem por mais de 5.000 ciclos. Os conjuntos de dados obtidos a partir das 3 condições de envelhecimento (“Não-envelhecido”, “Envelhecido intermediário” e “envelhecimento longo”) foram analisados separadamente para avaliar a resistência de união.

4.2.1.4 Avaliação do risco de viés

O risco de viés foi avaliado de acordo com a descrição dos artigos dos seguintes parâmetros para avaliação da qualidade do estudo, com base no trabalho anterior de 2014 (161), com algumas pequenas alterações para melhor se adequar às características do presente estudo: randomização dos espécimes, uso de materiais de acordo com as instruções do fabricante, uso de corpos de prova com a mesma área de cimentação, descrição do cálculo amostral ou poder de teste, cimentação realizada pelo mesmo operador, cimentação realizada sob as mesmas condições de carga e cegamento do operador da máquina de teste. Se os autores relataram o parâmetro, o artigo tinha um “S” (sim) naquele parâmetro específico; se não foi possível encontrar a informação, o artigo recebeu um “N” (não). Artigos que relataram de um a três itens foram classificados como de alto risco de viés, quatro ou cinco itens como médio risco de viés e seis ou sete itens como baixo risco de viés.

4.2.2 Fase 2 – Determinação do limiar de ablação e triagem de parâmetros e padrões de irradiação com laser (Estudo Piloto)

Para determinar o limiar de ablação para a irradiação da cerâmica, a irradiação foi realizada no comprimento de onda de 1064 nm (ortovanadato de ítrio dopado com neodímio - Nd:YVO₄) com fluências de 2 a 34 J/cm² e potência média de 1 a 11W, em quatro taxas de repetição diferentes: 50kHz, 100kHz, 400kHz, 800kHz. Após as irradiações, a rugosidade superficial média (Ra), a distância máxima do ponto mais alto ao ponto mais profundo (Rz) e a profundidade média dos sulcos criados pelo laser (h) foram determinadas usando um perfilômetro 3D de varredura a laser.

Com base no conhecimento de que os ângulos internos agudos dos materiais de restauração ou cavidades dentárias podem levar à concentração de tensões (162) e sabendo que o padrão de linhas cruzadas (LC) do laser criou ângulos internos agudos na zircônia (24), podendo facilitar a propagação de trincas, um estudo piloto foi conduzido em busca de novos padrões e parâmetros de irradiação e padrões de superfície. Procurou-se criar estruturas superficiais, sem ângulos agudos (como linhas

aleatórias – LR ou ondas - LW) (figura 4.1), que pudessem não só melhorar a resistência de união do material, mas também reduzir as chances de enfraquecimento da zircônia. Para LR, a randomização das direções de varredura é realizada pelo software (Laser Programming System for Windows - DMG Mori). A direção das linhas de varredura é alterada por um algoritmo integrado de maneira aleatória entre cada camada. Normalmente, após 10 camadas, as texturas não eram mais visíveis na superfície do espécime.

Além disso, o melhor momento (antes ou depois da sinterização) para o tratamento de superfície foi avaliado no estudo piloto, com um grupo irradiado com linhas cruzadas no momento pré-sinterização (NS) (figura 4.2). Como não havia referências disponíveis quanto aos melhores padrões de superfície, densidades de energia mais adequadas, durações de pulso, velocidade de varredura e assim por diante, um grande estudo de triagem foi conduzido a fim de delimitar o grande número de configurações do laser e padrões de varredura possíveis para esta aplicação.

A taxa de ablação média foi calculada a partir da profundidade de uma cavidade (medida com vídeo-microscópio Keyence VX6000) e o número total de pulsos por sítio. O cálculo do número total de pulsos por sítio foi realizado utilizando a seguinte equação:

$$N = D_F / d_x * D_F / d_y * n$$

Onde D_F representa o diâmetro do feixe, d_x o deslocamento do feixe na direção do traçado ($d_x = v / f$), d_y a distância entre as linhas de irradiação; v a taxa de alimentação do feixe de laser; f a taxa de repetição de pulso de laser, n o número de camadas de irradiação. Posteriormente, a taxa de ablação (h) em $\mu\text{m} / \text{pulso}$ foi calculada da seguinte forma:

$$h = t / N$$

Onde t é a profundidade total de ablação.

Os parâmetros que promoveram menor dano superficial visível (verificado por análise de microscopia óptica), apresentaram maior rugosidade do que o grupo controle (NC) e com o grupo jateado com partículas de Al_2O_3 (SB) resultaram nos

maiores valores médios de resistência à flexão (n=5) foram incluídos no estudo principal e serão descritos em detalhes no próximo sub-capítulo deste trabalho.

Figura 4.1 – Padrões de irradiação de superfície com laser de pulsos ultracurtos

Fonte: a autora

Linha superior: Representação gráfica das linhas percorridas pelo feixe de laser usado para cada padrão de superfície. Linha inferior: Imagens representativas das superfícies de Zircônia Y-ZTP irradiadas com os três padrões de superfície escolhidos no estudo piloto (linhas cruzadas, linhas aleatórias e padrão de ondas). Os parâmetros escolhidos foram: LC1, LR2, LW1.

Figura 4.2 - Grupos de tratamento utilizados no estudo piloto

NC	SB	LC1	LC2	LC3	LR1	LR2	LR3	LW1	LW2	NS
Apenas Polido	Jateamento	Linhas Cruzadas	Linhas Cruzadas	Linhas Cruzadas	Linhas Aleatórias	Linhas Aleatórias	Linhas Aleatórias	Ondas Paralelas	Ondas Paralelas	Linhas Cruzadas pré-sinterização
lixas 400-1200	50 µm Al ₂ O ₃ 2.8 Bar 10 mm - 20s	2,3 J/cm ²	4,6 J/cm ²	35 J/cm ²	2,3 J/cm ²	9,5 J/cm ²	35 J/cm ²	9,5 J/cm ²	4,6 J/cm ²	2,3 J/cm ²
Ra: 0,6 ± 0,3 Rz: 11,5 ± 1,5 σ(Mpa): 748,4	Ra: 1,6 ± 1,1 Rz: 20 ± 3,5 σ(Mpa): 942,7	Ra: 5,1 ± 0,6 Rz: 32,9 ± 2,6 σ(Mpa): 579,5	Ra: 6 ± 0,2 Rz: 36,5 ± 2,3 σ(Mpa): 571	Ra: 5,5 ± 0,3 Rz: 41 ± 5,7 σ(Mpa): 504,8	Ra: 1,4 ± 0,9 Rz: 15,4 ± 3 σ(Mpa): 616,8	Ra: 1 ± 0,4 Rz: 14,3 ± 3,1 σ(Mpa): 708,3	Ra: 1,2 ± 0,4 Rz: 16,1 ± 2,7 σ(Mpa): 593,8	Ra: 8,7 ± 0,9 Rz: 49,1 ± 5,2 σ(Mpa): 633,5	Ra: 6,4 ± 0,3 Rz: 36,1 ± 2,7 σ(Mpa): 615,3	Ra: 8,1 ± 0,3 Rz: 52,4 ± 1,8 σ(Mpa): 464,9

Fonte: a autora

Estudo piloto para a escolha dos parâmetros do laser. Primeira linha: câmera reflex de lente única; segunda linha: perfilômetro laser 3D, 10 x; terceira linha: tratamento de superfície/padrão de irradiação; quarta linha: parâmetros dos tratamentos; quinta linha: rugosidade superficial (R_a e R_z) e resistência à flexão.

De acordo com a figura 4.2, pode se observar que os parâmetros que obtiveram maior resistência à flexão e menor alteração de cor são marcados em verde e foram os escolhidos para o estudo principal.

4.2.3 Fase 3 – Resistência de união

Para apresentar a fase 3, que avaliou a resistência de união a longo prazo de uma zircônia tratada com LPUC a um cimento resinoso dual, além da caracterização da superfície por MEV e perfilometria, o fluxograma abaixo é apresentado para melhor entendimento (figura 4.3).

Figura 4.3 - Fluxograma da fase 3

Fonte: a autora

Análise de resistência de união, caracterização da superfície por MEV e perfilometria

4.2.3.1 Preparação dos Espécimes Cerâmicos

Sessenta blocos de 10x10x 5 mm³ foram preparados a partir do material cerâmico para os testes de resistência de união. As amostras foram polidas com discos de carbeto de silício úmido usando uma máquina de polimento (gramatura FEPA: 600, 1200, 2400; Saphir 360, ATM, Mammelzen, Alemanha). Depois disso, os blocos foram limpos em cuba ultrassônica (Branson 12, Branson Ultrasonics, Danbury, EUA), com água destilada, por 5 min para remover qualquer contaminação e, em seguida, sinterizados de acordo com as instruções do fabricante. Quarenta e oito (48) blocos de cerâmica foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos (n=12) que receberam os seguintes tratamentos de superfície:

- **jateamento com partículas de óxido de alumínio (SB)** de 50 µm por 20 segundos (2,8 bar, distância de 10 mm) (61,163)
- irradiação com **laser de pulsos ultracurtos com padrão de linhas aleatórias (LR)** (quadro 4.2)
- irradiação com **laser de pulsos ultracurtos com padrão de linhas cruzadas (LC)** (quadro 4.2)
- irradiação com **laser de pulsos ultracurtos com padrão de ondas paralelas (LW)** (quadro 4.2)

Após os tratamentos de superfície e antes do procedimento de adesão, todos os espécimes foram limpos ultrassonicamente em 96% de isopropanol por 3 min para remover qualquer contaminação (164).

Doze espécimes adicionais não receberam nenhum tratamento de superfície e foram utilizados como controle negativo (NC) para a avaliação de rugosidade de superfície.

4.2.3.2 Irradiação com Laser de pulsos ultracurtos

Os espécimes foram irradiados com um laser de picossegundo (Trumicro 5050, Trumpf, Ditzingen, Alemanha) montado em um centro de usinagem 3D (LASERTEC 50 Shape, Sauer, Pfronten, Alemanha). Os parâmetros de processamento foram escolhidos com base no estudo piloto descrito anteriormente (Figura 4.2) e testando várias densidades de energia e padrões de superfície. Para a realização das irradiações, cada espécime foi posicionado no eixo z e o foco do feixe laser foi ajustado individualmente. O scanner foi configurado para irradiar automaticamente um quadrado com um comprimento de aresta de 10 mm, com diferentes padrões de irradiação: linhas cruzadas (LC), linhas aleatórias (LR) ou ondas paralelas (LW). A distância entre os pulsos subsequentes na direção de alimentação foi de cerca de 4 µm, correspondendo à taxa de pulso e de alimentação e a profundidade de ablação de zircônia na faixa de 15-35 µm foi obtida para todos os padrões (Quadro 4.2). Uma varredura completa da superfície (em 10x10 mm de área) foi considerada uma repetição, como descrito anteriormente (165). Os espécimes foram irradiados sem resfriamento com água e o tempo de irradiação foi de cerca de 5 s por repetição.

Quadro 4.2 - Descrição dos parâmetros do laser de pulsos ultracurtos

Descrição	Linhas Aleatórias (LR)	Linhas Cruzadas (LC)	Ondas Paralelas (LW)
Cristal	Nd: YVO ₄	Nd: YVO ₄	Nd: YVO ₄
Comprimento de Onda	1064 nm	1064 nm	1064 nm
Potência	5 W	9 W	5 W
Energia por Pulso	50 µJ	11 µJ	50 µJ
Densidade de Energia	9.5 J/cm ²	2.3 J/cm ²	9.5 J/cm ²
Taxa de Repetição	100 kHz	800 kHz	100 kHz
Duração do Pulso	12 ps	12 ps	12 ps
Distância de Irradiação	100 mm	100 mm	100 mm
Velocidade	1 m/s	3 m/s	1 m/s
Número de Repetições	10	12	20
Diâmetro do feixe	25 µm	25 µm	25 µm
Distância Entre Linhas	10 µm	35 µm	4 µm
Profundidade Média de Ablação	≈30 µm	≈15 µm	≈32 µm

Fonte: a autora

Todos os parâmetros apresentaram pulsos com apenas 12 trilhonésimos de segundo (10^{-12} s) de duração

4.2.3.3 Rugosidade da Superfície - Perfilômetro a Laser 3D

Um perfil de rugosidade superficial foi determinado para cada um dos grupos (n=6). Mudanças topográficas nas superfícies tratadas foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV, 20 Kv) e também por meio da medição da rugosidade média (Ra) e distância vertical do pico mais alto para o vale mais baixo (Rz) usando um perfilômetro a laser 3D (Microscópio de Varredura a Laser 3D VK-X110, Keyence, Osaka, Japão). A rugosidade dos espécimes foi analisada realizando aproximadamente 4 milhões de medições pontuais numa área de 500 µm x 500 µm no centro dos blocos após a aquisição das imagens com objetivas de ampliação de 50x e a distância vertical média entre os picos mais altos e os vales mais baixos usando a ferramenta “Perfil Linear”. Marcando ponto mais elevado da superfície e o mais baixo, o software calcula a distância entre eles, mostrando a profundidade das ranhuras. A precisão do perfilômetro aplicado é de 5 nm na direção y, e a repetibilidade foi obtida após 10 medidas do mesmo espécime (24).

4.2.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

Após a avaliação perfilométrica, seis blocos de cada grupo de tratamento foram submetidos à análise por MEV. Esta avaliação foi realizada para averiguar os efeitos dos diferentes tratamentos superficiais na microestrutura do material cerâmico. Os espécimes foram limpos com isopropanol a 96% e secos suavemente ao ar. (166) Eles foram posteriormente montados em suportes metálicos, revestidos com de ouro (Evaporation unit, Edwards, UK) e examinados sob um microscópio (Leo 1455 VP, Zeiss, Oberkochen, Alemanha) a 20 kV, com ampliação de 45x, 100x, 200x, 400x, 1000x e 2.000x.

4.2.3.5 Ângulo de Contato

Diferenças na molhabilidade das superfícies cerâmicas tratadas foram avaliadas por medidas de ângulo de contato. As medidas foram realizadas em cada grupo ($n = 3$) pela técnica de queda sésil dinâmica usando um sistema de análise em forma de gota (DSA 10D04, Krüss; Hamburg, Alemanha) por 30 s com diiodometano a uma vazão constante de 8 μl / min. Todas as medidas foram feitas em temperatura ambiente (20 °C) e a umidade (40%) foi controlada (24).

4.2.3.6 Teste de Microtração (μTBS)

Cada bloco cerâmico foi duplicado em resina composta (Tetric Evo Ceram, Ivoclar Vivadent GmbH, Schaan, Liechtenstein) com as mesmas dimensões utilizando um molde feito de um material de impressão de polivinilsiloxano (Provil, Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha). Para isso, camadas incrementais de 2 mm de espessura foram condensadas no molde, fotopolimerizadas por 20 s (Bluephase, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e repetidas até o molde estar cheio. Um bloco de resina composta foi confeccionado para cada espécime de zircônia (Figura 4.4) (24).

Um primer cerâmico (Clearfill Ceramic Primer, Kuraray Noritake Europe GmbH, Frankfurt am Main, Alemanha) foi então aplicado aos blocos com um pincel, deixado em repouso durante 1 min e depois seco com corrente de ar. Em seguida, os blocos cerâmicos e de resina composta foram unidos como pares utilizando um cimento resinoso dual (Panavia F 2.0, Kuraray Noritake Europe GmbH, Frankfurt am Main, Alemanha) de acordo com as instruções do fabricante e sob carga de 15 N por 10 min.

(10) Eles foram então fotopolimerizados por um período de 40s em cada face (Bluephase, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein).

Figura 4.4 - Descrição do procedimento de cimentação para o teste de microtração

Fonte: a autora

Utilizando uma serra banda diamantada resfriada com água em uma máquina de corte de velocidade lenta (banda Diamond 300, Exakt, Norderstedt, Alemanha), cada bloco foi cortado longitudinalmente numa série de fatias de 1 mm de espessura. As fatias foram fixadas e seccionadas individualmente em palitos.

Vinte a trinta palitos de aproximadamente 1,0 mm² de secção transversal foram obtidas de cada bloco. Os cortes periféricos foram descartados, uma vez que os resultados poderiam ser influenciados pela quantidade excessiva ou insuficiente de cimento resinoso na interface. Metade dos palitos de cada bloco foram armazenados em água destilada a 37 °C por 24h e a outra metade por 6 meses (figura 4.5).

Figura 4.5 - Descrição da obtenção dos espécimes para o teste de microtração

Fonte: a autora

Cada palito foi colado com cera pegajosa (Supradent Klebewachs, Chemisches Dental-Labor Oppermann-Schwedler, Bonn, Alemanha) a um jig concebido para transmitir forças puramente de tração, quando montado numa máquina de carga universal (Zwick 2.5, Zwick, Ulm, Alemanha). As forças de flexão foram evitadas colando os espécimes na posição mais paralela possível e em contato com o jig. A carga de tração (100 N) foi aplicada a uma velocidade de 0,5 mm/min até a falha (figura 4.6). A carga no momento da falha foi registrada em Newtons e os fragmentos do espécime foram cuidadosamente removidos do aparelho com uma lâmina de bisturi. A área da seção transversal no local da fratura foi medida com a aproximação de 0,01 mm com um paquímetro digital.

A resistência de união (MPa) foi calculada utilizando a equação:

$$\mu\text{TBS} = P/A,$$

na qual **P** é a carga no momento da falha (N) e **A** é a área de ligação da amostra (mm²).

Figura 4.6 - Equipamento utilizado para os testes de microtração

Fonte: a autora.

A) Máquina de corte de velocidade lenta. B) Espécime encaixado no dispositivo de tração (jig). C) Colagem do espécime no jig com cera pegajosa. D) Máquina de carga universal.

4.2.3.7 Análise do Tipo de Falha

O tipo de falha de cada palito testado foi avaliado em microscópio estereoscópico (Leica MZ6; Wetzlar, Alemanha) com ampliação de 25x e classificado como adesiva em caso de falha entre cerâmica e cimento ou entre compósito e cimento, coesiva quando ocorreu dentro da réplica de resina ou da zircônia, ou como mista, quando ocorreram simultaneamente falhas coesiva e adesiva num mesmo espécime. Como um dos objetivos do estudo foi avaliar o potencial adesivo do cimento para o substrato de zircônia, fraturas puramente coesivas não foram consideradas, assim como falhas no pré-teste (24,157,166).

4.2.4 Fase 4 – Resistência à flexão e caracterização de fase

Na figura 4.7, é mostrado o fluxograma da fase 4 deste trabalho, na qual foi realizada a análise da resistência à flexão e a caracterização de fase (XRD) da zircônia irradiada.

Figura 4.7 - Fluxograma da fase 4

Fonte: a autora.

Análise da resistência à flexão e caracterização de fase (XRD) da zircônia irradiada

4.2.4.1 Teste de Resistência à flexão

Para o teste de resistência à flexão (teste de flexão de quatro pontos), foram preparadas 160 amostras em forma de barra de $24 \times 4 \times 2,1 \text{ mm}^3$, de acordo com a norma ISO 6872, a partir da mesma zircônia utilizada na fase 1 (Figura 4.7).

As 160 barras foram distribuídas aleatoriamente em cinco grupos ($n=32$). Quatro desses grupos receberam os mesmos métodos de condicionamento de superfície que os blocos cerâmicos para testes de resistência de união. Em um grupo adicional, as amostras foram apenas polidas (grupo Controle Negativo - NC). A resistência à flexão foi determinada de acordo com a norma ISO 6872 e usando um teste de flexão de quatro pontos. Os testes foram realizados em uma máquina de testes universal (Instron 1186, Instron, Darmstadt, Alemanha) com uma célula de carga de 10 kN. Cada espécime de zircônia, com chanfro de 45° nas bordas principais, foi posicionado em 2 suportes de aço (hastes de apoio), com a superfície tratada voltada para baixo (lado de tração), enquanto a superfície não tratada foi

posicionada em contato com as barras de carga (lado de compressão) (figuras 4.8 e 4.9). A carga foi aplicada com uma velocidade de 1 mm/min até a falha. A carga máxima (N) foi registrada e a resistência à flexão (σ) foi calculada em MPa usando a seguinte fórmula: $\sigma = \frac{3PL}{4wb^2}$, onde P é a carga da ruptura em Newtons; L é a distância de centro a centro dos rolos de suporte em milímetros; w é a largura da amostra em milímetros e b é a espessura das amostras em milímetros (18,167).

Figura 4.8 – Representação esquemática do teste de flexão de quatro pontos

Fonte: a autor

Preparação, tratamento e análise dos espécimes

Figura 4.9 - Equipamento utilizado para os testes de flexão de 4 pontos

Fonte: a autora.

a) Posicionamento dos espécimes em barra no jig. B) Máquina de carga utilizada para os testes de flexão de 4 pontos.

4.2.4.2 Análise Fractográfica

Para a análise qualitativa fractográfica, os espécimes foram previamente observados sob microscópio estereoscópico (Leica MZ6; Wetzlar, Alemanha), com aumento de 4 a 25X para identificar o padrão de fratura. Após esta etapa, três espécimes de cada grupo foram selecionados aleatoriamente para análise de microscopia electrónica de varredura (MEV) (Leo 1455 VP, Zeiss, Oberkochen, Alemanha). Suas superfícies fraturadas foram limpas em água por 5 min usando imersão ultrassônica seguida por 3 min de imersão em 96% de isopropanol. Subsequentemente, foram revestidos com ouro. As análises qualitativas dos espécimes foram concluídas com ampliação de 35x, 100x, 200x, 400X e 1000X (168). A interpretação das características microscópicas da superfície da fratura, como origem da fratura, direção da propagação da trinca, curva de compressão e linhas de hackle, foi realizada de acordo com os padrões atuais e as diretrizes da *Academy of Dental Materials* e do *National Institute of Standards and Technology* (118,169).

4.2.4.3 Análise de Difração por Raios-X (Caracterização de Fase)

Para a caracterização de fases, duas amostras por grupo foram escolhidas aleatoriamente entre as amostras não destruídas das análises anteriores. A identificação da fase (XRD, D2-Phaser, Bruker, Billerica, Massachusetts, EUA) das cerâmicas sinterizadas e tratadas foi realizada usando radiação Cu-K α ($\lambda = 1,56 \text{ \AA}$) e um detector LynxEye (PSD). A superfície superior de cada amostra foi analisada de 20 a $90^\circ 2\theta$ com etapas de $0,020^\circ$. A análise qualitativa foi realizada por método comparativo (18,170,171). A quantidade de conteúdo cristalino foi obtida por meio de um refinamento Rietveld padrão usando as estruturas 96-230-0613 (ZrO₂ - tetragonal) e 96-900-7486 (Baddeleyite - ZrO₂, monoclinica) do banco de dados ICDD. Uma vez que um conjunto adequado de parâmetros de refinamento foi encontrado, apenas o fator de escala de ambas as fases cristalinas foi refinado para cada amostra para manter os resultados consistentes. Como nenhum padrão interno ou externo foi usado, apenas as quantidades relativas das fases cristalinas puderam ser determinadas, negligenciando qualquer contribuição das fases amorfas.

4.2.5 Análise Estatística

Primeiro, uma análise descritiva foi executada para determinar a média e os desvios padrão dos dados de rugosidade, microtração e resistência à flexão. A distribuição normal dos dados foi testada usando o teste de Kolmogorov-Smirnov ($\alpha=5\%$). Em seguida, como a distribuição normal dos dados foi comprovada para os dados da fase 3, os dados de rugosidade e microtração foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) para comparações entre grupos. Para os dados de resistência à flexão, o teste de *outlier* de Grubbs foi utilizado, e, em seguida, a análise estatística de Weibull (172–174) foi utilizada para descrever a confiabilidade do material cerâmico, descrevendo a variação da resistência obtendo o módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_c) com um intervalo de confiança de 95%, determinado em diagrama conforme DIN ENV 843-5, 2007:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-F} \right) = m \ln \sigma_c - m \ln \sigma_0 \quad ,$$

onde F é a probabilidade de falha, σ_0 a força inicial, σ_c a força característica e m é o módulo de Weibull. A resistência característica é considerada a resistência a uma probabilidade de falha de aproximadamente 63%, e o módulo de Weibull é usado como uma medida da distribuição de forças, expressando a confiabilidade do material. O software estatístico SPSS Statistics 25.00 (IBM, Armonk, Nova York, NY, EUA) foi utilizado para as análises.

5 RESULTADOS

5.1 Fase 1 – Revisão sistemática

5.1.1 Análise descritiva

A partir da busca eletrônica, foram identificados quatrocentos e noventa e seis (496) artigos, dos quais 153 permaneceram após a aplicação dos critérios de exclusão. Oito artigos em texto completo, dos 153 que preenchiam os critérios, foram solicitados aos autores correspondentes para avaliação completa, mas não foram enviados e foram, portanto, excluídos deste estudo, totalizando 145 artigos incluídos na revisão (figura 5.1 e quadro 5.1).

5.1.2 Risco de viés

Dos 145 estudos incluídos, apenas 3 apresentaram baixo risco de viés. 33 estudos apresentaram médio risco de viés e 109 estudos mostraram alto risco de viés.

Figura 5.1 - Procedimentos de seleção de acordo com o protocolo PROSPERO

Fonte: a autora

Quadro 5.1 - Estudos incluídos na revisão sistemática após aplicação dos critérios de exclusão. Estudos ordenados pelo tipo de teste de resistência de união realizado

Artigo	Tratamento de superfície	Tipo de teste	Envelhecimento	Conclusões dos autores
Abdalla MM et al, 2019 (175)	Revestimento triboquímico com sílica / pulverização de alta ionização com sílica	Cisalhamento	Armazenamento a seco por 24 h a 25°C ou 6000 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C.	O revestimento com sílica sobre zircônia promove uma união química resina-zircônia confiável, sem qualquer transformação de fase e danos à superfície.
Acay C et al, 2019 (176)	Revestimento com nano-alumina / fluoração em fase gasosa / jateamento com partículas abrasivas / fluoração em fase gasosa + jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h armazenamento em água a 37°C ou 5000 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C.	O revestimento de nano-alumina a fluoração em fase gasosa aplicada durante 2 minutos + jateamento aumentam a resistência de união da zircônia ao cimento. A ciclagem térmica aplicada afeta os resultados obtidos.
Akazawa N et al, 2017 (177)	Jateamento com partículas abrasivas / revestimento com sílica + primers	Cisalhamento	24h armazenamento em água a 37 °C ou 24h armazenamento em água a 37 °C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A resistência de união é significativamente influenciada por uma combinação do monômero funcional e a modificação da superfície realizada em vez da rugosidade da superfície do material.
Al-Shehri EZ, et al, 2017 (178)	Jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h armazenamento ou de 10000 ciclos mecânicos (10 N, cerca de 2,25 MPa 1,0 Hz) + 5000 ciclos térmicos entre 6 ° C e 48 ° C.	O jateamento com 2.8 bar resultou em maior rugosidade da superfície e maior resistência de união. A ciclagem combinada diminuiu a resistência e união, independentemente da pressão do jateamento utilizada para condicionar as superfícies de zircônia.
Altan B et al, 2019 (90)	Controle negativo / condicionamento ácido / jateamento com partículas abrasivas / jateamento com partículas abrasivas + laser de Er: YAG / laser de Er: YAG/ Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Blocos monolíticos de zircônia apresentaram valores de resistência mais elevados títulos em relação ao bloco de zircônia Y-TZP.

continua

continuação

Baldissara P et al, 2013 (179)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica / glaze cerâmico	Cisalhamento	Armazenamento úmido 24 h a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Revestimento triboquímico com sílica e glaze forneceram o melhor tratamento de superfície. As melhores combinações de tratamento de superfície / cimento foram Cojet / RelyX Unicem e glaze / Panavia F.
Blatz MB, et al, 2004 (180)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	3 dias de armazenamento em água a 25 ° C ou 180 dias de armazenamento em água + 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O envelhecimento reduziu significativamente a resistência de união. Um primer contendo um monômero fosfatado pôde atingir resistência ao cisalhamento de longo prazo superior ao jateamento com qualquer um dos agentes de cimentação testados.
Blatz MB, et al, 2010 (181)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Cimentos contendo monômeros adesivos (MDP / 4-META) foram superiores a outras composições.
Buyukhatipoglu IK, et al, 2016 (182)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / glaze cerâmico + condicionamento ácido / condicionamento ácido a quente	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A combinação adequada entre tratamento de superfície e agente de acoplamento / silano é recomendada para atingir união durável entre zircônia e cimento.
Cadore-Rodrigues AC et al, 2020 (183)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento com sílica	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 90 dias de armazenamento de água a 37 ° C + 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Revestimento com 7% de Si apresentou um melhor desempenho após o envelhecimento do que o jateamento e o revestimento com 20% de Si. Uma concentração mais elevada de sílica não foi capaz de promover a adesão estável ao cimento depois de envelhecimento.
Canullo L et al, 2014 (184)	Jateamento com partículas abrasivas / jateamento com partículas abrasivas + plasma de argônio	Cisalhamento	40 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	Plasma de argônio pode melhorar a resistência de união entre a zircônia e cimento resinoso.
Chen BZ et al, 2018 (185)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Revestimento com substâncias alcalinas associado a primers contendo MDP melhorou a união de resina à zircônia.

continua

continuação

Chen C et al, 2014 (186)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 25 ° C ou 50 dias de armazenamento em água a 25 ° C + 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O uso de primers de zircônia e de cimento auto-adesivo aumentou os valores de resistência de união.
Chen Y et al, 2016 (187)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + primers experimentais	Cisalhamento	30 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	O aumento da concentração de PENTA aumenta a sua afinidade de ligação com zircônia, mas não necessariamente, a sua eficácia de união.
Chen Y et al, 2017 (188)	Controle negativo + primers experimentais	Cisalhamento	30 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	MDP melhora a união por meio da formação de ligações de Zr-O-P com a zircônia. 10 MDP% em peso parece ser a concentração ótima para a síntese de primers de zircônia.
Cheung GC et al, 2014 (189)	Controle negativo / Glaze cerâmico + condicionamento ácido + silano / revestimento triboquímico com sílica + silano / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 21 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O glaze cerâmico forneceu uma união forte e durável ao cimento resinoso sob as condições testadas.
Chuang SF, et al, 2017 (190)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Primers à base de MDP apresentam função relevante em facilitar ligações P-O-Zr e melhorar a união resina-zircônia. O MPS prejudica a atividade química do MDP, especialmente se for a camada final.
Cura C et al, 2012 (191)	Controle negativo + primers / Glaze cerâmico + abrasão + primers	Cisalhamento	armazenamento de 24 h a 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C, 37 ° C ou.	A combinação entre silano (Monobond S) / adesivo (Heliobond) / Variolink II se beneficiou da aplicação da camada de glaze, mas a combinação primer /Multilink Automix sozinha também forneceu uma resistência de união suficiente.

continua

continuação

Darvizeh A et al, 2015 (192)	Controle negativo / revestimento com nano-sílica + jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	A nano-sílica utilizada neste estudo pode ser uma abordagem adequada, simplificada e de baixo custo para proporcionar uma união confiável à Y-TZP. O jateamento não é necessário após a deposição de nano-sílica, no entanto, pode criar micro retenções nas superfícies cerâmicas livres de sílica e aumentar a resistência de união imediata de cimentos à base de metacrilato.
Druck CC et al, 2015 (193)	Revestimento triboquímico com sílica / revestimento com nano-sílica + silanização / revestimento com nano-sílica + condicionamento ácido + silanização	Cisalhamento	24 h de armazenamento ou 90 dias de armazenamento + 10.000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A adesão a zircônia pode ser melhorada se a superfície recebe uma camada de 5 nm de nano filme de SiO ₂ ou é submetido a jateamento com partículas de sílica, seguido de silanização.
Eldwakhly E et al, 2019 (194)	Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	2 meses ou 4 meses de armazenamento em água a 25 ° C.	Supõe-se que os monômeros de silano comportaram-se de forma diferente, como resultado das diferenças de estrutura química, e a mistura de outros monômeros com o monômero predominante pode interferir na eficácia do monômero funcional real. No entanto, Monobond Plus exibiu estabilidade hidrolítica para a união de cimento / ZrO ₂ .
Feitosa AS et al, 2017 (195)	Glaze / jateamento com partículas abrasivas + glaze / Revestimento triboquímico com sílica + glaze / condicionamento ácido + glaze / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 15000 ciclos térmicos entre 8 ° C e 48 ° C ou 90 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	Os resultados do estudo sugerem que a aplicação de glaze pode ser considerada uma alternativa aos métodos de condicionamento tradicionais, tais como o jateamento ou revestimento com sílica, uma vez que levaram a uma resistência de união e durabilidade semelhantes sem a necessidade de abrasão por jateamento.

continua

continuação

Figen Akyelken Gökkaya et al, 2013 (196)	Controle negativo + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água ou 1500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 13500 TC ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O presente estudo indica que a resistência de união do cimento auto-adesivo foi positivamente influenciada por pré-tratamento da superfície de zircônia com diferentes silanos. O envelhecimento levou a uma diminuição da resistência de união de ambos os tipos de cimentos, independentemente da maior parte dos silanos utilizados.
George J K Cheung & Michael G Botelho, 2015 (197)	Controle negativo / condicionamento ácido / jateamento com partículas abrasivas + condicionamento ácido + silano / jateamento com partículas abrasiva, com e sem silano / condicionamento por infiltração seletiva / condicionamento ácido com ultrassom + silano	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 21 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O condicionamento ácido da cerâmica com silano forneceu união mais forte e mais durável sob as condições testadas. O jateamento e a infiltração seletiva não proporcionaram resistência de união durável.
Grasel S et al, 2018 (198)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	120 dias de armazenamento em água a 37 ° C	O jateamento melhorou a resistência de união, dependendo da combinação de primers / cimento.
Jevnikar P et al, 2010 (75)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / revestimento com alumina / jateamento com partículas abrasivas + revestimento com alumina	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Após a funcionalização da superfície, a união resiste aos ciclos térmicos, sem redução na resistência. O método é relativamente simples e tem o potencial para se tornar um método de condicionamento eficaz para a zircônia.
Jiang T, et al, 2014 (199)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / jateamento com partículas abrasivas + condicionamento por infiltração seletiva / condicionamento por infiltração seletiva	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento de água a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	A infiltração seletiva pode aumentar a rugosidade da superfície e a resistência de união entre a zircônia e cimento. A resistência ao cisalhamento não diminuiu após a ciclagem.

continua

continuação

Jin-Soo Ahn, et al, 2015 (200)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	23h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A aplicação cimento com MDP, sem pré-tratamento não foi suficiente para melhorar a resistência de união a uma superfície de Y-TZP não tratada. A aplicação de primer com MDP parece ser um método confiável para aumentar a resistência de união entre a Y-TZP e cimentos autoadesivos com MDP.
Khan AA, et al, 2016 (201)	Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos experimentais	Cisalhamento	24 horas, 2 meses ou 4 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	Um primer experimental contendo uma mistura de 1,0 vol .-% 3-acriloxipropiltrimetoxissilano e 0,5 vol .-% de bis-1,2- (triethoxysilil) etano com nanotubos de carbono de parede única pode melhorar significativamente a união da ZrO2 revestida com sílica ao cimento.
Khan AA, et al, 2019 (202)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	Imediato ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A rugosidade da superfície da ZrO2 aumentou linearmente quando a pressão de ar foi aumentada, enquanto que a molhabilidade da superfície tinha uma relação não linear com a pressão de ar operacional. A formação de um ângulo de contato baixo com uma superfície de ZrO2 não é indispensável para melhora da união do cimento resinoso à ZrO2.
Kaimal A et al, 2017 (203)	Jateamento com partículas abrasivas / Jateamento com partículas abrasivas + plasma de argônio / Jateamento com partículas abrasivas + silano	Cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A aplicação do silano causou aumento máximo na resistência ao cisalhamento, devido a um aumento da molhabilidade. Tratamento por plasma foi menos eficaz em comparação com o tratamento com silano. O jateamento quando utilizado isoladamente resultou em valores de resistência ao cisalhamento mais baixos, tornando assim necessário o uso de uma combinação de tratamentos de superfície.
Kara O, et al, 2015 (155)	Laser de pulsos ultra-curtos / laser de Nd: YAG / laser de Er: YAG	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O laser de fs é um tratamento de superfície eficaz para rugosidade superfícies de zircônia. Além disso, ele apresentou a mais elevada resistência.

continua

continuação

Kasraei S et al, 2015 (92)	Controle negativo / laser de CO2 / laser de Nd: YAG	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 3000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A durabilidade da união da zircônia ao cimento resinoso melhorou após o tratamento e superfície com os lasers de CO2 e Nd: YAG.
Kim DS et al, 2019 (204)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / plasma de argônio / jateamento com partículas abrasivas + plasma de argônio	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	O tratamento com plasma aumentou significativamente a resistência de união inicial, que é maior quando se utiliza L-CEM LinkAce do que quando se utiliza RelyX U200.
Kim JH, et al, 2015 (205)	Controle negativo + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Independentemente de envelhecimento artificial, Single Bond Universal e ALL-BOND Universal mostraram resistência de união significativamente mais elevadas do que Alloy primer, um primer metálico convencional.
Koizumi H et al., 2012 (206)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Aplicação de cimentação e agentes contendo MDP proporcionaram uma melhor resistência de união com a zircônia do que outros sistemas.
Külünk S, et al, 2011 (207)	Controle negativo / revestimento com sílica / Jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Jateamento com partículas abrasivas de diamante, partículas de nitreto de boro cúbico e partículas de óxido de alumínio de 110 uM mostrou valores de resistência mais elevados do que outros métodos tratamento.
Külünk T et al, 2013 (208)	Jateamento com partículas abrasivas / revestimento com alumina / Jateamento com partículas abrasivas + revestimento com alumina	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	As maiores forças de união foram obtidas por jateamento com 50 um de Al2O3, as menores foram obtidas com revestimento com alumina.
Lee & Lee, 2017 (209)	Controle negativo / Jateamento com partículas abrasivas / condicionamento ácido	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O condicionamento ácido produziu uma menor taxa de transformação de fase monoclínica. Panavia F 2,0 mostrou resistência de união mais elevada do que Variolink N.
Lee JJ et al, 2017 (210)	Revestimento com alumina nano-estruturada / revestimento triboquímico com sílica + silano	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Revestimento com alumina nano-estruturada é um método de tratamento de superfície eficaz para aumentar a resistência de união entre Y-TZP e cimentos resinosos duais.

continua

continuação

Lee Y et al, 2019 (211)	Jateamento com partículas abrasivas / condicionamento ácido / jateamento com partículas abrasivas + condicionamento ácido	Cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O condicionamento ácido induziu alterações superficiais significativas à zircônia que aumentaram a resistência ao cisalhamento do cimento resinoso.
Lin Y et al, 2013 (89)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / laser de Er: YAG	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou de 24h de armazenamento em água a 37 ° C + 20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O laser de Er: YAG não pôde melhorar a resistência de união da zircônia ao cimento resinoso. Melhorar intensidades de irradiação e prolongar o tempo de irradiação não têm nenhum benefício na adesão da cerâmica, e pode causar defeitos no material.
Liu D et al, 2014 (212)	Controle negativo / revestimento triboquímico com sílica / glaze + condicionamento ácido / revestimento com sílica / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	30 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 3000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Uma ligação da resina zircônia confiável e durável é vital para a longevidade de restaurações dentárias. O revestimento de sílica pode ser uma maneira confiável, capaz de aumentar a adesão entre a resina e zircônia.
Liu D et al, 2015 (213)	Controle negativo / revestimento triboquímico com sílica / condicionamento ácido / revestimento com sílica	Cisalhamento	Imediato ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A união resina/zircônia pode ser melhorada de forma eficaz condicionamento ácido ou revestimento com sílica, sem conduzir a uma transformação de fase cristalina T → M.
Liu L et al, 2015 (86)	Controle negativo /jateamento com partículas abrasivas / laser de Nd: YAG	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 24h de armazenamento em água a 37 ° C + 20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O laser de Nd: YAG não pôde melhorar as propriedades de superfície da zircônia e não pôde aumentar sua resistência de união. Aumentar a potência e prolongar o tempo de irradiação não pôde induzir a maior resistência de união e pode provocar danos ao material.
Lung CYK, et al, 2012 (214)	Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	Imediato ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Os valores de resistência ao cisalhamento medidos para todos os agentes silano após o armazenamento de água e termociclagem excederam o valor mínimo de resistência ao cisalhamento de 5 MPa pela ISO. O agente de acoplamento de silano, 3-acriloxipropiltrimetoxissilano, apresentou a maior resistência de união nas três condições de armazenamento.

continua

continuação

Lung CYK, et al, 2012 (215)	Revestimento triboquímico com sílica + primers experimentais	Cisalhamento	Imediato ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Os resultados sugerem que a combinação de (3-acriloxipropil) trimetoxissilano com reticulantes bis [3- (trimetoxissililo) propil] amina apresentou uma estabilidade hidrolítica superior ao com bis-1,2- (trietoxissilil) etano.
Lung CYK, et al, 2015 (80)	Revestimento triboquímico com sílica / imersão em dispersão de nitreto de silício	Cisalhamento	Imediato ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O revestimento de Sílica formado sobre a superfície tratada com nitreto de silício, seguido de tratamento térmico não induziu transformação de fase. O impacto de partículas na superfície da zircônia durante o jateamento promoveu transformação de fase tetragonal para monoclínica e cúbica (ou romboédrica). O jateamento produziu as maiores resistências de união de sob as três condições de armazenamento.
Martins SB et al, 2019 (216)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento com certas partículas antes ou antes e depois da sinterização proporciona valores de resistência de união compatíveis com os mais altos valores resultantes do jateamento após sinterização da zircônia, com a vantagem de não promover transformação de fase da zircônia, quando realizada antes da sinterização, o que pode contribuir para uma maior durabilidade da restauração.
Matinlinna JP et al, 2007 (217)	Revestimento triboquímico com sílica / imersão em dispersão de nitreto de silício	Cisalhamento	Imediato ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	A adesão pode ser promovida na zircônia revestida com sílica com 1,0% em volume de 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane e com uma mistura de 1,0% em volume de 3-mercaptopropiltrimetoxissilano e 1,0% em volume de 1,2-bis- (trietoxissilil) etano.

continua

continuação

Matinlinna JP, 2011 (54)	Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos experimentais	Cisalhamento	armazenamento a seco OU 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Silanização com primers experimentais in vitro produziu resistência de união significativamente maior do que o silano controle pronto-para-uso.
Matinlinna JP, et al 2006 (218)	Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos experimentais	Cisalhamento	armazenamento a seco 24 h ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Colagem de resina experimental e cimento comercial para zircônio revestido com sílica é eficaz com 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane ou 3-methacryloyloxypropyltrimethoxysilane, mas não com 3-isocyanatopropyltriethoxysilane.
May LG et al, 2010 (219)	Controle negativo / condicionamento ácido + primer com MDP / sílica revestimento + primer com 3-metacriloxipropil trimetoxisilano (MPS) / revestimento com sílica + primer com MDP	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 90 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Os valores de união foram maiores e mais estáveis nos grupos de SiO ₂ . O uso de primer com MDP após o revestimento com sílica aumentou a resistência de união.
Mendonça BC et al, 2019 (220)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / plasma de argônio / jateamento com partículas abrasivas + plasma de argônio	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou um ano de armazenamento em água a 37 ° C.	O jateamento sozinho foi capaz de aumentar a resistência de união, que permaneceu estável após um ano, dependendo do tipo de dióxido de zircônio.
Meryem Gülce Subaşı & Özgür Inan, 2014 (153)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / laser de Er:YAG / laser de Er:YAG + jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Todos os tratamentos de superfície, exceto a irradiação com laser, foram adequados para o tratamento da zircônia. A seleção do cimento foi mais importante do que o tratamento de superfície, e cimentos contendo monômero fosfato apresentaram melhores resultados.
Minh LE et al, 2019 (221)	Controle negativo / condicionamento ácido / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 22 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 150 dias de armazenamento de água a 22 ° C + 37500 ciclos térmicos 5 ° C e 55 ° C ou.	O jateamento cria uma superfície de cimentação mais durável do que com o condicionamento ácido, independentemente do tipo de dióxido de zircônio.

continua

continuação

Moon JE, et al, 2016 (222)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento com partículas de 50 um, com 4 bar durante 20 s a 45 ou 90 graus de incidência é recomendado.
Oba Y et al, 2014 (223)	Controle negativo + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou de 24h de armazenamento em água a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A aplicação de silano não melhorou a resistência ao cisalhamento. Em contraste, é possível que MDP tenha sido inibido pela adição do y-MPTS. Por isso, primers com MDP são recomendados para a cimentação de zircônia com cimento contendo tri-n-butilborano.
Okutan Y et al, 2019 (224)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento é um passo importante para melhorar a rugosidade da superfície e a resistência de união da zircônia. Os valores de cisalhamento não foram significativamente influenciados pelo tamanho de partícula e pressão do ar do jateamento.
Oliveira-Ogliari A et al, 2015 (225)	Revestimento triboquímico com sílica / revestimento com sílica	Cisalhamento	24 horas, 3, 6 e 12 meses de armazenamento em água a 37 °C.	Foi possível conseguir uma ligação confiável e duradoura entre zircônia e cimentos à base de metacrilato quando se utiliza esta nova abordagem.
Özcan M & Yetkiner E, 2015 (226)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + silano / Revestimento com sílica + silano / revestimento com sílica silanizada	Cisalhamento	6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Prontamente partículas de sílica silanizadas podem ser substituídas por sílica de revestimento convencional e silanização.
Özcan M et al, 2008 (227)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos / Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O desempenho dos métodos de condicionamento chairside utilizados para zircônia compatível com a alternativa laboratorial testada.
Özcan M et al, 2011 (228)	Controle negativo + tratamentos químicos/ revestimento com sílica + tratamentos químicos / jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	3 meses de armazenamento em água a 37 ° C	O revestimento com sílica chairside e silanização para condicionar a superfície da zircônia melhorou a resistência de união em comparação com os protocolos de cimentação dos fabricantes para Superbond e Panavia F 2.0.

continua

continuação

Ozel EG, et al, 2019 (229)	Jateamento com partículas abrasivas / Jateamento com partículas abrasivas + laser de Er:YAG / Jateamento com partículas abrasivas + laser de Nd:YAG	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O laser combinado com jateamento resultou em superfícies mais rugosas do que o jateamento sozinho. O jateamento sozinho melhorou a resistência de união ao cimento resinoso, em comparação com o laser e jateamento combinados.
Pardo NP, et al, 2016 (230)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	Armazenamento a seco a 37 ° C ou 10 dias de armazenamento em água 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A combinação do revestimento triboquímico com sílica com silano pode melhorar a união da zircônia com cimento auto-adesivo e recomenda-se como um pré-tratamento para aumentar a retenção elementos de dióxido de zircônio.
Passos SP et al, 2010 (231)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica + silano	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 12 000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O revestimento com sílica + silano mostrou resistência de união mais elevada e estável com e sem envelhecimento. A durabilidade da adesão pode variar, dependendo do tipo de cimento.
Pereira LL et al, 2015 (232)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	60 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	O jateamento seguido pela aplicação do primer universal aumentou a resistência de união do cimento resinoso à zircônia, com a exceção de Single bond Univesal e MZ.
Pott PC et al, 2018 (233)	Controle negativo / plasma de argônio + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 100 dias de armazenamento em água a 37 ° C 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	A utilização de plasma parece ser adequada para melhorar a resistência de união entre a zircônia e materiais auto-condicionantes. No entanto, mais pesquisas são necessárias para identificar a influência da variação de parâmetros do plasma.
Pozzobon JL, et al, 2016 (234)	Revestimento triboquímico com sílica / revestimento com sílica	Cisalhamento	10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C + 90 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	Para a cimentação adesiva de reconstruções minimamente invasivas em Y-TZP, o revestimento com sílica chairside com partículas de 30 um deve ser realizado durante 20 s a uma distância de 10-20 s, mas para o revestimento com sílica de laboratório com partículas de 110 um, 10 s de abrasão são suficientes.

continua

continuação

Pozzobon JL, et al, 2017 (235)	revestimento de sílica Tribochemical + silanização / glaze + condicionamento ácido	Cisalhamento	90 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	O revestimento triboquímico com sílica aumentou a resistência de união, devido a maiores melhorias nas características químicas e micromecânicas para união aos cimentos resinosos.
Qeblawi QM, et al, 2015 (236)	revestimento de sílica Tribochemical + silanização /Jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento úmido a 37 ° C ou 3 dias de armazenamento úmido a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Não foram observadas diferenças significativas na resistência de união entre a zircônia e um cimento com um primer de silano e um cimento contendo fosfato di-methacryloxydecyl sem um primer separado. O envelhecimento teve um efeito significativo sobre a resistência ao cisalhamento dos 2 cimentos auto-adesivos.
Queiroz JR, et al, 2013 (237)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento com nano-sílica + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A adesão química dos cimentos resinosos testados foi similar após a deposição de nano filme de sílica e ao jateamento seguido por aplicação do primer.
R Janda et al 2003 (238)	PyrosilPen	Cisalhamento	24h de armazenamento seco + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A tecnologia PyrosilPen é um método fácil e eficaz para o tratamento de superfície de silicato, o óxido de alumínio e óxido de zircônio para se obter uma boa ligação a cimentos resinosos.
Re D, et al, 2015 (239)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / Revestimento triboquímico com sílica + silano	Cisalhamento	7 dias de armazenamento em solução fisiológica a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 60 ° C.	Depois de envelhecimento artificial, as diferenças mínimas nos valores de resistência de união entre os grupos de jateamento e controle não foram de estatisticamente significantes.
Rebholz-Zaribaf N & Özcan M, 2016 (240)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento a seco ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Um cimento resinoso dual com 10-MDP pode ser sugerido como escolha de cimento em conjunto com um primer com 10-MDP, para união mais confiável à zircônia. O que também pode ser uma alternativa aos protocolos de jateamento.
Rona N et al, 2017 (154)	Jateamento com partículas abrasivas + silano / Revestimento triboquímico com sílica + silano / laser de Er:YAG + silano / descarga elétrica + silano	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento por descarga elétrica aumentou a resistência de união. Além disso, não houve qualquer efeito adverso significativo da descarga elétrica na resistência à flexão da zircônia.

continua

continuação

Saleh NE, et al, 2019 (241)	Jateamento com partículas abrasivas / condicionamento ácido + primers	Cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento é um método mais eficaz para aumentar a resistência de união do que o condicionamento com ácido fluorídrico, e a aplicação Z-Prime Plus aumenta a resistência de união mais do que Clearfil Ceramic Primer.
Salem RST et al, 2019 (242)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Um cimento resinoso contendo fosfato de diidrogênio-metacrilóiloxidecil é recomendado para proporcionar uma união durável para zircônia monolítica.
Sciasci et al, 2015 (243)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tamanho das partículas não influenciou a resistência de união dos grupos abrasionados exclusivamente com alumina ou partículas de sílica. RelyX ARC foi mais dependente do tratamento de superfície do que RelyX U100 ou Panavia F.
Shimoe S et al, 2012 (244)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / jateamento com partículas abrasivas + aquecimento	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 20000 ciclos térmicos entre 4 ° C e 60 ° C.	Embora o jateamento tenha melhorado consideravelmente união entre a zircônia e cimentos indiretos, o tratamento térmico subsequente teve um efeito negativo sobre a durabilidade da resistência de união.
Shin YJ et al, 2014 (245)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento combinado de jateamento seguido por primer de zircônia é recomendado para a cimentação com Panavia F2.0 e Clearfil SA.
Silva LH, 2012 (246)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento térmico do primer de zircônia melhorou a resistência de união inicial, mas não promoveu uma ligação estável sob as condições de envelhecimento.
Steiner R et al, 2020 (247)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	7 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento por si só não foi suficiente como o pré-tratamento da superfície de zircônia. Para se atingir altos valores de resistência de união, recomenda-se a utilização de um cimento resinoso com um primer com MDP.

continua

continuação

Tanaka R. et al, 2008 (103)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Uma resistência estável ao cisalhamento foi conseguida na Y-PSZ revestida com sílica com a interação cooperativa de monómero fosfatado e silano.
Thammajarak P et al, 2020 (248)	Revestimento triboquímico com sílica / revestimento com nano-sílica + primer	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Após a termociclagem, a resistência de união compósito-zircônia do revestimento com nano-alumina foi comparável ao do tratamento triboquímico com sílica.
Vanderlei A, et al, 2014 (249)	Controle negativo / revestimento triboquímico com sílica / glaze + condicionamento ácido / glaze + revestimento com sílica / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento seco ou 150 dias de armazenamento seco + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Glaze + condicionamento ácido alteraram a morfologia da Y-TZP de cerâmica e melhorou a adesão ao cimento, mas a obtenção de valores elevados e estáveis de união a Y-TZP permanece um desafio.
Vasconcelos US, et al, 2019 (250)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / laser de Er:YAG / laser de Er:YAG + jateamento com partículas abrasivas / laser de Er:YAG + Revestimento triboquímico com sílica	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento com partículas de óxido de alumínio de 110µm após irradiação com laser pode uma alternativa eficaz no tratamento de superfície da zircônia. A utilização de laser de Er: YAG isoladamente não é eficaz para aumentar a resistência de união entre o cimento e a zircônia.
Vicente M et al, 2016 (129)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica + laser de pulsos ultra-curtos	Cisalhamento	Imediato ou 50000 ciclos mecânicos (90 N, 3 ciclos / s).	Uso de irradiação com laser femtosegundo pode ser uma alternativa a tratamentos de superfície convencionais para alcançar a adesão adequada.
Wandscher VF et al, 2016 (251)	Revestimento com sílica / jateamento com partículas abrasivas	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C + 150 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	O jateamento com partículas finas de cerâmica feldspática é uma nova técnica e parece ser adequada para melhorar a resistência de união entre a zircônia e cimentos resinosos.
Xie GZ, et al, 2011 (252)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + corante	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A aplicação de corante não afetou a resistência de união à resina e a durabilidade da cerâmica.
Xie H et al, 2013 (253)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / condicionamento ácido + primers	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 25 ° C ou 40 dias de armazenamento em água a 25 ° C.	O condicionamento ácido sob aquecimento parece ser um tratamento promissor para aumentar a rugosidade superficial melhorar a resistência de união.

continua

continuação

Xie H et al, 2016 (254)	revestimento de sílica Tribochemical + silanização /Jateamento com partículas abrasivas + primers	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 20.000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C + 40 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	A aplicação de adesivos universais de frasco único depois de jateamento é uma alternativa ao revestimento triboquímico com sílica com silanização, enquanto que a ligação entre a resina e Y-TZP é mais susceptível à hidrólise quando um primer de zircônia ou adesivo universal de frasco único é usado.
Xie H et al, 2017 (255)	Jateamento com partículas abrasivas / condicionamento ácido / condicionamento ácido ultrassônico	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 21000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Condicionamento ultrassônico com HF 40%, à temperatura ambiente durante 10 minutos pode ser utilizado como um método alternativo de aumento da rugosidade para melhorar a cimentação de Y-TZP.
Yi A, 2015 (256)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A aplicação de Z-PRIME após o jateamento apresentou os melhores resultados na melhora da união entre Y-TZP e cimento auto-adesivo.
Yagawa S et al, 2018 (257)	Controle negativo + primers cerâmicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou de armazenamento em água 24 horas a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Aplicação de primers contendo monômero fosfato hidrofóbico (MDP) produziu resistência de união durável de agentes de cimentação resinosos à zircônia translúcida.
Yang L et al, 2018 (258)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 30000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Primers, adesivos e cimentos resinosos contendo MDP promovem resistência de união aceitável após envelhecimento de longo prazo.
Yang L et al, 2018 (259)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 20000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C + 60 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	Condicionamento com um primer contendo MDP combinado com cimento resinoso convencional é mais confiável.
Yang L et al, 2019 (260)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Cisalhamento	24 horas, uma semana, um mês, 3 meses, 6 meses, e 12 meses de armazenamento em água a 37 ° C ou temperatura ambiente ou 30000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Aplicação de cimentos auto-adesivos por si só pode ser uma alternativa para pré-condicionado com um primer de zircônia seguido pela aplicação de cimentos resinosos convencionais. Formação de ligações Zr-O-P contribuiu para o melhoramento da ligação de cimentos auto- adesivos. Diferentes condições de envelhecimento afetaram os valores de cisalhamento.

continua

continuação

Yenisey M et al, 2016 (261)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / laser de Er:YAG + jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tempo de sinterização pode ser eficaz na resistência de união e o revestimento com sílica de 30 um (Cojet) com silano aumentou a resistência de união entre o cimento a cerâmica sinterizada de diferentes maneiras.
Yildirim B et al, 2019 (87)	Controle negativo / revestimento triboquímico com sílica + silano/ primer com MDP/ revestimento com nano-nitreto de alumínio /laser de Er:YAG	Cisalhamento	5500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Adesão de cimentos com químicas diferentes à zircônia pode ser melhorada após o revestimento triboquímico com sílica em comparação com primer sozinho, revestimento com nano nitreto de alumínio ou laser.
Yucel MT et al, 2018 (156)	Jateamento com partículas abrasivas / laser de Er:YAG / laser de pulso ultra-curtos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento e o laser femtosegundo foram mais eficazes do que o tratamento com laser de Er: YAG.
Yucel MT et al, 2018 (27)	Controle negativo / laser de pulsos ultra-curtos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Os maiores valores médios para Ra e resistência de união foram alcançados com um feixe de laser de ângulo de 30 °.
Yun J et al, 2010 (262)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Primers metálicos não são sempre eficazes para a ligação entre cerâmica Y-TZP e cimentos resinosos. Mesmo que um primer metálico não seja suficiente por si só, a aplicação combinada com jateamento parece ser um pré-tratamento apropriado para melhorar a resistência da união à cerâmica Y-TZP, especialmente com Panavia F 2,0.
Zaia WLS et al, 2015 (263)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 15 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O melhor tratamento para promover resistência de união elevada à zircônia é associar tratamento triboquímico com o sistema adesivo.
Zhang H et al, 2015 (264)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + primer	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento com Primer pode melhorar a resistência de união à zircônia. No entanto, a interface de ligação do primer não é estável e rapidamente se degrada durante a termociclagem.

continua

continuação

Zhao L et al, 2016 (265)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento a 37 ° C + 3000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C	A presença de MDP no cimento não pareceu ter um efeito positivo sobre a resistência de união de longo prazo com a zircônia.
Attia A et al, 2011 (58)	Jateamento com partículas abrasivas / revestimento com sílica + primers	Tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 7500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Um novo primer universal melhorou a resistência de união à zircônia, enquanto o método de limpeza teve pouco ou nenhum efeito.
Ebeid K et al, 2018 (266)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 150 dias de armazenamento de água a 37 ° C + 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento com Al ₂ O ₃ a uma pressão reduzida na fase de pré-sinterização pode resultar em resistência de união durável ao cimento resinoso.
Elsayed A et al, 2017 (267)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 7500 ciclos térmicos a partir de 5 ° C e 55 ° C ou 150 dias de armazenamento de água a 37 ° C + 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A resistência de união é significativamente afetada pelo sistema adesivo utilizado. Um primer separado contendo silano e monômero fosfatado fornece uma união mais durável do que os silanos incorporados a adesivos universais multimodo.
Hallmann L et al, 2016 (83)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / plasma de argônio / plasma gasoso / condicionamento ácido / fundição	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento com partículas de zircônia abrasivas é um método promissor para aumentar resistência de união sem danos significativos à superfície da cerâmica. Um método promissor alternativo é a fundição.
Kern M & Wegner, 1998 (8)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / acrilização + tratamentos químicos	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 150 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Uma ligação durável foi conseguida apenas através da utilização de compósitos com um monômero adesivo especial.

continua

continuação

Kern M et al, 2009 (268)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 150 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A omissão do jateamento resultou no descolamento durante o envelhecimento artificial independente do primer utilizado. A combinação de jateamento e primer melhorou a união de longo prazo à zircônia. Com pressão baixa, a rugosidade da superfície foi reduzida sem afetar a resistência de união de longo prazo, desde que os primers adesivos adequados sejam aplicados.
Lehmann & Kern, 2009 (269)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 150 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 37500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A utilização de primers contendo monômero fosfatado sobre zircônia jateada melhora significativamente a resistência de união.
Wandscher VF, et al, 2017 (270)	Revestimento triboquímico com sílica / glaze + condicionamento ácido / revestimento com nano-sílica	Tração	60 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 12000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C	Revestimento triboquímico com sílica e revestimento com nano-sílica sobre a superfície interna de coroas de zircônia promoveram uma força de retenção maior.
Wille et al, 2017 (271)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Tração	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 7500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O primer auto-condicionante promoveu resistência de união significativamente mais baixa resistência do que o método convencional.
Ali N et al, 2019 (272)	Controle negativo / Fusão de partículas pulverizadas / Jateamento com partículas abrasivas	Micro-cisalhamento	armazenamento 24h + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A fusão de partículas melhorou a resistência de união da zircônia ao cimento.
Carvalho RF, et al, 2016 (273)	Revestimento triboquímico com sílica / condicionamento ácido sob aquecimento / condicionamento ácido sob aquecimento + primer / primer	Micro-cisalhamento	6 meses de armazenamento de água a 37 ° C.	O aquecimento de solução química de metanol, ácido clorídrico a 37% e cloreto férrico a 100 ° C durante 30 minutos, com e sem aplicação do primer não pode substituir o jateamento com sílica e silanização para uma melhor adesão da resina à zircônia.

continua

continuação

da Silva EM et al, 2014 (274)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica / primer com MDP	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	Cimento auto-adesivo não foi capaz de manter a união à Y-TZP após 6 meses de envelhecimento em água.
Dal Piva AM et al, 2019 (275)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica + primers cerâmicos	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento em água ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento com sílica, seguido de aplicação de adesivo universal com MDP e calor apresentou uma força de ligação superior à dos outros protocolos. Quando o revestimento de sílica não é realizado, a adesão é fraca e instável em longo prazo.
Go EJ et al, 2019 (276)	Jateamento com partículas abrasivas + tratamentos químicos	Micro-cisalhamento	5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O cimento auto-adesivo sem MDP mostrou o aumento da resistência de união com primer com MDP. A resistência de união do cimento auto-adesivo com MDP não foi afetada significativamente pela utilização do primer.
Lima RBW et al, 2019 (277)	Jateamento com partículas abrasivas / revestimento com sílica + primers	Micro-cisalhamento	24h ou 8 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	Um primer à base de MDP é fundamental para conseguir uma estabilidade da ligação resina-zircônia, mas a reatividade química do MDP é prejudicada quando esta molécula está presente em um sistema multi-componente.
Lopes GC et al, 2016 (278)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	O armazenamento em água não afetou a ligação de cimento resinosos à zircônia, independentemente do tratamento de superfície.
Mangione E & Özcan M, 2019 (279)	Controle negativo / Revestimento triboquímico com sílica	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento a seco ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A contaminação com saliva diminui a adesão da zircônia. Limpeza das superfícies contaminadas com 37,5% de H3PO4 inibe a adesão e, portanto, deve ser evitada em cimentação adesiva de reconstruções de zircônia. O jateamento das superfícies e a utilização de cimentos com 10-MDP proporcionam a melhor adesão.
Negreiros WM et al, 2017 (280)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 1 ano de armazenamento em água a 37 ° C.	A combinação de agente de limpeza e primer pode gerar uma maior resistência de união para Katana às 24 h. A resistência da união à cerâmica reduziu em aproximadamente 50% depois de um ano.

continua

continuação

Noda Y et al, 2017 (281)	Controle negativo + primers cerâmicos	Micro-cisalhamento	24h de armazenamento em água ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Ciclos térmicos reduziram a resistência de união para todos os materiais cerâmicos com qualquer tratamento de superfície.
Saade J et al, 2020 (91)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / laser de Er,Cr:YSGG / condicionamento por infiltração seletiva	Micro-cisalhamento	Imediato ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 2, 24 e 48 semanas de armazenamento em água ou 2, 24 e 48 semanas de armazenamento em solução enzimática de esterase.	O envelhecimento em água e soluções de esterase desempenharam um papel significativo, aumentando a degradação da união. Um armazenamento mínimo de 1 ano em água e esterase deve ser usado para avaliar a durabilidade da ligação entre o cimento e a zircônia.
Wang C et al., 2014 (282)	Jateamento com partículas abrasivas + primers cerâmicos	Micro-cisalhamento	3 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 3 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A pressão da secagem ao ar influencia a resistência e a durabilidade da união. Maior pressão de secagem (0,3-0,4 MPa) para PCC e de pressão intermédia (0,2 MPa) para ZPP são recomendados para produzir ligações duráveis e fortes entre o cimento e a zircônia.
Aboushelib MN et al, 2007 (70)	Condicionamento por infiltração seletiva + tratamentos químicos	Micro-tração	1 semana, 2 semanas, 3 semanas ou um mês de armazenamento em água a 37 ° C.	Condicionamento por infiltração seletiva é um método confiável para o estabelecimento de uma ligação forte e durável com materiais à base de zircônia.
Aboushelib MN et al, 2009 (283)	Vitrificação +condicionamento ácido + primers experimentais	Micro-tração	Imediato ou 90 dias de armazenamento em água a 37 ° C	Estabilidade a longo prazo da união de resina e zircônia está diretamente relacionada à química dos materiais utilizados, incluindo primers.
Aboushelib, MN, 2012 (284)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / fusão de partículas pulverizadas	Micro-tração	24h ou 6 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	Fusão de partículas é um método novo e simples, adequado para aumentar a resistência de união de cimentos à estruturas com base em zircônia.
Aboushelib M et al.,, 2010 (69)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / condicionamento por infiltração seletiva	Micro-tração	Imediato ou 4 semanas de armazenamento em água 37 ° C ou 26 semanas de armazenamento em água 37 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A infiltração seletiva estabeleceu uma ligação forte, estável e duradoura à zircônia.
Attia A, 2011 (285)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / Revestimento triboquímico com sílica + silano	Micro-tração	7 dias de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 7500 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O revestimento com Sílica seguido de aplicação de silano em conjunto com cimentos resinosos adesivos aumentou significativamente a resistência de união, enquanto a termociclagem a diminuiu significativamente.

continua

continuação

Dias de Souza GMD, et al, 2014 (286)	Controle negativo + primers experimentais	Micro-tração	48h ou 6 meses de armazenamento em água a 37 ° C.	A aplicação de um adesivo à base de MDP pode melhorar a resistência de união com a zircônia. No entanto, os resultados de resistência de união para todos os grupos não permaneceram estáveis ao longo de 6 meses.
Dias de Souza, GMD, 2011 (287)	Controle negativo + primers cerâmicos	Micro-tração	40h de armazenamento de água a 37 ° C ou 150 dias de armazenamento de água a 37 ° C.	O uso Alloy Primer melhorou a resistência de união entre RelyX Unicem e zircônia. Embora os valores iniciais obtidos com Panavia tenham sido significativamente maiores do que RelyX Unicem, depois do envelhecimento, ambos os agentes de cimentação apresentaram desempenho estatisticamente semelhantes.
Dias de Souza GM, et al, 2010 (288)	Controle negativo / primers com MDP / primers sem MDP	Micro-tração	72h de armazenamento em água a 37 ° C ou 60 dias de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	Este tratamento químico pode resultar em uma alternativa confiável para alcançar a resistência de união adequada e durável.
Elsaka SE, 2016 (289)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Micro-tração	1 semana de armazenamento em saliva artificial a 37 ° C + 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O tratamento triboquímico da superfície de zircônia com sílica aumentou a resistência de união entre a zircônia e cimentos resinosos. Cimentos contendo monômero fosfatado (APM, MS) proporcionou maior resistência de união com a zircônia monolítica do que os não-APM (MN).
Esteves-Oliveira M et al, 2016 (24)	Jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / laser de pulsos ultra-curtos	Micro-tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 30 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	A irradiação com laser de pulsos ultra-curtos aumentou significativamente a resistência de união e pode ser uma alternativa para melhorar a adesão a este material.
Gomes AL, et al, 2015 (88)	Controle negativo / revestimento triboquímico com sílica /laser de Er:YAG / revestimento triboquímico com sílica + laser de Er:YAG	Micro-tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C + 150 dias de armazenamento em água a 37 ° C.	A ciclagem não influenciou negativamente micro-tração com cimento auto-adesivo contendo 10-MDP, quando usado na superfície de zircônia revestida com sílica, independentemente do tratamento com laser de Er: YAG.
Maroun EV et al, 2019 (290)	Controle negativo / condicionamento ácido / jateamento com partículas abrasivas / vitrificação	Micro-tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 1.200.000 mecânica (98 N, 2,5 Hz) e 10000 (5-55 ° C) ciclos térmicos.	A ligação a Y-TZP de cerâmica vitrificada com glaze resistiu à ciclagem termomecânica.

continua

conclusão

Ruales-Carrera E et al, 2019 (291)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica	Micro-tração	24h de armazenamento em água ou 10 000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O jateamento associado ao uso de adesivos universais contendo MDP poderia proporcionar uma ligação durável à zircônia convencional e de alta translucidez.
Ruja MA et al, 2019 (25)	Controle negativo / jateamento com partículas abrasivas / Revestimento triboquímico com sílica / laser de pulsos ultra-curtos	Micro-tração	48h de armazenamento em água a 37 ° C ou 48h de armazenamento em água a 37 ° C + 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A capacidade do laser de alterar a morfologia da superfície da Y-TZP, aumentar da molhabilidade e rugosidade sem aumentar o teor de fase monoclinica sugere o seu potencial para melhorar a união ao cimento resinoso, sem comprometer a resistência da restauração.
Sakrana & Ozkan, 2017 (292)	Controle negativo / Jateamento com partículas abrasivas + silano / Cloreto de metileno / condicionamento ácido sob aquecimento	Micro-tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 6000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	O condicionamento químico da zircônia pode ser um potencial substituto para o jateamento como um método de tratamento da superfície de zircônia.
Salem RST et al, 2016 (293)	Fusão de partículas pulverizadas / condicionamento por infiltração seletiva / jateamento com partículas abrasivas	Micro-tração	24h OU 3 meses de armazenamento em água a 37 °C.	A infiltração seletiva e a fusão partículas estabeleceram uma união forte, estável e durável à zircônia de alta translucidez.
Smith RL et al, 2011 (10)	Revestimento triboquímico com sílica + silano / revestimento com sílica + primer	Micro-tração	Imediato ou 1, 3 ou 6 meses de armazenamento em água a 37 °C.	A deposição de uma camada de sílica sobre a zircônia resultou em resistência adesiva igual ou superior a longo prazo quando comparada com as técnicas tradicionais de cimentação, mas mais baixa do que para a porcelana dentária tratada com silano.
Thammajarak P et al, 2018 (294)	Revestimento triboquímico com sílica + primer / revestimento com nano-alumina	Micro-tração	24h de armazenamento em água a 37 ° C ou 5000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C ou 10000 ciclos térmicos entre 5 ° C e 55 ° C.	A resistência de união à zircônia após revestimento com alumina nano-estruturada foi comparável à do tratamento triboquímico com sílica.

Fonte: a autora

A maior parte dos estudos (106) utilizou o teste de cisalhamento para avaliação da resistência de união. Foi observado que existe uma grande variedade de protocolos de adesão em zircônia, utilizando diferentes métodos de tratamento, diversos cimentos, com diferentes testes e tempos de armazenamento. Por isso, é difícil realizar uma comparação direta entre tais protocolos.

Para os pré tratamentos mecânicos, os protocolos com maior evidência na literatura incluem jateamento com partículas revestidas de sílica (que permitem a associação com silanos) e jateamento com alumina (combinado com o uso de promotores químicos como produtos à base de 10-MDP). Métodos envolvendo a silicatização da zircônia apresentam resultados promissores, mas que devem ser validados por novos estudos. Um protocolo de adesão que forneça resultados inequívocos ainda não foi identificado.

A escolha do cimento resinoso parece ser menos relevante, desde que se utilize algum monômero funcional em um dos elementos do protocolo adesivo (primer ou cimento). De maneira geral, para todos os tipos de teste, foi possível observar que a combinação entre o pré tratamento mecânico da superfície e a utilização de tratamentos químicos (silano/monômero funcional) promoveu valores maiores de resistência de união do que apenas um dos métodos utilizados isoladamente.

Além disso, foi possível observar também que os métodos de envelhecimento afetaram negativamente os valores de resistência de união, para todos os métodos de tratamento, com efeitos mais ou menos significativos, dependendo do tempo de envelhecimento e do tipo de tratamento empregado.

5.2 Fase 2 - Determinação do limiar de ablação e seleção de parâmetros e padrões de irradiação do laser (Estudo Piloto)

Os dados de ablação são mostrados na figura 5.2. O primeiro valor de ablação mensurável foi detectado para fluências de aproximadamente 2 J/cm². Houve forte correlação entre fluência e profundidade de ablação ($R_2 > 0,94$) para todas as taxas de pulso analisadas. No entanto, a correlação mais forte foi encontrada para 800kHz ($R_2 = 0,98$) e 100kHz ($R_2 = 0,96$). Os parâmetros mais eficientes encontrados, sem

causar danos superficiais (fissuras ou crateras visíveis) foram 2-3 J/cm² para 800 kHz e 9-10 J/cm² para 100 kHz.

Figura 5.2 – Correlação entre a taxa de ablação e os parâmetros de irradiação com laser de pulsos ultracurtos

Fonte: a autora.

A maior taxa de ablação foi encontrada para a frequência de 50 kHz e a maior correlação entre a fluência e a profundidade de ablação foi encontrada para 100 e 800 kHz.

Nos padrões LC (linhas cruzadas) e LW (ondas paralelas), observam-se espaços não irradiados entre as linhas claramente separadas. Já no padrão LR (linhas aleatórias), cada ponto da superfície foi irradiado pelo laser, o que resultou na remoção completa de uma camada da superfície do material cerâmico, semelhante ao que se observou para o grupo SB (jateamento com Al_2O_3).

5.3 Fase 3 – Resistência de união

5.3.1 Rugosidade da Superfície e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As médias de rugosidade (μm) para os diferentes tratamentos de superfície são apresentados nas figuras 5.3 e 5.4. Antes do tratamento, os espécimes apresentaram uma rugosidade média (R_a) de $0,6 \mu\text{m}$ ($\pm 0,3$); um aumento estatisticamente significativo de R_a foi observado apenas para os grupos LC ($4,8 (\pm 0,8)$) e LW ($8,7 (\pm 0,9)$) ($p < 0,05$). Como os grupos NC (controle negativo), SB (jateamento com Al_2O_3) e LR apresentaram padrões de ablação uniformes, apenas os grupos LC e LW originaram sulcos significativamente profundos. As ranhuras criadas nos grupos laser (ferramenta de “perfil”) foram em média $0,7 (\pm 0,1) \mu\text{m}$ para NC, $2,5 (\pm 0,4) \mu\text{m}$ para SB, $1,8 (\pm 0,4) \mu\text{m}$ para LR, $15,2 (\pm 2,4) \mu\text{m}$ para LC e $30,8 (\pm 1,7) \mu\text{m}$ para LW (figura 5.5).

Figura 5.3 - Imagens representativas da MEV e análise de superfície para os diferentes tratamentos

Fonte: a autora.

Imagem microscópica com aumento de 400X (superior), imagem 3D de rugosidade superficial (meio) e meios de medição da rugosidade por grupo (inferior). Superfícies homogeneamente estruturadas com rugosidade aumentada para LC e LW.

Figura 5.4 - Rugosidade da superfície com médias e desvios padrão de Ra e Rz (μm)

Fonte: a autora.

Um aumento significativo em Ra de LC e LW comparado a NC, SB e LR foi encontrado. Já para Rz, foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre todos os grupos laser e NC. Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos.

Figura 5.5 - Análise perfilométrica de profundidade das ranhuras geradas por cada parâmetro de laser

Fonte: a autora.

Aqui, observa-se novamente a uniformidade e homogeneidade do padrão de superfície formado após as irradiações.

A análise das micrografias mostrou que todos os parâmetros do laser causaram um padrão micro retentivo na superfície da zircônia. As imagens também revelaram alteração na estrutura de grãos da zircônia, como mostrado na figura 5.6. Não foram detectadas trincas ou áreas de derretimento após quaisquer tratamentos de superfície.

Figura 5.6 - MEV representativa dos grupos de tratamento (colunas verticais), com ampliação de 400X, 1000x, 2000x e 4000x (linhas horizontais)

Fonte: a autora.

Os grupos laser exibiram padrões de superfície definidos e homogêneos, com altíssima precisão geométrica e resultados altamente previsíveis. Mesmo com uma ampliação de 4000X, nenhum dos grupos exibiu falhas mecânicas.

5.3.2 Ângulo de contato

A maior molhabilidade foi detectada nos grupos LC e LW, onde o líquido foi imediatamente e completamente espalhado pela superfície e, portanto, nenhum ângulo de contato pôde ser medido. SB e LR mostraram ângulos de contato semelhantes e, portanto, menor molhabilidade quando comparados com LC e LW (figura 5.7).

Figura 5.7 - Medidas de ângulo de contato representativas dos grupos SB e LR

Fonte: a autora.

Nos grupos LC e LW, o líquido foi imediatamente e completamente espalhado pela superfície, impossibilitando a formação de um ângulo de contato.

5.3.3 Teste de Microtração (μ TBS)

Os resultados do teste de microtração para os diferentes métodos de condicionamento estão apresentados na figura 5.8. Após 24 h e seis meses de armazenamento, os grupos LC ($32,8 (\pm 6,0) / 21,2 (\pm 5,1)$) e LW ($29,3 (\pm 5,0) / 21,4 (\pm 4,4)$) apresentaram resistências de união significativamente maiores ao cimento resinoso do que os espécimes tratados com SB ($18,1 (\pm 5,4) / 6,0 (\pm 3,2)$) ($p < 0,05$). Para todos os grupos de tratamento, houve uma diferença significativa entre a análise de 24h e a de 6 meses, porém, mesmo após o envelhecimento artificial, os grupos LC (queda de 34% após 6 meses) e LW (queda de 27% após 6 meses) apresentaram uma resistência de união significativamente maior, enquanto SB apresentou queda de 67% após 6 meses de envelhecimento.

Figura 5.8 - Médias e desvios padrão da resistência de união após 24h e após 6 meses (μ TBS)

Fonte: a autora.

Valores de resistência de união significativamente maiores foram observados para os grupos LC e LW em comparação com SB. Diferentes letras indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos de tratamento para cada tempo experimental. Todos os grupos mostraram diferenças estatisticamente significativas entre os tempos experimentais 24h e 6 meses ($p < 0,05$).

Devido ao número de falhas pré-teste (tabela 5.1), o poder do estudo em relação ao teste μ TBS foi recalculado para garantir que ainda seria suficiente para detectar diferenças estatisticamente significativas entre os grupos. Considerando-se um nível de significância de 0,05, obteve-se mais de 99% de poder.

5.3.4 Análise do Tipo de Falha

Os tipos de falha dos espécimes fraturados são apresentados na Tabela 5. Falhas pré-teste ocorreram em todos os grupos. Na análise de 24h, LC apresentou a menor porcentagem de falhas adesivas e uma porcentagem muito alta de falhas mistas com envolvimento de resina. Apenas LC e LW exibiram falhas coesivas na resina, tanto na análise de 24h quanto na de 6 meses. Os valores médios de μ TBS das falhas coesivas excluídas foram 28,9 ($\pm 8,3$) e 31,1 ($\pm 7,4$) MPa para LC e LW, respectivamente, para a análise de 24 h e 19,4 ($\pm 2,8$) e 25,4 ($\pm 2,2$) MPa para LC e LW, respectivamente após 6 meses de armazenamento. Após 6 meses, foi observada maior porcentagem de falhas no momento pré-teste nos grupos SB e LR, em comparação com o momento 24h, mas não para os grupos LC e LW. No geral, os grupos irradiados com laser LC e LW mostraram distribuições de modo de falha semelhantes, assim como os grupos SB e LR.

Tabela 5.1 - Distribuição de palitos testados, falhas pré-teste e tipos de falha após 24h e 6 meses

24h						
Grupo		Palitos Testados	Falhas Pré-teste	Falhas coesivas em Resina	Falhas Adesivas	Falhas Mistas
SB	Número	81	5	0	68	8
	Porcentagem	100	6,17	0	83,95	9,87
LC	Número	70	2	3	14	51
	Porcentagem	100	2,85	4,28	20,00	72,85
LR	Número	76	8	0	49	19
	Porcentagem	100	10,53	0	64,47	25,00
LW	Número	80	8	5	43	24
	Porcentagem	100	10,00	6,25	53,75	30,00
6 meses						
Grupo		Palitos Testados	Falhas Pré-teste	Falhas coesivas em Resina	Falhas Adesivas	Falhas Mistas
SB	Número	60	20	0	40	0
	Porcentagem	100	33,33	0	66,67	0
LC	Número	67	1	4	44	6
	Porcentagem	100	1,49	5,97	65,67	8,95
LR	Número	58	21	0	37	0
	Porcentagem	100	36,2	0,00	63,8	0,00
LW	Número	71	1	2	66	1
	Porcentagem	100	1,41	2,82	92,96	1,41

Fonte: a autora.

5.4 Fase 4 – Resistência à flexão e caracterização de fase

5.4.1 Teste de Resistência à flexão

Os dados de resistência à flexão para cada grupo são apresentados na figura 5.9. A análise de Kolmogorov-Smirnov mostrou uma distribuição não normal dos dados. Após a realização do teste de *outlier* de Grubbs, um espécime do grupo LC e um espécime do grupo LR foram excluídos da análise, resultando em 31 espécimes nesses 2 grupos. Três grupos mostraram diferença significativa em relação ao grupo NC. Entre eles, SB apresentou maior resistência à flexão ($p=0,043$) do que o controle negativo e LC ($p < 0,001$) menor. Apenas um grupo de laser (LR) mostrou resistência à flexão semelhante ao grupo não tratado ($p=1,0$) (figura 5.9). Para ilustrar a diferença de comportamento entre os grupos, a distribuição de Weibull pode ser vista na figura 5.10. A tabela 5.2 mostra os dados da análise de Weibull.

Figura 5.9 - Box Plot da resistência à flexão (MPa) para os diferentes grupos de tratamento

Fonte: a autora.

Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupo.

Figura 5.10 - Distribuição de Weibull para os diferentes grupos de tratamento de superfície

Fonte: a autora.

As análises revelam que LC apresentou o maior módulo de Weibull, entre todos os grupos indicando distribuição mais estreita dos dados de resistência à flexão.

Tabela 5.2 - Resistência característica (σ_c , MPa), módulo de Weibull (m), média da resistência à flexão (MPa) e intervalos de confiança de 95% (IC 95%)

Grupo	n	Média	Desvio padrão	Intervalo de confiança de da média (95%)	Mediana	Resistência característica σ_c (MPa)		Intervalo de confiança de σ_c (95%)	Módulo Weibull (m) [*]	Intervalo de confiança de m (95%)
NC	32	852,0	118,6	809,2 – 894,7	895,3	899,5	A	866,9 – 933,3	9,8	7,3 – 13,1
SB	32	1052,5	150,0	998,4 – 1106,6	1090,3	1113,8	B	1070,6 – 1158,8	9,2	6,9 – 12,3
LR	31	819,8	63,2	796,6 – 842,9	815,2	848,1	A	826,9 – 869,8	14,7	11,3 – 19,2
LC	31	541,6	25,1	532,4 – 550,8	541,5	533,3	C	544,6 – 562,0	23,7	18,3 – 30,8
LW	32	620,9	53,5	601,6 – 640,2	624,7	644,7	D	626,4 – 663,5	12,7	9,9 – 16,4

Fonte: a autora.

* Quanto maior o m ("shape value"), mais consistente é o material ("defeitos" uniformes são homogeneamente distribuídos por todo o volume) (174).

5.4.2 Análise Fractográfica

Sob microscopia estereoscópica, foi possível observar padrões similares de fratura para todos os espécimes de cada grupo, compatíveis com o tipo de espécime confeccionado e com testes de resistência à flexão de 4 pontos. Por meio da MEV, para todos os grupos, a região dos defeitos críticos foi estimada na superfície de cada espécime, na região submetida a esforços de tração durante o teste de resistência à flexão. No entanto, enquanto os grupos SB, LR e LW mostraram linhas de ramificação em forma de leque ao redor do defeito crítico, assim como as amostras NC, o grupo LC mostrou mais linhas de ramificação paralelas, em direção à linha crítica do defeito, formada pelo padrão de irradiação do laser. Nas micrografias obtidas através de MEV, é possível observar marcas, como curvas de compressão (CC) opostas à origem da fratura, região de espelho e defeito crítico (dc) (figura 5.11). Na figura 5.12, é possível observar a localização da falha em relação aos diferentes padrões de superfície. No grupo LC, é possível observar a fratura exatamente sobre uma das ranhuras em linha reta formadas pela irradiação com laser.

Figura 5.11 - MEV representativa das barras de 3Y-TZP fraturadas de todos os grupos.

Fonte: a autora.

Linha superior: ampliação de 35 X de ambas as partes da barra fraturada. As curvas de compressão (CC) podem ser vistas em todos os grupos no lado oposto da origem da falha, ou seja, no lado que recebeu os tratamentos de. Linha do meio: imagens em ampliação intermediária (400 X) mostrando a região do defeito crítico (dc); para os grupos laser LC e LW, a origem da fratura parece mais uma pequena região do que um defeito crítico singular. Linha inferior: imagens em ampliação maior (1000 X) mostrando as linhas de hackle (HL). Nas imagens NC, SB e LR, o defeito crítico no lado de tração pode ser claramente identificado, enquanto nas imagens LC e LW, apenas as ranhuras geradas pelo processamento a laser são facilmente identificáveis, mas uma origem de fratura clara (falha crítica) é difícil de encontrar. Nestes dois grupos, a fratura parece originar-se de um grupo de ranhuras geradas

pelos padrões de irradiação do laser. Descrição das características da fratura de acordo com a diretriz atual (169).

Figura 5.12 - MEV representativa das superfícies fraturadas dos grupos SB, LR e LC

Fonte: a autora.

Imagens com ampliação de 400X (esquerda) e 1000X (direita), demonstrando que, enquanto para os grupos SB e LR a falha parece se originar de um defeito pontual na superfície do material e a linha de fratura não se apresenta uniforme, no grupo LC, a fratura parece se originar em uma das linhas do padrão de superfície geradas pela irradiação com laser, formando, assim, uma linha de fratura mais reta e uniforme.

5.4.3 Análise de Difração por Raios-X (Caracterização de Fase)

A Figura 5.13a mostra as porcentagens de fase t dos grupos tratados. Os grupos SB (92,8%), LC (96,1%) e LW (95,5%) mostram uma diminuição das fases t nas amostras quando comparadas com o Grupo NC (97,9%). Apenas o grupo LR mostra um valor de fase t ainda mais alto de 99,1%. Os valores relativos observados das fases m também são mostrados na figura 5.13a e reafirmam os resultados observados, com as intensidades principais dos picos da fase t ($30,1^\circ$) diminuídas e as da fase m aumentadas nos grupos de tratamento (com exceção de LR), quando comparadas ao grupo NC. Esta conversão de fase t para m pode ser vista mais claramente por um deslocamento da linha do grupo SB (Figura 5.13b) e a relação de fase de 92,8% para a fase t e 7,2% para a fase m.

A composição relativa entre as fases t e m está representada na tabela 5.3. Para todos os grupos laser, a conversão da fase t-m foi menor do que para SB.

Tabela 5.3 - Composição (em peso) relativa das fases tetragonal e monoclinica obtidas a partir da Difração por Raios-X

	Tetragonal % (em peso)	Monoclínica % (em peso)
NC	97,9	2,1
SB	92,8	7,2
LC	96,1	3,9
LR	99,1	0,9
LW	95,5	4,5

Fonte: a autora.

Figura 5.13 - Padrões de XRD representativos dos grupos NC, SB, LC, LR e LW

Fonte: a autora.

a) SB apresentou picos claros de m-ZrO₂ e picos menores de t-ZrO₂, enquanto NC apresentou o pico de maior intensidade para t-ZrO₂ (30,17 graus). b) Todos os grupos tratados com laser apresentaram padrões de XRD semelhantes e nenhum deles um aumento de fase monoclinica pôde ser detectado. Além disso, SB apresentou um pico tetragonal alargado (seta).

6 DISCUSSÃO

Medidas de rugosidade da superfície (Ra, Rz) revelaram que os grupos nos quais o laser foi utilizado diferiram significativamente do controle, exceto para o grupo LR (linhas aleatórias). Para as análises de resistência de união, em 24h, todos os grupos laser diferiram significativamente do controle positivo (SB) e em 6 meses os grupos LC (linhas cruzadas) e LW (ondas paralelas) apresentaram valores significativamente maiores que SB. Em relação à resistência à flexão, todos os grupos de tratamento resultaram em valores significativamente diferentes do controle negativo; novamente, exceto para LR. Portanto, todas as hipóteses nulas foram rejeitadas.

Tendo em vista que, atualmente, o jateamento com partículas de Al_2O_3 é considerado como o tratamento de referência para superfícies de zircônia (59,61,95), qualquer novo método desenvolvido de condicionamento superficial deve ser comparado a este, para que seja possível estabelecer relações de superioridade/inferioridade. Uma vez que a aplicação deste tratamento é realizada de forma manual, para padronizar a técnica e reduzir a variabilidade, a distância do instrumento, a pressão e o tempo de jateamento foram mantidos como constantes para todos os espécimes do grupo. Os valores mais utilizados foram reproduzidos: distância de 10 mm da superfície (100,295,296); tamanho das partículas de 50 μm (61,295,296); e uma pressão entre 2 e 3 bar (61,82,163).

Embora o jateamento com Al_2O_3 em conjunto com cimentos contendo MDP sejam capazes de produzir uma união durável da zircônia, ainda se observa na literatura uma alta taxa de descolamento de zircônia, quando comparadas às cerâmicas vítreas (38,40,108,109). Diversos tipos de lasers com diferentes comprimentos de onda e parâmetros têm sido usados para condicionar superfícies de zircônia com o objetivo de melhorar a resistência de união a cimentos resinosos. Geralmente, os resultados apontaram para valores de resistência de união melhorada em relação aos tratamentos comuns de jateamento (24,25,27,92,128,129), mas o comportamento oposto também foi relatado (86,88,90). Tais dados devem ser analisados com cuidado, pois diferentes comprimentos de onda dos lasers e parâmetros podem conduzir a diferentes aspectos morfológicos da superfície, que por sua vez governam/comandam as vias de adesão.

O tempo de intervalo de pulso do laser também é uma questão muito importante, uma vez que LPUC tendem a promover menos danos residuais às superfícies irradiadas, produzindo superfícies quase, senão totalmente livres de defeitos (149,150,297).

Diversos testes (cisalhamento, tração e push-out) têm sido usados para avaliar a resistência de união de resina-cerâmica. Apesar de mais laborioso e sensível à técnica, o teste de microtração apresenta uma longa lista de vantagens quando comparado aos outros, entre elas, o uso mais econômico dos materiais, melhor controle de diferenças regionais dentro do mesmo espécime, melhor distribuição de tensão na interface verdadeira (evitando falha coesiva no substrato ou compósito), etc. Além disso, o teste com micro espécimes é capaz de fornecer uma medição mais representativa da resistência de união, sendo uma opção mais adequada para testar a adesão à zircônia (157,298). Quando se trata de armazenamento de micro espécimes em água, o teste de micro tração é também considerado como um método bem validado para avaliar a durabilidade da resistência de união ao longo do tempo (157,158,299,300).

Apesar das inúmeras vantagens e validações, existe a preocupação de que esse tipo de teste possa não ser o melhor para prever o desempenho adesivo *in vivo*, visto que, geralmente em uma situação clínica, as interfaces adesivas das restaurações não são submetidas a forças agudas de tração ou cisalhamento (301) como as realizadas durante essa metodologia. Como alternativa, o teste de fadiga tem sido sugerido, pois simula a tensão mecânica cíclica da mastigação e a geração de trincas na interface de cimentação (302). No entanto, considerando-se que o teste de fadiga é mais trabalhoso e demorado e, seguindo as observações dos pesquisadores em 2010 (303), ao comparar ambos os testes, concluiu-se que o teste de microtração se provou ser confiável para a presente metodologia e assim foi o teste de escolha para o presente estudo.

Os valores de resistência de união mostraram-se mais altos nos grupos que receberam as irradiações laser (LC e LW) em relação ao grupo jateado (SB). Esses resultados parecem estar relacionados à maior área de superfície exibida pelos grupos laser. Os valores médios de resistência de união relatados na literatura para ensaios de macro tração sem envelhecimento são de aproximadamente 20-22 MPa

(158,304), o que está na faixa dos valores registrados em nosso estudo pelos grupos SB e LR. Os resultados dos grupos LC e LW encontram-se ainda acima dessa média. Deve-se ressaltar que os resultados do presente estudo devem ser analisados dentro do quadro dos tratamentos físicos para modificações morfológicas da superfície cerâmica, em conjunto com um tratamento químico, já que, aqui, foi utilizado um cimento resinoso contendo o monômero funcional MDP, como recomendado pela literatura e descrito anteriormente.

Para avaliar a resistência de união, blocos de zircônia foram cimentados a blocos de resina composta, com o objetivo de criar uma estrutura uniforme, em vez de heterogênea, como as obtidas do esmalte ou da dentina, permitindo uma interpretação mais precisa dos valores de resistência de união (7,24,25). Esse procedimento permite que a interface zircônia/cimento resinoso seja testada, em vez da interface cimento resinoso/resina composta, que é mais resistente. Optou-se por utilizar um cimento resinoso contendo MDP combinado com primer cerâmico, conforme indicação do fabricante, visto que estudos anteriores mostram que a interação entre tratamentos físicos de superfície e o MDP é capaz de melhorar a resistência de união da zircônia em relação ao uso isolado de tratamentos físicos (59,158,304). A natureza dessa interação MDP-zircônia foi detalhada na sessão 2.2 deste trabalho.

Considerando que todos os espécimes foram cimentados da mesma maneira e pelo mesmo operador, os maiores valores de resistência de união para LC e LW estão, provavelmente, relacionados às mudanças no padrão da superfície promovidas pela interação do laser com o material cerâmico. Os grupos LC e LW também exibiram rugosidade média de superfície significativamente maior em comparação com SB, e geraram superfícies com um padrão micro retentivo. Este aumento na rugosidade da superfície está normalmente relacionado ao aumento da energia livre e da área de superfície, o que por sua vez também aumenta a molhabilidade (305,306). Uma vez que a medida do ângulo de contato da superfície é um indicativo da molhabilidade (menor ângulo de contato = maior molhabilidade) (307), os menores ângulos de contato observados nos grupos de LC e LW podem confirmar esse aumento. Isso provavelmente contribuiu para a maior resistência de união observada nos grupos acima citados.

Esta correlação entre o aumento da rugosidade da superfície e o aumento da resistência de união da zircônia ao cimento resinoso também foi observada em um estudo preliminar do grupo (24), bem como em outros estudos realizados com laser (25,123). Por sua vez, menores valores de rugosidades foram relatadas para métodos de condicionamento por jateamento, como SB (24,25,306,308), o que fornece uma possível explicação para os valores mais baixos encontrados para esse grupo.

Após 24h, falhas mistas ocorreram predominantemente no grupo LC. Após o armazenamento em água, a quantidade de falhas mistas diminuiu em todos os grupos. Essa diminuição pode estar relacionada à hidrofília da interface, indicada pelos resultados do ângulo de contato, que podem ter aumentado a susceptibilidade à degradação hidrolítica (309). Após 6 meses, foi também observada uma maior porcentagem de falhas no momento pré-teste nos grupos SB e LR, em comparação com o momento 24h, mas não para os grupos LC e LW, mais um indicativo da maior durabilidade da resistência de união desses grupos. No entanto, as falhas do pré-teste também estão associadas ao estresse mecânico na confecção dos palitos de área transversal inferior a $1,1 \text{ mm}^2$ (310) e, possivelmente, por isso ocorreram nos outros grupos, mesmo que em menor quantidade.

Para medir a resistência à flexão da zircônia, os testes de flexão apresentam várias vantagens em comparação aos testes de tração. Dentre eles, o menor custo de fabricação do corpo de prova e a menor dificuldade de preensão sem a introdução de flexões e tensões de contato prejudiciais (174,311). Na fase 4 deste estudo, foi utilizado um ensaio de flexão de quatro pontos. Como o volume sob tensão para o teste de flexão de quatro pontos é maior do que para o teste de três pontos (45,312), há uma maior probabilidade de se encontrar falha mais longa, de acordo com as estatísticas de Weibull, o que o torna um teste mais confiável para materiais cerâmicos, que são muito frágeis para preparar para testes de tração pura (174).

Embora o condicionamento com LPUC possa ser um método alternativo para tornar a superfície da zircônia rugosa e favorecer sua união a cimentos resinosos (21,24,25), bem como favorecer a osseointegração de implantes (145,146), não estava claro até o momento se determinados padrões de superfície poderiam ser prejudiciais à resistência à flexão do material irradiado. De fato, após o teste de flexão de quatro pontos, um dos padrões de laser testados, LR, não apenas alcançou valores

médios de resistência à flexão acima do mínimo aceito para uso clínico em elementos múltiplos (710 MPa), segundo a norma internacional (ISO-6872/2015) (46), como também não diferiu significativamente de NC. Além disso, o módulo de Weibull (m) de LR aumentou, enquanto a quantidade de conteúdo monoclinico diminuiu em comparação com NC. Este último pode indicar que os defeitos de fabricação (introduzidos durante a usinagem de blocos de zircônia parcialmente sinterizados) e a zona de tensão compressiva foram parcialmente removidos, uma vez que este grupo foi o único que removeu completamente uma camada muito fina da superfície. Em relação à morfologia superficial e resistência de união, o padrão de superfície LR foi o mais semelhante ao SB entre os grupos irradiados com laser, o que significa que, mesmo o protocolo de laser que apresentou os resultados menos favoráveis de resistência de união, o mesmo foi capaz de se igualar ao controle positivo.

Além disso, todos os grupos laser exibiram módulos Weibull mais elevados do que os controles, NC e SB, embora LC e LW tenham apresentado valores de resistência à flexão mais baixos. Quanto mais alto o " m " ("shape value"), mais consistente é o material, o que significa que os "defeitos" são mais uniformemente distribuídos por todo o material (313). Assim, os valores " m " relativamente mais altos dos grupos de laser realmente refletem a capacidade do processamento automatizado do laser na geração de padrões superficiais bem definidos e homogêneos, com altíssima precisão geométrica e influência altamente previsível na resistência à flexão. Essa homogeneidade da superfície tratada com LPUC também foi demonstrada (314). Nesse estudo, os grupos laser apresentaram maior homogeneidade de distribuição de falha, mesmo após o envelhecimento. Além disso, o fato de SB apresentar médias de resistência à flexão significativamente maiores do que NC também está de acordo com outros estudos e valida o modelo atual de resistência à flexão em quatro pontos (19,315).

Como tentativa de minimizar os danos às propriedades mecânicas do material, alguns autores propõem como alternativa, a irradiação da zircônia em seu estado pré-sinterizado (96,128) com o objetivo de texturizar a superfície com laser, uma vez que a etapa de sinterização pode restaurar a totalidade da fase tetragonal da Y-TZP (125). No entanto, a fase 2 (estudo piloto) do presente estudo revelou que a irradiação da zircônia no estado pré-sinterizado não promoveu valores mais altos de resistência à

flexão e, por isso, os espécimes utilizados nas fases 3 e 4 deste estudo foram irradiados após a sinterização.

No que diz respeito à correlação entre rugosidade e resistência à flexão, o aumento da rugosidade superficial está frequentemente relacionado à diminuição da resistência à flexão (61,316). Essa correlação inversa entre resistência à flexão e rugosidade também foi observada no presente estudo ($r^2 =$ de 0,62 a 0,9) para todos os grupos laser. Esse fenômeno foi explicado por Quinn (118), que afirmou que quando as fissuras introduzidas são mais profundas do que as falhas superficiais existentes, nota-se uma correlação mais forte entre rugosidade e resistência à flexão. Isso pode explicar por que existe uma correlação mais forte para o grupo LC, por exemplo ($r^2 = 0,88$), que apresentou sulcos lineares distintos criados pela ablação com laser, do que para o grupo LR ($r^2 = 0,62$), que exibiu apenas uma superfície rugosa, sem sulcos profundos visíveis. Diante disso, é razoável acreditar que uma maior redução do valor de R_z dos grupos laser poderia aumentar ainda mais sua resistência à flexão e novos estudos testando essa hipótese devem ser realizados.

A análise de caracterização de fase (XRD) de SB mostrou um pico tetragonal alargado, indicando a presença de uma zircônia romboédrica ou tetragonal distorcida na superfície (171). Este pico t-ZrO₂ alargado em zircônias 3Y-TZP foi relatado em vários estudos, particularmente após tratamentos de superfície, como o jateamento com Al₂O₃ (317–319). Além disso, SB exibiu maior porcentagem de transformação t-m, o que também foi observado em estudos anteriores (314,320–322). A transformação de fase tetragonal para monoclinica (t-m) ocorrida em maior grau no grupo SB, e expressivamente menor nos grupos tratados com laser foi semelhante à apresentada anteriormente na literatura (25), e pode explicar a maior resistência à flexão observada para o grupo SB no presente estudo (19,315,323,324). É notável o fato de que um dos padrões de laser, LR, reduziu, mesmo que ligeiramente, o conteúdo de fase m da superfície da zircônia. Isso pode ser especialmente interessante em uma situação clínica, pois significa que há um maior conteúdo de fase tetragonal na superfície da zircônia, que poderia ser transformada em monoclinica na presença de estresse mecânico (como por exemplo, em cargas mastigatórias), causando expansão de volume e impedindo a propagação de trincas, aumentando, assim, a resistência do material.

De acordo com a literatura, quando o tratamento de superfície gera um conteúdo monoclinico inferior a 12% a 25%, a resistência à flexão de longo prazo não é afetada, porque a transformação tetragonal para monoclinica ocorreu apenas na superfície externa (19,20). Embora essa transformação deva, a princípio, favorecer as propriedades mecânicas do material, em maior percentual, ela pode prejudicar e diminuir a resistência da zircônia, uma vez que a transformação t-m pode se espalhar por todo o material, resultando em perda de grãos e maior rugosidade (11). A transformação de cada grão é acompanhada por um aumento de volume, causando tensões nos grãos circundantes e microfissuras (28). Com a penetração da água, os processos de degradação e transformação podem ser intensificados, progredindo de partícula a partícula (34). Os efeitos dessa degradação também devem ser considerados na ciclagem mecânica, visto que ocorrem sob cargas mastigatórias clínicas normais e, portanto, tempos de sobrevivência mais curtos podem ser esperados (11,315).

Além disso, como duas estruturas cristalinas diferentes ocorrem após a transformação da fase t-m (tetragonal e monoclinica), os coeficientes de expansão térmica das diferentes fases apresentam discrepâncias, o que também afeta a capacidade de adesão da zircônia (167). Isso pode significar que, em longo prazo, a maior transformação da fase t-m ocorrida no presente estudo para o grupo SB pode ser prejudicial tanto para a resistência à flexão quanto para a resistência de união do material. Em oposição a isso, o grupo LR apresentou resistência à flexão acima do mínimo aceito para uso clínico em múltiplos elementos (46,325), com o menor aumento do conteúdo monoclinico e, portanto, é razoável especular que pode oferecer uma resistência à flexão mais estável em longo prazo, hipótese que ainda deve ser investigada em estudos laboratoriais (in vitro) e pré-clínicos. No entanto, essa suposição está definitivamente de acordo com os achados em 2016 (315), que mostraram que a maior resistência à flexão inicial da zircônia tratada com jateamento por Al_2O_3 diminuiu (degradação da resistência) com o aumento da carga mecânica (simulando o envelhecimento clínico), enquanto a resistência à flexão do controle negativo permaneceu constante. Desta forma, ambos os tratamentos resultaram, em longo-prazo, em médias de resistência à flexão muito semelhantes.

Para o estudo piloto, apenas uma pequena faixa de configurações do laser foi testada, o que pode ser visto como uma limitação. No entanto, isso foi feito levando-se em consideração os resultados da análise do limiar de ablação que mostrou que os parâmetros do laser mais eficientes encontrados foram de 2-3 J/cm² para 800 kHz e 9-10 J/cm² para 100 kHz. Somando isso aos resultados encontrados em 2016 (24), diferentes padrões de superfície foram aplicados e comparados por meio de rugosidade e morfologia da superfície e resistência à flexão, para determinar os parâmetros do laser utilizados nas fases 3 e 4. Sendo que o padrão de LR foi escolhido devido à morfologia semelhante à superfície jateada de SB, enquanto o padrão de ondas (LW) foi escolhido como uma tentativa de eliminar os pontos de intersecção do padrão de linhas cruzadas (LC). Além disso, a estratégia de processamento com laser descrita no presente trabalho permite tempos de condicionamento extremamente curtos da cerâmica Y-TZP (apenas 5s/repetição), devido aos pulsos extremamente curtos (apenas alguns trilionésimos de segundo), frequências muito altas (centenas de quilohertz) e velocidade de varredura muito alta (milhares de mm/s).

A interação do laser com defeitos pré-existent próximos à superfície dos espécimes resulta em um aumento desses defeitos. Esses defeitos críticos aumentados podem estar na origem da diminuição da resistência característica e do aumento do módulo Weibull, conforme suportado por estudos anteriores (159). Como grupos laser não promoveram porcentagens significativas de transformação de fase t-m, é possível dizer que as mudanças na resistência à flexão foram determinadas pela forma e tamanho dos padrões criados pela irradiação. Isso pode ser de extrema importância ao se pensar em novos padrões de superfície e também testá-los para resistência de união. Um padrão de superfície que aumente o número de ranhuras, mas também reduza sua profundidade (maior Ra e menos Rz), pode ser capaz de melhorar a resistência de união da zircônia, sem afetar negativamente sua resistência à flexão.

Um estudo de 2020 (128) testou o LPUC em conjunto com o jateamento e obteve altos valores de resistência de união, porém as propriedades mecânicas da zircônia tratada não foram avaliadas. Uma vez que o jateamento pode aumentar a resistência à flexão (às custas de um aumento da fase monoclinica), o efeito sinérgico da

combinação de métodos poderia promover maior resistência de união da zircônia aos cimentos resinosos, sem que prejudicar sua resistência.

Para elementos de porcelana, sabe-se que o uso de cimentos resinosos pode aumentar a resistência à fratura por meio da “suavização” dos defeitos de superfície (326,327). No entanto, para coroas à base de alumina, zircônia e dissilicato de lítio, não está claro se a cimentação adesiva melhora suas propriedades mecânicas, uma vez que alguns estudos afirmam que não há influência (328–330) enquanto outros mostram que sim (331–333). Tal associação, caso se prove positiva em estudos futuros, é de fundamental importância quando se observam os resultados deste trabalho, pois os apesar de alguns parâmetros de laser promoverem diminuição da resistência à flexão do material, o fato de aumentarem significativamente sua resistência de união ao cimento resinoso pode ser responsável por “compensar” tal diminuição, aumentando a resistência do conjunto cimentado como um todo.

Os LPUC ainda apresentam um custo muito alto quando comparado às fontes de laser de nanossegundos. No entanto, o estabelecimento de uma “zona” ideal de parâmetros de irradiação, com frequências e potências específicas para condicionamento de cerâmicas é essencial para uma melhor utilização desses laser de pulso ultracurtos no futuro. Os enormes avanços na área tecnológica proporcionados pelas aplicações destes laser nas indústrias médica, automobilística, naval, aeronáutica e no campo computacional já são reconhecidos mundialmente, recebendo prêmios de inovação tecnológica e estão proporcionando um crescimento exponencial da utilização dessa tecnologia e tendem a gerar uma redução de custos destes equipamentos e possibilitar a produção de equipamentos mais acessíveis aos laboratório de prótese.

Ainda, mais estudos são necessários para melhor elucidar os efeitos do LPUC nas cerâmicas irradiadas. Como nenhum método de envelhecimento foi realizado para as barras de resistência à flexão, os efeitos do envelhecimento nesses espécimes permanecem desconhecidos, especialmente no que diz respeito à resistência à flexão e porcentagens de transformação de fase. Os efeitos da irradiação com laser na área de subsuperfície da zircônia também devem ser avaliados, a fim de confirmar os resultados deste estudo, bem como uma avaliação das propriedades mecânicas do material após os procedimentos de cimentação.

No entanto, a utilização do LPUC para estes fins já parece muito promissora e, portanto, investigações adicionais sobre este tópico devem ser realizadas. Tendo em mente a correlação de Griffith entre rugosidade e resistência à flexão e, sabendo que o equipamento laser é extremamente preciso e capaz de produzir exatamente o padrão de superfície desejado, com menor valor de R_z (sulcos mais rasos) e maior valor de R_a (maior rugosidade média de superfície), pode-se almejar melhores resultados em relação à resistência à flexão, sem diminuir a resistência de união e também gerar aumento de conteúdo da fase m, o que pode ter consequências positivas na vida útil das restaurações Y-TZP.

Os resultados obtidos no presente estudo indicam que o condicionamento com laser de pulsos ultracurtos pode ser uma alternativa interessante para melhorar a adesão das cerâmicas à base de zircônia no futuro.

Novos parâmetros de tratamento de superfície (com a sugestão do uso combinado de laser de pulsos ultracurtos e jateamento com óxido de alumínio, ou padrões combinados de irradiação com LPUC) devem ser testados, para que um parâmetro que promova aumento de resistência de união e, simultaneamente, evite a diminuição da resistência à flexão do material seja encontrado. Novos estudos estão sendo executados neste momento para testar tais parâmetros.

7 CONCLUSÕES

Dentro das limitações do presente estudo, é possível concluir que:

- (1) A escolha do cimento resinoso parece ser menos relevante, desde que esteja presente o monômero funcional. Protocolos com maior evidência na literatura incluem jateamento com partículas revestidas de sílica (que permitem a associação com silanos) e jateamento com alumina (combinado com o uso de promotores químicos como produtos à base de 10-MDP). Métodos envolvendo a silicatização da zircônia apresentam resultados promissores, mas que devem ser validados por novos estudos. Um protocolo de adesão que forneça resultados inequívocos ainda não foi identificado e ainda há, portanto, necessidade de se investigar métodos alternativos de tratamentos de superfície. Além disso, na maior parte dos estudos, os métodos de envelhecimento afetaram significativamente os valores de resistência de união;
- (2) O condicionamento superficial de uma cerâmica Y-TZP com um laser de pulsos ultracurtos aumentou significativamente a rugosidade da superfície em relação ao controle negativo;
- (3) O envelhecimento artificial afetou negativamente os valores de resistência de união para todos os grupos. No entanto, foi possível determinar parâmetros de irradiação com laser de pulsos ultracurtos (LC e LW) que promovessem aumento significativo (mais de três vezes maior) da resistência de união em relação ao controle positivo (SB), mesmo depois de 6 meses de armazenamento em água;
- (4) Foi possível determinar parâmetros e um padrão de micro texturização com laser de pulsos ultracurtos (LR) da superfície de zircônia que não causou diminuição da resistência à flexão, causando um aumento considerável do módulo Weibull (m) (LC, LW e LR) e não promovendo aumento da fase monoclinica em relação ao controle negativo.

REFERÊNCIAS¹

1. Kruzic JJ, Arsecularatne JA, Tanaka CB, Hoffman MJ, Cesar PF. Recent advances in understanding the fatigue and wear behavior of dental composites and ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Dec;88:504-533. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.08.008. Epub 2018 Ago 10. PMID: 30223214.
2. Pereira GKR, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Set;85:57-65. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.05.029. Epub 2018 May 23. PMID: 29857261.
3. Flinn BD, Raigrodski AJ, Mancl LA, Toivola R, Kuykendall T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. *J Prosthet Dent*. 2017 Fev;117(2):303-309. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.06.010. Epub 2016 Sep 22. PMID: 27666494.
4. Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res*. 2018 Feb;97(2):140-147. doi: 10.1177/0022034517737483. Epub 2017 Out 16. PMID: 29035694; PMCID: PMC5784474.
5. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater*. 2015 Jun;31(6):624-39. doi: 10.1016/j.dental.2015.02.013. Epub 2015 Apr 30. Erratum in: *Dent Mater*. 2017 Jan;33(1):e48-e51. PMID: 25935732.
6. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):71-82. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.022. Epub 2010 Nov 20. PMID: 21094526; PMCID: PMC3046396.
7. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*. 2005 Dec;21(12):1158-62. doi: 10.1016/j.dental.2005.02.005. Epub 2005 Jul 7. PMID: 16005508.
8. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):64-71. doi: 10.1016/s0109-5641(98)00011-6. PMID: 9972153.
9. Elsaka SE. Influence of surface treatments on the surface properties of different zirconia cores and adhesion of zirconia-veneering ceramic systems. *Dent Mater*. 2013 Out;29(10):e239-51. doi: 10.1016/j.dental.2013.07.003. Epub 2013 Jul 27. PMID: 23899388.

¹ De acordo com estilo Vancouver.

10. Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, Thompson JY. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater.* 2011 Ago;27(8):779-85. doi: 10.1016/j.dental.2011.03.018. Epub 2011 Apr 30. PMID: 21531453.
11. Okada M, Taketa H, Torii Y, Irie M, Matsumoto T. Optimal sandblasting conditions for conventional-type yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dent Mater.* 2019 Jan;35(1):169-175. doi: 10.1016/j.dental.2018.11.009. Epub 2018 Nov 28. PMID: 30502226.
12. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006 Abr;27(10):2186-92. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.11.021. Epub 2005 Dec 2. PMID: 16332348.
13. Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-Temperature Degradation of Zirconia and Implications for Biomedical Implants. *Annu Rev of Materials Res.* 2007 Ago;37:1–32. doi: 10.1146/annurev.matsci.37.052506.084250.
14. Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, Dapieve KS, Montagner AF, Soares FZM, Valandro LF. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015 Mar;55:151-163. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.10.017. Epub 2015 Oct 31. PMID: 26590908.
15. Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: Effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Ago;61:45-54. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.006. Epub 2016 Jan 19. PMID: 26828768.
16. Pereira GKR, Fraga S, Montagner AF, Soares FZM, Kleverlaan CJ, Valandro LF. The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analyses. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Oct;63:417-442. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.06.028. Epub 2016 Jul 1. PMID: 27469603.
17. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ionics.* 1981 Ago; 3–4:489–93. doi: 10.1016/0167-2738(81)90138-7.
18. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, Vleugels J. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater.* 2016 Dez;32(12):e327-e337. doi: 10.1016/j.dental.2016.09.025. Epub 2016 Sep 30. PMID: 27697332.
19. Ozer F, Naden A, Turp V, Mante F, Sen D, Blatz MB. Effect of thickness and surface modifications on flexural strength of monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2018 Jun;119(6):987-993. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.08.007. Epub 2017 Oct 14. PMID: 29042115.

20. Sawada T, Schille C, Zöldföldi J, Schweizer E, Geis-Gerstorfer J, Spintzyk S. Influence of a surface conditioner to pre-sintered zirconia on the biaxial flexural strength and phase transformation. *Dent Mater*. 2018 Mar;34(3):486-493. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.004. Epub 2018 Jan 1. PMID: 29301652.
21. Liang J, Liu W, Li Y, Luo Z, Pang D. A model to predict the ablation width and calculate the ablation threshold of femtosecond laser. *Appl Surf Sci*. 2018 Out; 456; 482–6. doi: 10.1016/j.apsusc.2018.06.093
22. van Gemert MJ, Welch AJ. Time constants in thermal laser medicine. *Lasers Surg Med*. 1989;9(4):405-21. doi: 10.1002/lsm.1900090414. PMID: 2761336.
23. Niemz MH. Ultrashort laser pulses in dentistry : advantages and limitations. *Proc SPIE* 3255. 1998 Mai;3255:84–91. doi: 10.1117/12.308211
24. Esteves-Oliveira M, Jansen P, Wehner M, Dohrn A, Bello-Silva MS, Eduardo CP, Meyer-Lueckel H. Surface Characterization and Short-term Adhesion to Zirconia after Ultra-short Pulsed Laser Irradiation. *J Adhes Dent*. 2016;18(6):483-492. doi: 10.3290/j.jad.a36918. PMID: 27695716.
25. Abu Ruja M, De Souza GM, Finer Y. Ultrashort-pulse laser as a surface treatment for bonding between zirconia and resin cement. *Dent Mater*. 2019 Nov;35(11):1545-1556. doi: 10.1016/j.dental.2019.07.009. Epub 2019 Aug 7. PMID: 31400982.
26. Vicente Prieto M, Gomes ALC, Montero Martín J, Alvarado Lorenzo A, Seoane Mato V, Albaladejo Martínez A. The Effect of Femtosecond Laser Treatment on the Effectiveness of Resin-Zirconia Adhesive: An In Vitro Study. *J Lasers Med Sci*. 2016;7(4):214-219. doi: 10.15171/jlms.2016.38. Epub 2016 Oct 27. PMID: 28491255; PMCID: PMC5415497.
27. Okutan Y, Kandemir B, Gundogdu Y, Kilic HS, Yucel MT. Combined application of femtosecond laser and air-abrasion protocols to monolithic zirconia at different sintering stages: Effects on surface roughness and resin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2020 Out 18. doi: 10.1002/jbm.b.34741. Epub ahead of print. PMID: 33073447.
28. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature*. 1975 Dez; 258(5537):703–4. doi: 10.1038/258703a0.
29. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/s0142-9612(98)00010-6. PMID: 9916767.
30. Scott HG. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci*. 1975 Set;10(9):1527–35. doi: 10.1007/BF01031853.
31. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res*. 1989 Jan;23(1):45-61. doi: 10.1002/jbm.820230105. PMID: 2708404.

32. Sailer I, Gottnerb J, Kanelb S, Hammerle CH. Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3-year follow-up. *Int J Prosthodont*. 2009 Nov-Dec;22(6):553-60. PMID: 19918588.
33. Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dent Mater*. 2012 Abr;28(4):449-56. doi: 10.1016/j.dental.2011.11.024. Epub 2011 Dez 22. PMID: 22196898.
34. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):289-98. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.005. Epub 2007 Jul 12. PMID: 17624420.
35. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007. Epub 2007 Jul 19. PMID: 17659331.
36. Lamas DG, Lascalea GE, Walsöe De Reca NE. Synthesis and characterization of nanocrystalline powders for partially stabilized zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc*. 1998;18(9):1217–21. doi: 10.1016/S0955-2219(98)00045-4.
37. Ioannidis A, Bindl A. Clinical prospective evaluation of zirconia-based three-unit posterior fixed dental prostheses: Up-to ten-year results. *J Dent*. 2016 Abr;47:80-5. doi: 10.1016/j.jdent.2016.01.014. Epub 2016 Fev 1. PMID: 26844399.
38. Kern M, Passia N, Sasse M, Yazigi C. Ten-year outcome of zirconia ceramic cantilever resin-bonded fixed dental prostheses and the influence of the reasons for missing incisors. *J Dent*. 2017 Out;65:51-55. doi: 10.1016/j.jdent.2017.07.003. Epub 2017 Jul 5. PMID: 28688950.
39. Rathmann F, Bömicke W, Rammelsberg P, Ohlmann B. Veneered zirconia inlay-retained fixed dental prostheses: 10-Year results from a prospective clinical study. *J Dent*. 2017 Set;64:68-72. doi: 10.1016/j.jdent.2017.06.008. Epub 2017 Jun 22. PMID: 28647157.
40. Sailer I, Balmer M, Hüsler J, Hämmerle CHF, Känel S, Thoma DS. 10-year randomized trial (RCT) of zirconia-ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. *J Dent*. 2018 Set;76:32-39. doi: 10.1016/j.jdent.2018.05.015. Epub 2018 Mai 25. PMID: 29807060.
41. Griffith AA. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*. 1920; 221; 163–198. doi: 10.1098/rsta.1921.0006.
42. Irwin, R G. Onset of fast crack propagation in high strength steel and aluminium alloys. *NRL Report 4763*. 1956 Mai.

43. Danzer R, Lube T, Supancic P, Damani R. Fracture of Ceramics. *Adv Engeneering Mater.* 2008 Abr;10(4):275–98. doi: 10.1002/adem.200700347.
44. Wendler M, Belli R, Petschelt A, Mevec D, Harrer W, Lube T, Danzer R, Lohbauer U. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. *Dent Mater.* 2017 Jan;33(1):99-109. doi: 10.1016/j.dental.2016.10.008. Epub 2016 Nov 21. PMID: 27884403.
45. Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J.* 2004 Dez;23(4):490-6. doi: 10.4012/dmj.23.490. PMID: 15688709.
46. ISO 6872. Dentistry - Ceramic materials. 2015;
47. Kim JW, Bhowmick S, Chai H, Lawn BR. Role of substrate material in failure of crown-like layer structures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007 Mai;81(2):305-11. doi: 10.1002/jbm.b.30666. PMID: 17022051.
48. Pereira GKR, Graunke P, Maroli A, Zucuni CP, Prochnow C, Valandro LF, et al. Lithium disilicate glass-ceramic vs translucent zirconia polycrystals bonded to distinct substrates: Fatigue failure load, number of cycles for failure, survival rates, and stress distribution. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Dez; 91; 122–30. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.12.010.
49. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34. doi: 10.3290/j.jad.a43994. PMID: 32030373.
50. 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. PMID: 11317377.
51. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003 Dez;19(8):725-31. doi: 10.1016/s0109-5641(03)00019-8. PMID: 14511730.
52. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018 Jan;34(1):13-28. doi: 10.1016/j.dental.2017.09.002. Epub 2017 Sep 29. PMID: 28969848.
53. Plueddemann EP. Adhesion Through Silane Coupling Agents. *J Adhes.* 1970;2(3):184–201. doi: 10.1080/0021846708544592.
54. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater.* 2011 Mar;27(3):273-80. doi: 10.1016/j.dental.2010.11.002. Epub 2010 Nov 30. PMID: 21122907.

55. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater*. 2009 Mar;25(3):392-9. doi: 10.1016/j.dental.2008.09.002. Epub 2008 Oct 25. PMID: 18952276.
56. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*. 2015 Feb;17(1):7-26. doi: 10.3290/j.jad.a33525. PMID: 25646166.
57. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel)*. 2019 Aug 1;7(3):74. doi: 10.3390/dj7030074. PMID: 31374820; PMCID: PMC6784479.
58. Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2011 Mar;27(3):207-13. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.004. Epub 2010 Nov 10. PMID: 21071072.
59. Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent*. 2016 Jan;115(1):9-19. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.09.008. Epub 2015 Nov 6. PMID: 26548872.
60. He M, Zhang Z, Zheng D, Ding N, Liu Y. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain. *Dent Mater J*. 2014;33(6):778-85. doi: 10.4012/dmj.2014-002. Epub 2014 Oct 11. PMID: 25311341.
61. Kern M. Bonding to oxide ceramics—laboratory testing versus clinical outcome. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):8-14. doi: 10.1016/j.dental.2014.06.007. Epub 2014 Jul 21. PMID: 25059831.
62. Darvell BW, Samman N, Luk WK, Clark RK, Tideman H. Contamination of titanium castings by aluminium oxide blasting. *J Dent*. 1995 Oct;23(5):319-22. doi: 10.1016/0300-5712(94)00003-x. PMID: 7560379.
63. Al Jabbari YS, Zinelis S, Eliades G. Effect of sandblasting conditions on alumina retention in representative dental alloys. *Dent Mater J*. 2012;31(2):249-55. doi: 10.4012/dmj.2011-210. Epub 2012 Mar 23. PMID: 22447059.
64. Underhill PR, Duquesnay DL. Corrosion resistance imparted to aluminum by silane coupling agents. In: *Silanes and Other Coupling Agents*. CRC Press; 2020. p. 149–58. doi: 10.1201/9780429070426-12.
65. Chintapalli RK, Marro FG, Jimenez-Pique E, Anglada M. Phase transformation and subsurface damage in 3Y-TZP after sandblasting. *Dent Mater*. 2013 May;29(5):566-72. doi: 10.1016/j.dental.2013.03.005. Epub 2013 Mar 25. PMID: 23537568.

66. Gbureck U, Masten A, Probst J, Thull R. Tribochemical structuring and coating of implant metal surfaces with titanium oxide and hydroxyapatite layers. *Mater Sci Eng C*. 2003 Mar 3;23(3):461–5. doi: 10.1016/S0928-4931(02)00322-3.
67. Khan AA, Al Kheraif AA, Alhijji SM, Matinlinna JP. Effect of grit-blasting air pressure on adhesion strength of resin to titanium. *Int J Adhes Adhes*. 2016 Mar;65:41–6. doi: 10.1016/j.ijadhadh.2015.11.003.
68. Cristoforides P, Amaral R, May LG, Bottino MA, Valandro LF. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: Comparison of repair methods. *Oper Dent*. 2012 Mai;37(3):263–71. doi: 10.2341/11-193-L.
69. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bonding to zirconia using a new surface treatment. *J Prosthodont*. 2010 Jul;19(5):340-6. doi: 10.1111/j.1532-849X.2010.00575.x. Epub 2010 Feb 25. PMID: 20202104.
70. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent*. 2007 Nov;98(5):379-88. doi: 10.1016/S0022-3913(07)60123-1. PMID: 18021827.
71. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater*. 2008 Set;24(9):1268-72. doi: 10.1016/j.dental.2008.02.010. Epub 2008 Apr 15. PMID: 18417204.
72. Aboushelib MN, Matinlinna JP. Combined novel bonding method of resin to zirconia ceramic in dentistry: A pilot study. *J Adhes Sci Technol*. 2011 Mar;25(10):1049–60. doi: 10.1163/016942410X534993.
73. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent*. 2009 Nov;37(11):891-7. doi: 10.1016/j.jdent.2009.06.013. Epub 2009 Jun 27. PMID: 19616882.
74. Levin I, Brandon D. Metastable alumina polymorphs: Crystal structures and transition sequences. *J Am Ceram Soc*. 1998;81(8):1995–2012. doi: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x.
75. Jevnikar P, Krnel K, Kocjan A, Funduk N, Kosmac T. The effect of nano-structured alumina coating on resin-bond strength to zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2010 Jul;26(7):688-96. doi: 10.1016/j.dental.2010.03.013. Epub 2010 Abr 9. PMID: 20381854.
76. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2009 Set;25(9):1116-21. doi: 10.1016/j.dental.2009.03.008. Epub 2009 Abr 18. PMID: 19376572; PMCID: PMC2720441.

77. Kitayama S, Nikaido T, Ikeda M, Alireza S, Miura H, Tagami J. Internal coating of zirconia restoration with silica-based ceramic improves bonding of resin cement to dental zirconia ceramic. *Biomed Mater Eng*. 2010;20(2):77-87. doi: 10.3233/BME-2010-0617. PMID: 20592445.
78. Lung CY, Kukk E, Matinlinna JP. The effect of silica-coating by sol-gel process on resin-zirconia bonding. *Dent Mater J*. 2013;32(1):165-72. doi: 10.4012/dmj.2012-100. PMID: 23370886.
79. Xie H, Wang X, Wang Y, Zhang F, Chen C, Xia Y. Effects of sol-gel processed silica coating on bond strength of resin cements to glass-infiltrated alumina ceramic. *J Adhes Dent*. 2009 Feb;11(1):49-55. PMID: 19343927.
80. Lung CY, Liu D, Matinlinna JP. Silica coating of zirconia by silicon nitride hydrolysis on adhesion promotion of resin to zirconia. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2015 Jan;46:103-10. doi: 10.1016/j.msec.2014.10.029. Epub 2014 Oct 13. PMID: 25491965.
81. Karami Zarandi P, Madani A, Bagheri H, Moslemion M. The Effect of Sandblasting and Coating of Zirconia by Nano Composites on Bond Strength of Zirconia to Resin Cements. *J Dent (Shiraz)*. 2020 Mar;21(1):63-68. doi: 10.30476/DENTJODS.2019.77789.0. PMID: 32158786; PMCID: PMC7036355.
82. Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hämmerle CHFF. Effect of blasting pressure, abrasive particle size and grade on phase transformation and morphological change of dental zirconia surface. *Surf Coatings Technol*. 2012 May;206(19-20):4293-302. doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.04.043.
83. Hallmann L, Ulmer P, Lehmann F, Wille S, Polonskyi O, Johannes M, Köbel S, Trottenberg T, Bornholdt S, Haase F, Kersten H, Kern M. Effect of surface modifications on the bond strength of zirconia ceramic with resin cement resin. *Dent Mater*. 2016 May;32(5):631-9. doi: 10.1016/j.dental.2016.02.001. Epub 2016 Feb 18. PMID: 26898723.
84. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater*. 2011 May;27(5):e99-105. doi: 10.1016/j.dental.2011.01.005. Epub 2011 Feb 26. PMID: 21353693.
85. Vechiato-Filho AJ, Matos AO, Landers R, Goiato MC, Rangel EC, De Souza GM, Barão VAR, Dos Santos DM. Surface analysis and shear bond strength of zirconia on resin cements after non-thermal plasma treatment and/or primer application for metallic alloys. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2017 Mar 1;72:284-292. doi: 10.1016/j.msec.2016.11.033. Epub 2016 Nov 24. PMID: 28024588.
86. Liu L, Liu S, Song X, Zhu Q, Zhang W. Effect of Nd: YAG laser irradiation on surface properties and bond strength of zirconia ceramics. *Lasers Med Sci*. 2015 Feb;30(2):627-34. doi: 10.1007/s10103-013-1381-7. Epub 2013 Jul 5. PMID: 23828494.

87. Yildirim B, Kümbüloğlu Ö, Saraçoğlu A, Al-Haj Husain N, Özcan M. An investigation of atomic force microscopy, surface topography and adhesion of luting cements to zirconia: effect of silica coating, zirconia primer and laser. *J Adhes Sci Technol*. 2019 Set;33(18):2047–60. doi: 10.1080/01694243.2019.1620670.
88. Gomes AL, Ramos JC, Santos-del Riego S, Montero J, Albaladejo A. Thermocycling effect on microshear bond strength to zirconia ceramic using Er:YAG and tribochemical silica coating as surface conditioning. *Lasers Med Sci*. 2015 Feb;30(2):787-95. doi: 10.1007/s10103-013-1433-z. Epub 2013 Set 7. PMID: 24013623.
89. Lin Y, Song X, Chen Y, Zhu Q, Zhang W. Effect of Er:YAG laser irradiation on bonding property of zirconia ceramics to resin cement. *Photomed Laser Surg*. 2013 Dez;31(12):619-25. doi: 10.1089/pho.2013.3489. Epub 2013 Nov 16. PMID: 24236602.
90. Altan B, Cinar S, Tuncelli B. Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments. *Niger J Clin Pract*. 2019 Nov;22(11):1475-1482. doi: 10.4103/njcp.njcp_157_19. PMID: 31719267.
91. Saade J, Skienhe H, Ounsi HF, Matinlinna JP, Salameh Z. Evaluation Of The Effect Of Different Surface Treatments, Aging And Enzymatic Degradation On Zirconia-Resin Micro-Shear Bond Strength. *Clin Cosmet Investig Dent*. 2020 Jan 6;12:1-8. doi: 10.2147/CCIDE.S219705. PMID: 32021475; PMCID: PMC6954371.
92. Kasraei S, Rezaei-Soufi L, Yarmohamadi E, Shabani A. Effect of CO2 and Nd:YAG Lasers on Shear Bond Strength of Resin Cement to Zirconia Ceramic. *J Dent (Tehran)*. 2015 Set;12(9):686-94. PMID: 27148380; PMCID: PMC4854748.
93. Arami S, Hasani Tabatabaei M, Namdar F, Safavi N, Chiniforush N. Shear bond strength of the repair composite resin to zirconia ceramic by different surface treatment. *J Lasers Med Sci*. 2014 outono;5(4):171-5. PMID: 25653817; PMCID: PMC4281985.
94. Arami S, Tabatabae MH, Namdar SF, Chiniforush N. Effects of different lasers and particle abrasion on surface characteristics of zirconia ceramics. *J Dent (Tehran)*. 2014 Mar;11(2):233-41. Epub 2014 Mar 31. PMID: 24910700; PMCID: PMC4043556.
95. Martins FV, Mattos CT, Cordeiro WJB, Fonseca EM. Evaluation of zirconia surface roughness after aluminum oxide airborne-particle abrasion and the erbium-YAG, neodymium-doped YAG, or CO2 lasers: A systematic review and meta-analysis. *J Prosthet Dent*. 2019 Jun;121(6):895-903.e2. doi: 10.1016/j.prosdent.2018.07.001. Epub 2019 Jan 31. PMID: 30711290.

96. Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. *Lasers Med Sci*. 2013 Jan;28(1):259-66. doi: 10.1007/s10103-012-1136-x. Epub 2012 Jun 21. PMID: 22718473.
97. Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: science and instruments. *Dent Clin North Am*. 2004 Oct;48(4):751-70, v. doi: 10.1016/j.cden.2004.05.003. PMID: 15464551.
98. 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. doi: 10.1016/j.jdent.2009.06.017. Epub 2009 Jul 1. PMID: 19616883.
99. Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A, Er K. Efficacy of surface roughness and bond strength of Y-TZP zirconia after various pre-treatments. *Photomed Laser Surg*. 2015 Jan;33(1):15-21. doi: 10.1089/pho.2014.3825. Epub 2015 Jan 2. PMID: 25555090.
100. Subaşı MG, İnan Ö. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers Med Sci*. 2012 Jul;27(4):735-42. doi: 10.1007/s10103-011-0965-3. Epub 2011 Jul 24. PMID: 21786139.
101. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, Marchi GM. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg*. 2009 Jun;27(3):473-9. doi: 10.1089/pho.2008.2293. PMID: 19405819.
102. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, Van Meerbeek B, Hayakawa S. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep*. 2017 Mar 30;7:45563. doi: 10.1038/srep45563. PMID: 28358121; PMCID: PMC5372092.
103. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res*. 2008 Jul;87(7):666-70. doi: 10.1177/154405910808700705. PMID: 18573988.
104. 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. PMID: 17873981.
105. 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. PMID: 15986960.
106. Blatz MB, Vonderheide M, Conejo J. The Effect of Resin Bonding on Long-Term Success of High-Strength Ceramics. *J Dent Res*. 2018 Feb;97(2):132-139. doi: 10.1177/0022034517729134. Epub 2017 Sep 6. PMID: 28876966; PMCID: PMC6429574.

107. Quigley NP, Loo DSS, Choy C, Ha WN. Clinical efficacy of methods for bonding to zirconia: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2020 Feb 27:S0022-3913(20)30023-8. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.12.017. Epub ahead of print. PMID: 32115220.
108. Thoma DS, Sailer I, Ioannidis A, Zwahlen M, Makarov N, Pjetursson BE. A systematic review of the survival and complication rates of resin-bonded fixed dental prostheses after a mean observation period of at least 5 years. *Clin Oral Implants Res.* 2017 Nov;28(11):1421-1432. doi: 10.1111/clr.13007. Epub 2017 Feb 13. PMID: 28191679.
109. Brignardello-Petersen R. Resin-bonded fixed dental prostheses seem to have high survival rates 5 years after placement. *J Am Dent Assoc.* 2017 Jul;148(7):e88. doi: 10.1016/j.adaj.2017.04.021. PMID: 28651719.
110. 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 Jul-Aug;20(4):383-8. PMID: 17695869.
111. Sorrentino R, De Simone G, Tetè S, Russo S, Zarone F. Five-year prospective clinical study of posterior three-unit zirconia-based fixed dental prostheses. *Clin Oral Investig.* 2012 Jun;16(3):977-85. doi: 10.1007/s00784-011-0575-2. Epub 2011 Jun 11. PMID: 21667056.
112. Sasse M, Kern M. CAD/CAM single retainer zirconia-ceramic resin-bonded fixed dental prostheses: clinical outcome after 5 years. *Int J Comput Dent.* 2013;16(2):109-18. Inglês, Alemão. PMID: 23930573.
113. Chaar MS, Kern M. Five-year clinical outcome of posterior zirconia ceramic inlay-retained FDPs with a modified design. *J Dent.* 2015 Dez;43(12):1411-5. doi: 10.1016/j.jdent.2015.11.001. Epub 2015 Nov 10. PMID: 26561926.
114. Suarez MJ, Perez C, Pelaez J, Lopez-Suarez C, Gonzalo E. A Randomized Clinical Trial Comparing Zirconia and Metal-Ceramic Three-Unit Posterior Fixed Partial Dentures: A 5-Year Follow-Up. *J Prosthodont.* 2019 Ago;28(7):750-756. doi: 10.1111/jopr.12952. Epub 2018 Jul 24. PMID: 30039897.
115. Sasse M, Kern M. Survival of anterior cantilevered all-ceramic resin-bonded fixed dental prostheses made from zirconia ceramic. *J Dent.* 2014 Jun;42(6):660-3. doi: 10.1016/j.jdent.2014.02.021. Epub 2014 Mar 5. PMID: 24613605.
116. Bömicke W, Rammelsberg P, Zenthöfer A, Ohlmann B. Clinical performance of zirconia-ceramic cantilever fixed partial dentures-Longitudinal nine-year results from a prospective, randomized, controlled pilot study. *J Prosthodont Res.* 2019 Jul;63(3):334-339. doi: 10.1016/j.jpor.2019.01.007. Epub 2019 Feb 22. PMID: 30803899.

117. Lohbauer U, Amberger G, Quinn GD, Scherrer SS. Fractographic analysis of a dental zirconia framework: a case study on design issues. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2010 Nov;3(8):623-9. doi: 10.1016/j.jmbbm.2010.07.004. Epub 2010 Jul 16. PMID: 20826369; PMCID: PMC3086638.
118. Quinn GD. NIST Recommended Practice Guide: Fractography of Ceramics and Glasses Special Publication, National Institute of Standards and Technology; NIST Recommended. 2016 Set; 960-16. doi: 10.6028/NBS.SP.960-16.
119. 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. doi: 10.1016/s0109-5641(99)00070-6. PMID: 10863444.
120. Aurélio IL, Marchionatti AM, Montagner AF, May LG, Soares FZ. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2016 Jun;32(6):827-45. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.021. Epub 2016 Abr 13. PMID: 27083253.
121. Denry I. How and when does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? *Dent Mater*. 2013 Jan;29(1):85-96. doi: 10.1016/j.dental.2012.07.001. Epub 2012 Jul 21. PMID: 22819392.
122. Cotič J, Jevnikar P, Kocjan A, Kosmač T. Complexity of the relationships between the sintering-temperature-dependent grain size, airborne-particle abrasion, ageing and strength of 3Y-TZP ceramics. *Dent Mater*. 2016 Abr;32(4):510-8. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.004. Epub 2016 Jan 11. PMID: 26792621.
123. Paranhos MP, Burnett LH Jr, Magne P. Effect Of Nd:YAG laser and CO2 laser treatment on the resin bond strength to zirconia ceramic. *Quintessence Int*. 2011 Jan;42(1):79-89. PMID: 21206937.
124. Aras WMF, Barroso JSM, Blay A, Rodrigues JA, Cassoni A. Er,Cr:YSGG laser irradiation influence on Y-TZP bond strength to resin cement. *Ceram Int*. 2016 Mai;42(12):13790–5. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.05.180.
125. 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. doi: 10.1016/j.dental.2011.03.005. Epub 2011 Abr 29. PMID: 21531018.
126. Delgado-Ruiz RA, Calvo-Guirado JL, Moreno P, Guardia J, Gomez-Moreno G, Mate-Sánchez JE, Ramirez-Fernández P, Chiva F. Femtosecond laser microstructuring of zirconia dental implants. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2011 Jan;96(1):91-100. doi: 10.1002/jbm.b.31743. PMID: 21061361.

127. Zhou H, Li C, Zhou Z, Cao R, Chen Y, Zhang S, et al. Femtosecond laser-induced periodic surface microstructure on dental zirconia ceramic. *Mater Lett* 2018 Oct;229:74–7. doi: 10.1016/j.matlet.2018.06.059.
128. Henriques B, Hammes N, Souza JCMM, Özcan M, Mesquita-Guimarães J, Silva FS, et al. Influence of ns-Nd:YAG laser surface treatment on the tensile bond strength of zirconia to resin-matrix cements. *Ceram Int*. 2020 Dez;46(17):27822–31. doi: 10.1016/j.ceramint.2020.07.281.
129. Vicente M, Gomes AL, Montero Martín J, Rosel E, Seoane V, Albaladejo Martínez A. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. *Lasers Surg Med [Internet]*. 2016 Jan;48(1):36–44. doi: 10.1002/lsm.22442.
130. Mahmoodi N, Hooshmand T, Heidari S, Khoshro K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. *Lasers Med Sci*. 2016 Feb;31(2):205–11. doi: 10.1007/s10103-015-1848-9. Epub 2015 Dez 21. PMID: 26690357.
131. Bärsch N, Barcikowski S, Baier K. Ultrafast-laser-processed zirconia and its adhesion to dental cement. *J Laser Micro Nanoeng*. 2008 Mar;3(2):78–83. doi: 10.2961/jlmn.2008.02.0004.
132. Niemz MH. Cavity preparation with the Nd:YLF picosecond laser. *J Dent Res*. 1995 Mai;74(5):1194–9. doi: 10.1177/00220345950740050801. PMID: 7790597.
133. Goulielmakis E, Schultze M, Hofstetter M, Yakovlev VS, Gagnon J, Uiberacker M, Aquila AL, Gullikson EM, Attwood DT, Kienberger R, Krausz F, Kleineberg U. Single-cycle nonlinear optics. *Science*. 2008 Jun 20;320(5883):1614–7. doi: 10.1126/science.1157846. PMID: 18566281.
134. Knappe V, Frank F, Rohde E. Principles of lasers and biophotonic effects. *Photomed Laser Surg*. 2004 Oct;22(5):411–7. doi: 10.1089/pho.2004.22.411. PMID: 15671714.
135. Kramer T, Remund S, Jäggi B, Schmid M, Neuenschwander B. Ablation dynamics-from absorption to heat accumulation/ultra-fast laser matter interaction. *Adv Opt Technol*. 2018 Mai;7(3):129–44. doi: 10.1515/aot-2018-0010.
136. Kim B-M, Eichler J, Da Silva LB. Frequency doubling of ultrashort laser pulses in biological tissues. *Appl Opt*. 1999;38(34):7145. doi: 10.1364/AO.38.007145.
137. Gamaly EG, Rode A V., Luther-Davies B, Tikhonchuk VT. Ablation of solids by femtosecond lasers: Ablation mechanism and ablation thresholds for metals and dielectrics. *Phys Plasmas*. 2002;9(3):949. doi: 10.1063/1.1447555.

138. Lizarelli RF, Kurachi C, Misoguti L, Bagnato VS. A comparative study of nanosecond and picosecond laser ablation in enamel: morphological aspects. *J Clin Laser Med Surg*. 2000 Jun;18(3):151-7. doi: 10.1089/clm.2000.18.151. PMID: 11799980.
139. Yang J, Zhao Y, Zhang N, Liang Y, Wang M. Ablation of metallic targets by high-intensity ultrashort laser pulses. *Phys Rev B - Condens Matter Mater Phys*. 2007 Oct;76(16):1–10. doi: 10.1103/PhysRevB.76.165430.
140. Christensen BH, Balling P. Modeling ultrashort-pulse laser ablation of dielectric materials. *Phys Rev B - Condens Matter Mater Phys*. 2009 Apr;79(15):1–10. doi: 10.1103/PhysRevB.79.155424.
141. Povarnitsyn ME, Itina TE, Sentis M, Khishchenko K V., Levashov PR. Material decomposition mechanisms in femtosecond laser interactions with metals. *Phys Rev B - Condens Matter Mater Phys*. 2007 Jun;75(23):1–5. doi: 10.1103/PhysRevB.75.235414.
142. Kerse C, Kalaycıoğlu H, Elahi P, Çetin B, Kesim DK, Akçaalan Ö, Yavaş S, Aşık MD, Öktem B, Hoogland H, Holzwarth R, Ilday FÖ. Ablation-cooled material removal with ultrafast bursts of pulses. *Nature*. 2016 Sep 1;537(7618):84-88. doi: 10.1038/nature18619. Epub 2016 Jul 13. PMID: 27409814.
143. Wu B, Deng L, Liu P, Zhang F, Duan J, Zeng X. Effects of picosecond laser repetition rate on ablation of Cr12MoV cold work mold steel. *Appl Surf Sci*. 2017 Jul;409:403–12. doi: 10.1016/j.apsusc.2017.02.236.
144. Ackerl N, Warhanek M, Gysel J, Wegener K. Ultrashort-pulsed laser machining of dental ceramic implants. *J Eur Ceram Soc*. 2019;39(4):1635–41. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.007.
145. Calvo-Guirado JL, Aguilar-Salvatierra A, Delgado-Ruiz RA, Negri B, Fernández MP, Maté Sánchez de Val JE, Gómez-Moreno G, Romanos GE. Histological and Histomorphometric Evaluation of Zirconia Dental Implants Modified by Femtosecond Laser versus Titanium Implants: An Experimental Study in Fox Hound Dogs. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2015 Jun;17(3):525-32. doi: 10.1111/cid.12162. Epub 2013 Oct 21. PMID: 24138572.
146. Delgado-Ruiz RA, Gomez Moreno G, Aguilar-Salvatierra A, Markovic A, Mate-Sánchez JE, Calvo-Guirado JL. Human fetal osteoblast behavior on zirconia dental implants and zirconia disks with microstructured surfaces. An experimental in vitro study. *Clin Oral Implants Res*. 2016 Nov;27(11):e144-e153. doi: 10.1111/clr.12585. Epub 2015 Mar 25. PMID: 25809053.
147. Parry JP, Shephard JD, Hand DP, Moorhouse C, Jones N, Weston N. Laser micromachining of zirconia (Y-TZP) ceramics in the picosecond regime and the impact on material strength. *Int J Appl Ceram Technol*. 2011;8(1):163–71. doi: 10.1111/j.1744-7402.2009.02420.x.

148. Bärsch N, Werelius K, Barcikowski S, Liebana F, Stute U, Ostendorf A. Femtosecond laser microstructuring of hot-isostatically pressed zirconia ceramic. *J Laser Appl.* 2007 Mai;19(2):107–15. doi: 10.2351/1.2567454.
149. Werelius K, Weigl P, Lubatschowski H. Processing HIP-zirconia with ultra-short laser pulses. *Proc SPIE* 5063. 2003;5063:342–5. doi: 10.1117/12.540505.
150. Ji M, Xu J, Chen M, El Mansori M, El M. Enhanced hydrophilicity and tribological behavior of dental zirconia ceramics based on picosecond laser surface texturing. *Ceram Int.* 2020 Nov;46(6):7161–9. doi: 10.1016/j.ceramint.2019.11.210
151. Roitero E, Lasserre F, Anglada M, Mücklich F, Jiménez-Piqué E. A parametric study of laser interference surface patterning of dental zirconia: Effects of laser parameters on topography and surface quality. *Dent Mater.* 2017 Jan;33(1):e28-e38. doi: 10.1016/j.dental.2016.09.040. Epub 2016 Oct 10. PMID: 27745774.
152. Pereira RSF, Moura CG, Henriques B, Chevalier J, Silva FS, Fredel MC. Influence of laser texturing on surface features, mechanical properties and low-temperature degradation behavior of 3Y-TZP. *Ceram Int.* 2020;46(3):3502–12. doi: 10.1016/j.ceramint.2019.10.065.
153. Subaşı MG, Inan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci.* 2014 Jan;29(1):19-27. doi: 10.1007/s10103-012-1221-1. Epub 2012 Nov 9. PMID: 23139070.
154. Rona N, Yenisey M, Kucukturk G, Gurun H, Cogun C, Esen Z. Effect of electrical discharge machining on dental Y-TZP ceramic-resin bonding. *J Prosthodont Res.* 2017 Abr;61(2):158-167. doi: 10.1016/j.jpor.2016.07.006. Epub 2016 Aug 27. PMID: 27575994.
155. Kara O, Kara HB, Tobi ES, Ozturk AN, Kilic HS. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. *Photomed Laser Surg.* 2015 Feb;33(2):69-76. doi: 10.1089/pho.2014.3841. Epub 2015 Fev 5. PMID: 25654170.
156. Yucel MT, Kilic I, Okutan Y, Tobi ES, Kilic HS, Kepceoglu A, et al. Effect of different surface treatments on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic and metal alloy*. *J Adhes Sci Technol.* 2018 Out; 32(20):2232–43. doi: 10.1080/01694243.2018.1470363.
157. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e100-21. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.148. Epub 2009 Dez 16. PMID: 20006379.
158. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2014 Abr;93(4):329-34. doi: 10.1177/0022034514524228. Epub 2014 Fev 21. PMID: 24563487.

159. Roitero E, Anglada M, Mücklich F, Jiménez-Piqué E. Mechanical reliability of dental grade zirconia after laser patterning. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Out;86:257-263. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.06.039. Epub 2018 Jun 28. PMID: 30006275.
160. López-Suárez C, Castillo-Oyagüe R, Rodríguez-Alonso V, Lynch CD, Suárez-García M-J. Fracture load of metal-ceramic , monolithic , and bi-layered zirconia-based posterior fixed dental prostheses after thermo-mechanical cycling. *J Dent*. 2018 Abr;73:97–104. doi: 10.1016/j.jdent.2018.04.012. PMID: 29678585.
161. Sarkis-Onofre R, Skupien JA, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. The role of resin cement on bond strength of glass-fiber posts luted into root canals: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Oper Dent*. 2014 Jan-Fev;39(1):E31-44. doi: 10.2341/13-070-LIT. Epub 2013 Aug 12. PMID: 23937401.
162. Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res*. 1994 Dez;73(12):1824-32. doi: 10.1177/00220345940730120601. PMID: 7814754.
163. 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. doi: 10.1016/j.dental.2005.04.021. Epub 2005 Jul 21. PMID: 16039705.
164. 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. doi: 10.1016/j.dental.2005.11.040. Epub 2006 Jan 20. PMID: 16427692.
165. Bello-Silva MS, Wehner M, Eduardo Cde P, Lampert F, Poprawe R, Hermans M, Esteves-Oliveira M. Precise ablation of dental hard tissues with ultra-short pulsed lasers. Preliminary exploratory investigation on adequate laser parameters. *Lasers Med Sci*. 2013 Jan;28(1):171-84. doi: 10.1007/s10103-012-1107-2. Epub 2012 May 8. PMID: 22565342.
166. Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, Papacchini F, Ferrari M. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. *Dent Mater*. 2010 Ago;26(8):751-60. doi: 10.1016/j.dental.2010.03.020. Epub 2010 May 14. PMID: 20471073.
167. Kurtulmus-Yilmaz S, Aktore H. Effect of the application of surface treatments before and after sintering on the flexural strength, phase transformation and surface topography of zirconia. *J Dent*. 2018 Mai;72:29-38. doi: 10.1016/j.jdent.2018.02.006. Epub 2018 Mar 1. PMID: 29501794.

168. Ramos CM, Cesar PF, Bonfante EA, Rubo JH, Wang L, Borges AF. Fractographic principles applied to Y-TZP mechanical behavior analysis. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Abr;57:215-23. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.12.006. Epub 2015 Dez 17. PMID: 26722988.
169. Scherrer SS, Lohbauer U, Della Bona A, Vichi A, Tholey MJ, Kelly JR, van Noort R, Cesar PF. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. *Dent Mater*. 2017 Jun;33(6):599-620. doi: 10.1016/j.dental.2017.03.004. Epub 2017 Abr 8. PMID: 28400062.
170. Michida SM, Kimpara ET, dos Santos C, Souza RO, Bottino MA, Özcan M. Effect of air-abrasion regimens and fine diamond bur grinding on flexural strength, Weibull modulus and phase transformation of zirconium dioxide. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2015 Out 16;13(3):e266-73. doi: 10.5301/jabfm.5000232. PMID: 26391866.
171. Inokoshi M, Shimizu H, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Nagaoka N, Zhang F, Vleugels J, Van Meerbeek B, Minakuchi S. Crystallographic and morphological analysis of sandblasted highly translucent dental zirconia. *Dent Mater*. 2018 Mar;34(3):508-518. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.008. Epub 2018 Jan 8. PMID: 29325861.
172. Pozzobon JL, Pereira GKR, Wandscher VF, Dorneles LS, Valandro LF. Mechanical behavior of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline ceramic after different zirconia surface treatments. *Mater Sci Eng C*. 2017 Abr;77:828–35. doi: 10.1016/j.msec.2017.03.299. PMID: 28532098.
173. Weibull W. A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *J Appl Mech*. 1951;103(4):293–7.
174. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*. 2010 Fev;26(2):135-47. doi: 10.1016/j.dental.2009.09.006. Epub 2009 Nov 28. PMID: 19945745; PMCID: PMC3086645.
175. Abdalla MM, Lung CYK, Tsoi JKH, Matinlinna JP. Dental resin-zirconia bonding promotion using high-silica PVD coating with high ionization sputtering processing. *Coatings*. 2019 Mar;9(3). doi: 10.3390/coatings9030182.
176. Akay C, Çakırbay Tanış M, Şen M, Akkaş Kavaklı P. Strengthen adhesion between zirconia and resin cement using different surface modifications. *Int J Appl Ceram Technol*. 2019 Mai;16(3):917–22. doi: 10.1111/ijac.13168
177. Akazawa N, Koizumi H, Nogawa H, Nakayama D, Kodaira A, Matsumura H. Effect of mechanochemical surface preparation on bonding to zirconia of a tri-n-butylborane initiated resin. *Dent Mater J*. 2017 Jan 31;36(1):19-26. doi: 10.4012/dmj.2016-099. Epub 2016 Dez 6. PMID: 27928101.

178. Al-Shehri EZ, Al-Zain AO, Sabrah AH, Al-Angari SS, Al Dehailan L, Eckert GJ, Özcan M, Platt JA, Bottino MC. Effects of air-abrasion pressure on the resin bond strength to zirconia: a combined cyclic loading and thermocycling aging study. *Restor Dent Endod*. 2017 Ago;42(3):206-215. doi: 10.5395/rde.2017.42.3.206. Epub 2017 Jun 5. PMID: 28808637; PMCID: PMC5553020.
179. Baldissara P, Querzè M, Monaco C, Scotti R, Fonseca RG. Efficacy of surface treatments on the bond strength of resin cements to two brands of zirconia ceramic. *J Adhes Dent*. 2013 Jun;15(3):259-67. doi: 10.3290/j.jad.a28729. PMID: 23653899.
180. 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 Abr;91(4):356-62. doi: 10.1016/j.prosdent.2004.02.001. PMID: 15116037.
181. Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, Sadan A. 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 Abr;14(2):187-92. doi: 10.1007/s00784-009-0278-0. Epub 2009 Mai 5. PMID: 19415350.
182. Kecik Buyukhatipoglu I, Secilmis A, Ergun G. Effects of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to zirconia. *J Adhes Sci Technol*. 2016 Mai;30(22):2439–52. doi: 10.1080/01694243.2016.1184410.
183. Cadore-Rodrigues AC, Prochnow C, Burgo TAL, Oliveira JS, Jahn SL, Foletto EL, Rippe MP, Pereira GKR, Valandro LF. Stable Resin Bonding to Y-TZP Ceramic with Air Abrasion by Alumina Particles Containing 7% Silica. *J Adhes Dent*. 2020;22(2):149-159. doi: 10.3290/j.jad.a44151. PMID: 32322836.
184. Canullo L, Micarelli C, Bettazzoni L, Koçi B, Baldissara P. Zirconia-composite bonding after plasma of argon treatment. *Int J Prosthodont*. 2014 Mai-Jun;27(3):267-9. doi: 10.11607/ijp.3686. PMID: 24905269.
185. Bingzhuo C, Lu Y, Ying C, Huaiqin Z, Haifeng X, Feng H. Effects of nano-zirconium hydroxide coating on resin bonding of 10-methacryloxy decyldihydrogen phosphate-conditioned zirconia. *West China J Stomatol*. 2018 Mai;36(3). doi: 10.7518/hxkq.2018.03.004. PMID: 29984923. PMCID: PMC7030288.
186. Chen C, Xie H, Song X, Burrow MF, Chen G, Zhang F. Evaluation of a commercial primer for bonding of zirconia to two different resin composite cements. *J Adhes Dent*. 2014 Abr;16(2):169-76. doi: 10.3290/j.jad.a31809. PMID: 24683591.

187. Chen Y, Tay FR, Lu Z, Chen C, Qian M, Zhang H, Tian F, Xie H. Dipentaerythritol penta-acrylate phosphate - an alternative phosphate ester monomer for bonding of methacrylates to zirconia. *Sci Rep*. 2016 Dez 21;6:39542. doi: 10.1038/srep39542. PMID: 28000765; PMCID: PMC5175125.
188. Chen Y, Lu Z, Qian M, Zhang H, Xie H, Chen C. Effect of 10-Methacryloxydecyl Dihydrogen Phosphate Concentration on Chemical Coupling of Methacrylate Resin to Yttria-stabilized Zirconia. *J Adhes Dent*. 2017;19(4):349-355. doi: 10.3290/j.jad.a38893. PMID: 28849800.
189. Cheung GC, Botelho MG, Matinlinna JP. Effect of surface treatments of zirconia ceramics on the bond strength to resin cement. *J Adhes Dent*. 2014 Fev;16(1):49-56. doi: 10.3290/j.jad.a30753. PMID: 24179986.
190. Chuang SF, Kang LL, Liu YC, Lin JC, Wang CC, Chen HM, Tai CK. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia-resin adhesion-A ToF-SIMS study. *Dent Mater*. 2017 Ago;33(8):923-933. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.027. Epub 2017 Jun 9. PMID: 28606410.
191. Cura C, Özcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J Adhes Dent*. 2012 Fev;14(1):75-82. doi: 10.3290/j.jad.a21493. PMID: 21594233.
192. Darvizeh A, Luzi A, Amin AA, Oliveira-Ogliari A, Ogliari FA, Feitosa VP, et al. In-situ nano-silica deposition and air-abrasion with Bioglass 45S5 or aluminium oxide: Effects on methacrylate bonding to yttria-tetragonal zirconia polycrystal. *Int J Adhes Adhes*. 2015 Out;62:32–9. doi: 10.1016/j.ijadhadh.2015.06.008.
193. Druck CC, Pozzobon JL, Callegari GL, Dorneles LS, Valandro LF. Adhesion to Y-TZP ceramic: study of silica nanofilm coating on the surface of Y-TZP. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2015 Jan;103(1):143-50. doi: 10.1002/jbm.b.33184. Epub 2014 Mai 3. PMID: 24799187.
194. Eldwakhly E, Saadaldin SA, Al-Khureif AA, Soliman MS. Effects of different monomer systems on shear bond strength of bonding cement to zirconia. *Mater Express*. 2019;9(8):978–83. doi: 10.1166/mex.2019.1580.
195. Feitosa SA, Lima NB, Yoshito WK, Campos F, Bottino MA, Valandro LF, et al. Bonding strategies to full-contour zirconia: Zirconia pretreatment with piranha solution, glaze and airborne-particle abrasion. *Int J Adhes Adhes*. 2017 Jun;77(Mai 2018):151–6. doi: 10.1016/j.ijadhadh.2017.05.007.
196. Gökkaya FA, Stawarczyk B, Hämmerle CH, Sailer I. Influence of silanes on the shear bond strength of resin cements to zirconia. *Quintessence Int*. 2013;44(8):591-600. doi: 10.3290/j.qi.a29754. PMID: 23757463.
197. Cheung GJ, Botelho MG. Zirconia Surface Treatments for Resin Bonding. *J Adhes Dent*. 2015 Dez;17(6):551-8. doi: 10.3290/j.jad.a35249. PMID: 26734680.

198. Grasel R, Santos MJ, Rêgo HC, Rippe MP, Valandro LF. Effect of Resin Luting Systems and Alumina Particle Air Abrasion on Bond Strength to Zirconia. *Oper Dent*. 2018 Mai/Jun;43(3):282-290. doi: 10.2341/15-352-L. PMID: 29676972.
199. Jiang T, Chen C, Lv P. Selective infiltrated etching to surface treat zirconia using a modified glass agent. *J Adhes Dent*. 2014 Dez;16(6):553-7. doi: 10.3290/j.jad.a33195. PMID: 25516878.
200. Ahn JS, Yi YA, Lee Y, Seo DG. Shear Bond Strength of MDP-Containing Self-Adhesive Resin Cement and Y-TZP Ceramics: Effect of Phosphate Monomer-Containing Primers. *Biomed Res Int*. 2015;2015:389234. doi: 10.1155/2015/389234. Epub 2015 Out 11. PMID: 26539485; PMCID: PMC4619787.
201. Khan AA, Al Kheraif AA, Syed J, Divakar DD, Matinlinna JP. Enhanced resin zirconia adhesion with carbon nanotubes-infused silanes: A pilot study. *J Adhes*. 2016 Nov;94(3):167–80. doi: 10.1080/00218464.2016.1242422.
202. Khan AA, Mohamed BA, Mirza EH, Syed J, Divakar DD, Vallittu PK. Surface wettability and nano roughness at different grit blasting operational pressures and their effects on resin cement to zirconia adhesion. *Dent Mater J*. 2019 Jun 1;38(3):388-395. doi: 10.4012/dmj.2018-137. Epub 2019 Mar 13. PMID: 30867349.
203. Kaimal A, Ramdev P, Shruthi CS. Evaluation of Effect of Zirconia Surface Treatment, Using Plasma of Argon and Silane, on the Shear Bond Strength of Two Composite Resin Cements. *J Clin Diagn Res*. 2017 Ago;11(8):ZC39-ZC43. doi: 10.7860/JCDR/2017/27426.10372. Epub 2017 Ago 1. PMID: 28969271; PMCID: PMC5620918.
204. Kim DS, Ahn JJ, Bae EB, Kim GC, Jeong CM, Huh JB, Lee SH. Influence of Non-Thermal Atmospheric Pressure Plasma Treatment on Shear Bond Strength between Y-TZP and Self-Adhesive Resin Cement. *Materials (Basel)*. 2019 Out 12;12(20):3321. doi: 10.3390/ma12203321. PMID: 31614730; PMCID: PMC6829206.
205. Kim JH, Chae SY, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Effects of multipurpose, universal adhesives on resin bonding to zirconia ceramic. *Oper Dent*. 2015 Jan-Feb;40(1):55-62. doi: 10.2341/13-303-L. Epub 2014 Ago 1. PMID: 25084107.
206. Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent*. 2012 Ago;14(4):385-92. doi: 10.3290/j.jad.a22711. PMID: 22282752.
207. Kulunk S, Kulunk T, Ural C, Kurt M, Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontol Scand*. 2011 Mar;69(2):88-94. doi: 10.3109/00016357.2010.536907. Epub 2010 Nov 26. PMID: 21110711.

208. Külünk T, Külünk S, Baba S, Oztürk O, Danişman S, Savaş S. The effect of alumina and aluminium nitride coating by reactive magnetron sputtering on the resin bond strength to zirconia core. *J Adv Prosthodont*. 2013 Nov;5(4):382-7. doi: 10.4047/jap.2013.5.4.382. Epub 2013 Nov 28. PMID: 24353874; PMCID: PMC3865191.
209. Lee JH, Lee CH. Effect of the Surface Treatment Method Using Airborne-Particle Abrasion and Hydrofluoric Acid on the Shear Bond Strength of Resin Cement to Zirconia. *Dent J (Basel)*. 2017 Jul 17;5(3):23. doi: 10.3390/dj5030023. PMID: 29563429; PMCID: PMC5806946.
210. Lee JJ, Choi JY, Seo JM. Influence of nano-structured alumina coating on shear bond strength between Y-TZP ceramic and various dual-cured resin cements. *J Adv Prosthodont*. 2017 Abr;9(2):130-137. doi: 10.4047/jap.2017.9.2.130. Epub 2017 Apr 6. PMID: 28435623; PMCID: PMC5397590.
211. Lee Y, Oh KC, Kim NH, Moon HS. Evaluation of Zirconia Surfaces after Strong-Acid Etching and Its Effects on the Shear Bond Strength of Dental Resin Cement. *Int J Dent*. 2019 Jul 1;2019:3564275. doi: 10.1155/2019/3564275. PMID: 31354822; PMCID: PMC6636584.
212. Liu D, Pow EHN, Tsoi JK, Matinlinna JP. Evaluation of four surface coating treatments for resin to zirconia bonding. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Abr;32:300-309. doi: 10.1016/j.jmbbm.2013.12.011. Epub 2013 Dez 24. PMID: 24513960.
213. Liu D, Tsoi JK, Matinlinna JP, Wong HM. Effects of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015 Jun;46:23-30. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.02.015. Epub 2015 Fev 26. PMID: 25771253.
214. Lung CY, Botelho MG, Heinonen M, Matinlinna JP. Resin zirconia bonding promotion with some novel coupling agents. *Dent Mater*. 2012 Ago;28(8):863-72. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.023. Epub 2012 Mai 31. PMID: 22658709.
215. Lung CY, Kukk E, Matinlinna JP. Shear bond strength between resin and zirconia with two different silane blends. *Acta Odontol Scand*. 2012 Set;70(5):405-13. doi: 10.3109/00016357.2011.630014. Epub 2012 Mar 9. PMID: 22401474.
216. Martins SB, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Influence of Particle and Air-Abrasion Moment on Y-TZP Surface Characterization and Bond Strength. *J Prosthodont*. 2019 Jan;28(1):e271-e278. doi: 10.1111/jopr.12718. Epub 2017 Dez 13. PMID: 29235196.
217. Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand*. 2007 Fev;65(1):44-51. doi: 10.1080/00016350600973060. PMID: 17354094.

218. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater*. 2006 Sep;22(9):824-31. doi: 10.1016/j.dental.2005.11.035. Epub 2006 Jan 18. PMID: 16388846.
219. 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. doi: 10.1002/jbm.b.31684. PMID: 20690176.
220. de Mendonça BC, Negreiros WM, Giannini M. Effect of aluminum oxide sandblasting, plasma application and their combination on the bond strength of resin cement to zirconia ceramics. *Brazilian Dent Sci*. 2019 Apr-Jun;22(2):275–80. doi: 10.14295/bds.2019.v22i2.1721.
221. LE M, Larsson C, Papia E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. *Dent Mater J*. 2019 Jun 1;38(3):480-489. doi: 10.4012/dmj.2018-194. Epub 2019 May 17. PMID: 31105161.
222. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Han JS, Yeo IS, Ha SR. Effects of airborne-particle abrasion protocol choice on the surface characteristics of monolithic zirconia materials and the shear bond strength of resin cement. *Ceram Int*. 2016;42(1):1552–62. doi: 10.1016/j.ceramint.2015.09.104.
223. Oba Y, Koizumi H, Nakayama D, Ishii T, Akazawa N, Matsumura H. Effect of silane and phosphate primers on the adhesive performance of a tri-n-butylborane initiated luting agent bonded to zirconia. *Dent Mater J*. 2014;33(2):226-32. doi: 10.4012/dmj.2013-346. Epub 2014 Mar 4. PMID: 24598238.
224. Okutan Y, Yucel MT, Gezer T, Donmez MB. Effect of airborne particle abrasion and sintering order on the surface roughness and shear bond strength between Y-TZP ceramic and resin cement. *Dent Mater J*. 2019 Mar 31;38(2):241-249. doi: 10.4012/dmj.2018-051. Epub 2018 Dez 11. PMID: 30541993.
225. Oliveira-Ogliari A, Collares FM, Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Moraes RR. Methacrylate bonding to zirconia by in situ silica nanoparticle surface deposition. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):68-76. doi: 10.1016/j.dental.2014.11.011. Epub 2014 Dez 9. PMID: 25498521.
226. Özcan M, Yetkiner E. Could readily silanized silica particles substitute silica coating and silanization in conditioning zirconium dioxide for resin adhesion? *J Adhes Sci Technol*. 2016;30(2):186–93. doi: 10.1080/01694243.2015.1095628.
227. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J*. 2008 Jan;27(1):99-104. PMID: 18309618.

228. Özcan 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):62-67. doi: 10.1007/s10266-010-0144-1. Epub 2011 Jan 27. PMID: 21271328.
229. Sayin Ozel G, Okutan Y, Oguz Ahmet BS, Ozdere E. Effect of Combined Surface Treatments on Surface Roughness and Resin Bond Strength to Y-TZP Ceramic and Nickel-Chromium Metal Alloy. *Photobiomodul Photomed Laser Surg*. 2019 Jul;37(7):442-450. doi: 10.1089/photob.2018.4590. Epub 2019 Abr 19. PMID: 31265379.
230. Pardo NP, Araya PL, Pardo MP. Effect of different surface treatments on the bonds strength of a resin cement in zirconia frameworks. *J Int Dent Med Res*. 2016;9(1):1–5.
231. Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Oper Dent*. 2010 Nov-Dez;35(6):689-96. doi: 10.2341/10-157-L. PMID: 21180009.
232. Pereira Lde L, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Özcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent*. 2015 Abr;17(2):169-74. doi: 10.3290/j.jad.a33974. PMID: 25969840.
233. Pott PC, Syväri TS, Stiesch M, Eisenburger M. Influence of nonthermal argon plasma on the shear bond strength between zirconia and different adhesives and luting composites after artificial aging. *J Adv Prosthodont*. 2018;10(4):308–14. doi: 10.4047/jap.2018.10.4.308.
234. Pozzobon JL, Missau T, Druck CC, Özcan M, Valandro LF. Effects of different particle deposition parameters on adhesion of resin cement to zirconium dioxide and phase transformation. *J Adhes Sci Technol*. 2016;30(4):412–21. doi: 10.1080/01694243.2015.1101189.
235. Pozzobon JL, Wandscher VF, Rippe MP, Valandro LF. Influence of zirconia surface treatments on resin cement bonding and phase transformation. *J Adhes Sci Technol*. 2017 Jan;31(15):1671–82. doi: 10.1080/01694243.2016.1268413.
236. Qeblawi DM, Campillo-Funollet M, Muñoz CA. In vitro shear bond strength of two self-adhesive resin cements to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2015 Fev;113(2):122-7. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.08.006. Epub 2014 Out 28. PMID: 25438742.
237. Queiroz JR, Massi M, Nogueira L Jr, Sobrinho AS, Bottino MA, Ozcan M. Silica-based nano-coating on zirconia surfaces using reactive magnetron sputtering: effect on chemical adhesion of resin cements. *J Adhes Dent*. 2013 Abr;15(2):151-9. doi: 10.3290/j.jad.a28882. PMID: 23534024.

238. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater.* 2003 Set;19(6):567-73. doi: 10.1016/s0109-5641(02)00106-9. PMID: 12837406.
239. Re D, Augusti G, Merlati G, Giannì AB, Augusti D. Effect of thermal cycling and low pressure sandblasting on the bond strength of a self-adhesive cement to Y-TZP zirconia. *J Adhes Sci Technol.* 2015 Mai;29(16):1745–57. doi: 10.1080/01694243.2015.1046729.
240. Rebholz-zaribaf N, Özcan M. Adhesion to zirconia as a function of primers / silane coupling agents, luting cement types, aging and test methods. *J Adhes Sci Technol.* 2016 Nov;4243(Dez):0. doi: 10.1080/01694243.2016.1259727.
241. Saleh NE, Guven MC, Yildirim G, Erol F. Effect of different surface treatments and ceramic primers on shear bond strength of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic. *Niger J Clin Pract.* 2019 Mar;22(3):335-341. doi: 10.4103/njcp.njcp_394_18. PMID: 30837420.
242. Salem RST, Ozkurt-Kayahan Z, Kazazoglu E. In Vitro Evaluation of Shear Bond Strength of Three Primer/Resin Cement Systems to Monolithic Zirconia. *Int J Prosthodont.* 2019 Nov/Dez;32(6):519-525. doi: 10.11607/ijp.6258. PMID: 31664268.
243. Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent.* 2015 Mar;113(3):212-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.09.012. Epub 2014 Nov 18. PMID: 25453565.
244. Shimoe S, Tanoue N, Kusano K, Okazaki M, Satoda T. Influence of air-abrasion and subsequent heat treatment on bonding between zirconia framework material and indirect composites. *Dent Mater J.* 2012;31(5):751-7. doi: 10.4012/dmj.2012-077. PMID: 23037837.
245. Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, Son HH, Seo DG. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning.* 2014 Set-Out;36(5):479-86. doi: 10.1002/sca.21142. Epub 2014 Mar 27. PMID: 24676632.
246. Silva LH, Costa AK, Queiroz JR, Bottino MA, Valandro LF. Ceramic primer heat-treatment effect on resin cement/Y-TZP bond strength. *Oper Dent.* 2012 Nov-Dez;37(6):634-40. doi: 10.2341/11-374-L. Epub 2012 Mai 22. PMID: 22621166.
247. Steiner R, Heiss-Kisielesky I, Schwarz V, Schnabl D, Dumfahrt H, Laimer J, Steinmassl O, Steinmassl PA. Zirconia Primers Improve the Shear Bond Strength of Dental Zirconia. *J Prosthodont.* 2020 Jan;29(1):62-68. doi: 10.1111/jopr.13013. Epub 2019 Jan 22. PMID: 30624832.

248. Thammajarak P, Blatz MB, Buranadham S, Guazzato M, Wang Y. Shear bond strength of composite cement to alumina-coated versus tribochemical silica-treated zirconia. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Mai;105:103710. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103710. Epub 2020 Feb 19. PMID: 32279852.
249. Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*. 2014 Jan-Feb;39(1):50-63. doi: 10.2341/12-269-L. Epub 2013 Abr 15. PMID: 23586656.
250. Vasconcelos US, de Oliveira Silva TS, da Silva DP, Sipaúba GMO, da Silva Valente V, Zanetti RV, et al. Effects of the combination of er: Yag laser and sandblasting on the shear bond strength between zirconia and resin cement. *Brazilian J Oral Sci*. 2019 Set;18:1–10. doi: 10.20396/bjos.v18i0.8656586.
251. Wandscher VF, Fraga S, Pozzobon JL, Soares FZ, Foletto EL, May LG, Valandro LF. Tribochemical Glass Ceramic Coating as a New Approach for Resin Adhesion to Zirconia. *J Adhes Dent*. 2016;18(5):435-440. doi: 10.3290/j.jad.a36892. PMID: 27669635.
252. Xie ZG, Meng XF, Xu LN, Yoshida K, Luo XP, Gu N. Effect of air abrasion and dye on the surface element ratio and resin bond of zirconia ceramic. *Biomed Mater*. 2011 Dez;6(6):065004. doi: 10.1088/1748-6041/6/6/065004. Epub 2011 Out 14. PMID: 22002676.
253. Xie H, Chen C, Dai W, Chen G, Zhang F. In vitro short-term bonding performance of zirconia treated with hot acid etching and primer conditioning etching and primer conditioning. *Dent Mater J*. 2013;32(6):928-38. doi: 10.4012/dmj.2013-010. Epub 2013 Nov 15. PMID: 24240899.
254. Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, Chen C. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater*. 2016 Mar;32(3):403-11. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.014. Epub 2016 Jan 2. PMID: 26754430.
255. Xie H, Cheng Y, Chen Y, Qian M, Xia Y, Chen C. Improvement in the Bonding of Y-TZP by Room-temperature Ultrasonic HF Etching. *J Adhes Dent*. 2017;19(5):425-433. doi: 10.3290/j.jad.a39278. PMID: 29152621.
256. Yi YA, Ahn JS, Park YJ, Jun SH, Lee IB, Cho BH, Son HH, Seo DG. The effect of sandblasting and different primers on shear bond strength between yttria-tetragonal zirconia polycrystal ceramic and a self-adhesive resin cement. *Oper Dent*. 2015 Jan-Feb;40(1):63-71. doi: 10.2341/13-149-L. Epub 2014 Ago 1. PMID: 25084110.
257. Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *J Prosthodont Res*. 2018 Abr;62(2):204-209. doi: 10.1016/j.jpor.2017.08.011. Epub 2017 Set 19. PMID: 28935192.

258. Yang L, Chen B, Xie H, Chen Y, Chen Y, Chen C. Durability of Resin Bonding to Zirconia Using Products Containing 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate. *J Adhes Dent*. 2018;20(4):279-287. doi: 10.3290/j.jad.a40989. PMID: 30206570.
259. Yang L, Xie H, Meng H, Wu X, Chen Y, Zhang H, Chen C. Effects of Luting Cements and Surface Conditioning on Composite Bonding Performance to Zirconia. *J Adhes Dent*. 2018;20(6):549-558. doi: 10.3290/j.jad.a41634. PMID: 30564802.
260. Yang L, Chen B, Meng H, Zhang H, He F, Xie H, Chen C. Bond durability when applying phosphate ester monomer-containing primers vs. self-adhesive resin cements to zirconia: Evaluation after different aging conditions. *J Prosthodont Res*. 2020 Abr;64(2):193-201. doi: 10.1016/j.jpor.2019.06.008. Epub 2019 Nov 2. PMID: 31690540.
261. Yenisey M, Dede DÖ, Rona N. Effect of surface treatments on the bond strength between resin cement and differently sintered zirconium-oxide ceramics. *J Prosthodont Res*. 2016 Jan;60(1):36-46. doi: 10.1016/j.jpor.2015.09.001. Epub 2015 Set 26. PMID: 26412449.
262. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater*. 2010 Jul;26(7):650-8. doi: 10.1016/j.dental.2010.03.008. Epub 2010 Abr 27. PMID: 20427080.
263. Zaia WLS, de Figueiredo JLG, Leite LM, Satake A, Medeiros IS. Bond strenght of zirconia submitted to different surface treatments. *Pesqui Bras Odontopediatria Clin Integr*. 2015;15(1):387–98. doi: 10.4034/PBOCI.2015.151.41.
264. Zhang H, Jing Y, Nie R, Meng X. [Effect of a chemical primer on the bond strength of a zirconia ceramic with self-adhesive resin cement]. *Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*. 2015 Out;33(5):466-9. Chinês. doi: 10.7518/hxkq.2015.05.005. PMID: 26688936; PMCID: PMC7030317.
265. Zhao L, Jian YT, Wang XD, Zhao K. Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging. *J Prosthet Dent*. 2016 Nov;116(5):790-796. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.03.020. Epub 2016 Jun 14. PMID: 27312655.
266. Ebeid K, Wille S, Salah T, Wahsh M, Zohdy M, Kern M. Bond strength of resin cement to zirconia treated in pre-sintered stage. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Out;86:84-88. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.06.027. Epub 2018 Jun 20. PMID: 29960247.
267. Elsayed A, Younes F, Lehmann F, Kern M. Tensile bond strength of so-called universal primers and universal multimode adhesives to zirconia and lithium disilicate ceramics. *J Adhes Dent*. 2017;19(3):221-228. doi: 10.3290/j.jad.a38436. PMID: 28597007.

268. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009 Set;88(9):817-22. doi: 10.1177/0022034509340881. PMID: 19767578.
269. Lehmann F, Kern M. Durability of resin bonding to zirconia ceramic using different primers. *J Adhes Dent*. 2009 Dez;11(6):479-83. doi: 10.3290/j.jad.a18142. PMID: 20011768.
270. Wandscher VF, Prochnow C, Rippe MP, Dorneles LS, Callegari GL, Baldissara P, Scotti R, Valandro LF. Retentive Strength of Y-TZP Crowns: Comparison of Different Silica Coating Methods on the Intaglio Surfaces. *Oper Dent*. 2017 Set/Out;42(5):E121-E133. doi: 10.2341/16-090-L. PMID: 28829934.
271. Wille S, Lehmann F, Kern M. Durability of Resin Bonding to Lithium Disilicate and Zirconia Ceramic using a Self-etching Primer. *J Adhes Dent*. 2017;19(6):491-496. doi: 10.3290/j.jad.a39545. PMID: 29234754.
272. Ali N, Safwat A, Aboushelib M. The effect of fusion sputtering surface treatment on microshear bond strength of zirconia and MDP-containing resin cement. *Dent Mater*. 2019 Jun;35(6):e107-e112. doi: 10.1016/j.dental.2019.02.013. Epub 2019 Mar 28. PMID: 30929767.
273. de Carvalho RF, Özcan M, Louzada F, Monteiro E, Bottino MA, de Melo RM, et al. Comparison of methanol/hydrochloric, ferric chloride acid versus tribochemical silica coating for adhesion of resin cement to zirconium dioxide. *J Adhes Sci Technol*. 2016 Jun;30(24):2690–8. doi: 10.1080/01694243.2016.1197090.
274. da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. *J Prosthet Dent*. 2014 Set;112(3):568-75. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.12.003. Epub 2014 Mar 21. PMID: 24657177.
275. Dal Piva AMO, Carvalho RLA, Lima AL, Bottino MA, Melo RM, Valandro LF. Silica coating followed by heat-treatment of MDP-primer for resin bond stability to yttria-stabilized zirconia polycrystals. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2019 Jan;107(1):104-111. doi: 10.1002/jbm.b.34100. Epub 2018 Mar 8. PMID: 29520999.
276. Go EJ, Shin Y, Park JW. Evaluation of the Microshear Bond Strength of MDP-containing and Non-MDP-containing Self-adhesive Resin Cement on Zirconia Restoration. *Oper Dent*. 2019 Jul/Ago;44(4):379-385. doi: 10.2341/18-132-L. Epub 2018 Dez 5. PMID: 31216246.
277. Lima RBW, Barreto SC, Alfrisany NM, Porto TS, De Souza GM, De Goes MF. Effect of silane and MDP-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. *Dent Mater*. 2019 Nov;35(11):1557-1567. doi: 10.1016/j.dental.2019.07.008. Epub 2019 Ago 6. PMID: 31395450.

278. Lopes GC, Spohr AM, De Souza GM. Different Strategies to Bond Bis-GMA-based Resin Cement to Zirconia. *J Adhes Dent*. 2016;18(3):239-46. doi: 10.3290/j.jad.a36137. PMID: 27200434.
279. Mangione E, Özcan M. Adhesion of resin cements to contaminated zirconia resin cements on zirconia: effect saliva-contamination and surface conditioning. *J Adhes Sci Technol*. 2019 Abr;33(14):1572–83. doi: 10.1080/01694243.2019.1602903.
280. Negreiros WM, Ambrosano GMB, Giannini M. Effect of cleaning agent, primer application and their combination on the bond strength of a resin cement to two yttrium-tetragonal zirconia polycrystal zirconia ceramics. *Eur J Dent*. 2017 Jan-Mar;11(1):6-11. doi: 10.4103/ejd.ejd_276_16. PMID: 28435358; PMCID: PMC5379837.
281. Noda Y, Nakajima M, Takahashi M, Mamanee T, Hosaka K, Takagaki T, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dent Mater J*. 2017 Nov 29;36(6):755-761. doi: 10.4012/dmj.2016-383. Epub 2017 Jul 12. PMID: 28701640.
282. Wang C, Niu LN, Wang YJ, Jiao K, Liu Y, Zhou W, Shen LJ, Fang M, Li M, Zhang X, Tay FR, Chen JH. Bonding of resin cement to zirconia with high pressure primer coating. *PLoS One*. 2014 Jul 3;9(7):e101174. doi: 10.1371/journal.pone.0101174. PMID: 24992678; PMCID: PMC4081122.
283. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater*. 2009 Ago;25(8):989-93. doi: 10.1016/j.dental.2009.02.011. Epub 2009 Mar 25. PMID: 19324404.
284. Aboushelib MN. Fusion sputtering for bonding to zirconia-based materials. *J Adhes Dent*. 2012 Ago;14(4):323-8. doi: 10.3290/j.jad.a25684. PMID: 22724104.
285. Attia A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci*. 2011 Ago;19(4):388-95. doi: 10.1590/s1678-77572011005000015. Epub 2011 Jul 1. PMID: 21710091; PMCID: PMC4223792.
286. de Souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2014 Out;112(4):895-902. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.01.016. Epub 2014 Abr 22. PMID: 24767903.
287. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent*. 2011 Mai;105(5):296-303. doi: 10.1016/S0022-3913(11)60055-3. PMID: 21530754.

288. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010 Mai;93(2):318-23. doi: 10.1002/jbm.b.31549. PMID: 20336733.
289. Elsaka SE. Influence of Surface Treatments on the Bond Strength of Resin Cements to Monolithic Zirconia. *J Adhes Dent*. 2016;18(5):387-395. doi: 10.3290/j.jad.a36517. PMID: 27446994.
290. Maroun EV, Guimarães J, de Miranda WG Jr, Netto L, Elias AB, da Silva EM. Bond Strength Stability of Self-adhesive Resin Cement to Etched Vitrified Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal Ceramic After Thermomechanical Cycling. *Oper Dent*. 2019 Set/Out;44(5):545-555. doi: 10.2341/18-131-L. Epub 2019 Mar 8. PMID: 30849012.
291. Ruales-Carrera E, Cesar PF, Henriques B, Fredel MC, Özcan M, Volpato CAM. Adhesion behavior of conventional and high-translucent zirconia: Effect of surface conditioning methods and aging using an experimental methodology. *J Esthet Restor Dent*. 2019 Jul;31(4):388-397. doi: 10.1111/jerd.12490. Epub 2019 Mai 17. PMID: 31099974.
292. Sakrana AA, Özcan M. Effect of chemical etching solutions versus air abrasion on the adhesion of self-adhesive resin cement to IPS e.max ZirCAD with and without aging. *Int J Esthet Dent*. 2017;12(1):72-85. PMID: 28117856.
293. Salem R, Naggar GE, Aboushelib M, Selim D. Microtensile Bond Strength of Resin-bonded Hightranslucency Zirconia Using Different Surface Treatments. *J Adhes Dent*. 2016;18(3):191-6. doi: 10.3290/j.jad.a36034. PMID: 27163112.
294. Thammajaruk P, Buranadham S, Thanatvarakorn O, Guazzato M. Influence of Nano-structured Alumina Coating on Composite-Zirconia Bonding and its Characterization. *J Adhes Dent*. 2018;20(3):233-242. doi: 10.3290/j.jad.a40512. PMID: 29854990.
295. Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Özcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J*. 2013 Jun;58(2):183-91. doi: 10.1111/adj.12065. PMID: 23713638.
296. Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, de Goes MF, da Silva EM. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. *J Adhes Dent*. 2011 Out;13(5):473-80. doi: 10.3290/j.jad.a19820. PMID: 21246067.
297. Akpınar YZ, Kepceoglu A, Yavuz T, Aslan MA, Demirtaş Z, Kılıç HS, Uşmez A. Effect of femtosecond laser beam angle on bond strength of zirconia-resin cement. *Lasers Med Sci*. 2015 Nov;30(8):2123-8. doi: 10.1007/s10103-015-1762-1. Epub 2015 Mai 10. PMID: 25958172.

298. Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):648-56. doi: 10.1016/j.dental.2015.03.002. Epub 2015 Abr 6. PMID: 25858783.
299. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 Jul;10(4):236-40. doi: 10.1016/0109-5641(94)90067-1. PMID: 7664990.
300. Chen C, Chen Y, Lu Z, Qian M, Xie H, Tay FR. The effects of water on degradation of the zirconia-resin bond. *J Dent.* 2017 Set;64:23-29. doi: 10.1016/j.jdent.2017.04.004. Epub 2017 Abr 13. PMID: 28414171.
301. Frankenberger R, Strobel WO, Krämer N, Lohbauer U, Winterscheidt J, Winterscheidt B, Petschelt A. Evaluation of the fatigue behavior of the resin-dentin bond with the use of different methods. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003 Nov 15;67(2):712-21. doi: 10.1002/jbm.b.10052. PMID: 14598398.
302. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005 Feb;84(2):118-32. doi: 10.1177/154405910508400204. PMID: 15668328.
303. Poitevin A, De Munck J, Cardoso MV, Mine A, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Dynamic versus static bond-strength testing of adhesive interfaces. *Dent Mater.* 2010 Nov;26(11):1068-76. doi: 10.1016/j.dental.2010.07.007. Epub 2010 Ago 10. PMID: 20701960.
304. Thammajaruk P, Inokoshi M, Chong S, Guazzato M. Bonding of composite cements to zirconia: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Abr;80:258-268. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.02.008. Epub 2018 Feb 8. PMID: 29454279.
305. Papia E, Larsson C, du Toit M, Vult von Steyern P. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2014 Feb;102(2):395-413. doi: 10.1002/jbm.b.33013. Epub 2013 Out 9. PMID: 24123837.
306. Kern M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. *J Adhes Sci Technol.* 2009;23(7-8):1097-111. doi: 10.1163/156856109X432721.
307. Viswanadam G, Chase GG. Contact angles of drops on curved superhydrophobic surfaces. *J Colloid Interface Sci.* 2012 Feb;367(1):472-7. doi: 10.1016/j.jcis.2011.11.004. PMID: 22129634.

308. 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. doi: 10.1016/j.dental.2008.05.012. Epub 2008 Jul 14. PMID: 18620746.
309. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001;12(2):136-51. doi: 10.1177/10454411010120020401. PMID: 11345524.
310. Armstrong S, Geraldini S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e50-62. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.155. Epub 2009 Dez 31. PMID: 20045179.
311. Turon-Vinas M, Anglada M. Strength and fracture toughness of zirconia dental ceramics. *Dent Mater*. 2018 Mar;34(3):365-375. doi: 10.1016/j.dental.2017.12.007. Epub 2018 Feb 1. PMID: 29395472.
312. Miura D, Ishida Y, Miyasaka T, Aoki H, Shinya A. Reliability of Different Bending Test Methods for Dental Press Ceramics. *Materials (Basel)*. 2020 Nov 16;13(22):5162. doi: 10.3390/ma13225162. PMID: 33207710; PMCID: PMC7696483.
313. Inokoshi M, Zhang F, Vanmeensel K, De Munck J, Minakuchi S, Naert I, Vleugels J, Van Meerbeek B. Residual compressive surface stress increases the bending strength of dental zirconia. *Dent Mater*. 2017 Apr;33(4):e147-e154. doi: 10.1016/j.dental.2016.12.007. Epub 2017 Jan 8. PMID: 28077209.
314. Kiyani VH, Rodrigues FP, Samad RE, Zetzl DM, Bottino MA, De Lima NB, et al. Femtosecond Ti: Sa ultra short-pulse laser irradiation effects on the properties and morphology of the zirconia surface after ageing. *Ceramics International*. 2021 Feb;47(4):4455-4465. doi: 10.1016/j.ceramint.2020.10.006.
315. Amaral M, Cesar PF, Bottino MA, Lohbauer U, Valandro LF. Fatigue behavior of Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Apr;57:149-56. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.042. Epub 2015 Dez 15. PMID: 26717249.
316. Pereira G, Amaral M, Cesar PF, Bottino MC, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015 May;45:183-92. doi: 10.1016/j.jmbbm.2014.12.009. Epub 2014 Dec 25. PMID: 25746851.
317. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006 Feb;76(2):440-8. doi: 10.1002/jbm.b.30382. PMID: 16184529.

318. Inokoshi M, Vanmeensel K, Zhang F, De Munck J, Eliades G, Minakuchi S, Naert I, Van Meerbeek B, Vleugels J. Aging resistance of surface-treated dental zirconia. *Dent Mater.* 2015 Feb;31(2):182-94. doi: 10.1016/j.dental.2014.11.018. Epub 2015 Jan 5. PMID: 25572860.
319. Cotič J, Jevnikar P, Kocjan A. Ageing kinetics and strength of airborne-particle abraded 3Y-TZP ceramics. *Dent Mater.* 2017 Jul;33(7):847-856. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.014. Epub 2017 Mai 12. PMID: 28506609.
320. Kosmač T, Oblak Č, Marion L. The effects of dental grinding and sandblasting on ageing and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Eur Ceram Soc.* 2008 Jan;28(5):1085–90. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.09.013.
321. Kosmač T, Oblak Č. Mechanical Fatigue and Hydrothermal Stability of Y-TZP Dental Ceramics. *Key Eng Mater.* 2009 Mar;409:161–7. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.409.161.
322. Hallmann L, Mehl A, Ulmer P, Reusser E, Stadler J, Zenobi R, Stawarczyk B, Özcan M, Hämmerle CH. The influence of grain size on low-temperature degradation of dental zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2012 Feb;100(2):447-56. doi: 10.1002/jbm.b.31969. Epub 2011 Nov 25. PMID: 22121144.
323. Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004 Out 15;71(1):166-71. doi: 10.1002/jbm.b.30083. PMID: 15368241.
324. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hübsch C, Kellner T, Kohorst P, Jendras M. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater.* 2010 Dez;6(12):4547-52. doi: 10.1016/j.actbio.2010.07.025. Epub 2010 Jul 23. PMID: 20656076.
325. Zarone F, Di Mauro MI, Spagnuolo G, Gherlone E, Sorrentino R. Fourteen-year evaluation of posterior zirconia-based three-unit fixed dental prostheses: A Prospective clinical study of all ceramic prosthesis. *J Dent.* 2020 Out;101:103419. doi: 10.1016/j.jdent.2020.103419. Epub 2020 Jun 30. PMID: 32619571.
326. May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dent Mater.* 2012 Ago;28(8):e99-109. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.033. Epub 2012 Mai 15. PMID: 22595741.
327. Leevailoj C, Platt JA, Cochran MA, Moore BK. In vitro study of fracture incidence and compressive fracture load of all-ceramic crowns cemented with resin-modified glass ionomer and other luting agents. *J Prosthet Dent.* 1998 Dez;80(6):699-707. doi: 10.1016/s0022-3913(98)70058-7. PMID: 9830076.

328. Stawarczyk B, Beuer F, Ender A, Roos M, Edelhoff D, Wimmer T. Influence of cementation and cement type on the fracture load testing methodology of anterior crowns made of different materials. *Dent Mater J*. 2013;32(6):888-95. doi: 10.4012/dmj.2013-147. Epub 2013 Nov 15. PMID: 24240896.
329. Al-Wahadni AM, Hussey DL, Grey N, Hatamleh MM. Fracture resistance of aluminium oxide and lithium disilicate-based crowns using different luting cements: an in vitro study. *J Contemp Dent Pract*. 2009 Mar 1;10(2):51-8. PMID: 19279972.
330. Rosentritt M, Hmaidouch R, Behr M, Handel G, Schneider-Feyrer S. Fracture resistance of zirconia FPDs with adhesive bonding versus conventional cementation. *Int J Prosthodont*. 2011 Mar-Apr;24(2):168-71. PMID: 21479286.
331. Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Sobrinho LC, de Oliveira WJ. Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions. *J Prosthodont*. 2009 Dez;18(8):649-55. doi: 10.1111/j.1532-849X.2009.00498.x. Epub 2009 Aug 4. PMID: 19682214.
332. Anami LC, Lima JM, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue Resistance of Y-TZP/Porcelain Crowns is Not Influenced by the Conditioning of the Intaglio Surface. *Oper Dent*. 2016 Jan-Feb;41(1):E1-12. doi: 10.2341/14-166-L. Epub 2015 Aug 12. PMID: 26266655.
333. Campos F, Valandro LF, Feitosa SA, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, de Jager N, Bottino MA. Adhesive Cementation Promotes Higher Fatigue Resistance to Zirconia Crowns. *Oper Dent*. 2017 Mar/Abr;42(2):215-224. doi: 10.2341/16-002-L. Epub 2016 Nov 28. PMID: 27892840.