UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

MARLYNI APARECIDA ZENS

**Avaliação do tratamento de superfície por sonoquímica na
resistência de união entre zirconia tetragonal policristalina
estabilizada por ítria e cimento resinoso**

BAURU
2015

MARLYNI APARECIDA ZENS

**Avaliação do tratamento de superfície por sonoquímica na
resistência de união entre zirconia tetragonal policristalina
estabilizada por ítria e cimento resinoso**

Dissertação/Tese apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira Francisconi

Versão Corrigida

BAURU
2015

Z45a

Zens, Marlyni Aparecida

Avaliação do tratamento de superfície por sonoquímica na resistência de união entre zirconia tetragonal policristalina estabilizada por ítria e cimento resinoso / Marlyni Aparecida Zens—Bauru, 2015.

p.:87 il. ; 31cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira Francisconi

Nota: A versão original desta dissertação encontra-se disponível no Serviço de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Bauru – FOB/USP.

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

DEDICATÓRIA

*Á meus pais e irmão.
Por me deixarem buscar meus sonhos.
Sem vocês nada disso seria possível.*

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela minha vida, saúde e por me dar forças diárias para nunca desistir dos meus propósitos.

Aos meus pais Sidenei e Enia, por todo amor e compreensão. Por terem me inspirado a sempre correr atrás dos meus sonhos e principalmente por abrirem mãos dos seus por mim. Sem vocês nada disso seria possível.

Ao meu irmão Robes, que sempre foi um segundo pai para mim. Que sempre me apoiou e me inspirou.

À minha sobrinha Bianca, minha irmã, minha amiga, minha filha. Obrigada por ser um exemplo de força e inteligência desde sempre. Por ter vivenciado cada momento da minha vida, por todo incentivo e companheirismo.

Ao meu orientador e professor, Paulinho. Pelo privilégio de poder trabalhar com alguém tão especial. Por todo o ensinamento dado, tanto como professor, como pessoa. Por ensinar a nunca desistir, a sempre melhorar e por sempre me passar a calma necessária para continuar seguindo em frente.

À Prof. Dra. Ana Flávia, pela oportunidade de trabalhar com você, por todo o ensinamento, atenção e exemplo.

Ao Prof. Dr. Paulo Noronha pela oportunidade de trabalhar em algo tão diferente e especial e principalmente por toda a ajuda e disposição.

À minha dupla de clínica Lígia, por todos os bons momentos compartilhados nesses dois anos.

Aos amigos de mestrado Maria Angélica, Tamires, Letícia, Marina, Adriana, Elaine, Martha, Fábio, Camila e Mayara, pela convivência durante o mestrado, por todos os bons momentos passados com vocês.

Aos professores do departamento de Dentística da FOB, Rafael Mondelli, Sérgio Ishikiríama, Linda Wang, Maria Teresa Atta, Juliana Bombonatti, Adilson Furuse, José Mondelli e Maria Fidela Navarro, meus agradecimentos pela oportunidade de trabalhar com vocês, por todo o conhecimento compartilhado e pelos exemplos de dedicação à carreira e profissão.

As doutorandas Carla Muller e Raphaela Rodrigues, por toda a ajuda, conselhos, inspiração e momentos passados no Departamento.

Ao Alfredo e Bruna Costa, por toda a ajuda nesse trabalho, pela paciência e disposição sem fim em todos os momentos que precisei.

Aos demais alunos da graduação, mestrado e doutorado que tive o prazer de conhecer.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos, Alcides e Sandra, pela colaboração, auxílio e pela convivência agradável no dia a dia.

Aos funcionários do Departamento de Dentística, Audria, Natália, Charlene, Rita, Elízio e Nelson por toda a dedicação e apoio aos alunos.

As funcionárias da clínica de pós, Hebe e Cleusa, por toda a alegria e receptividade dispensadas no dia a dia.

À CAPES, pela bolsa que possibilitou esse trabalho.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a execução deste trabalho, muito obrigada.

*“Julgue seu sucesso pelas coisas que
você teve que renunciar para consegui-lo.”*

Dalai Lama

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do tratamento ultrassônico como tratamento de superfície da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) e depois da sinterização final, por meio de mensuração da rugosidade superficial e teste de resistência adesiva por microcissalhamento. Para tanto, discos de Y-TZP foram confeccionados e distribuídos em 4 grupos (n=7), conforme o tratamento de superfície: 1-PRE: sonicação pré-sinterização; 2-POS: sonicação pós-sinterização; 3-JAT: jateamento com partículas óxido de alumínio 50µm; 4-CON: sem tratamento. Os espécimes foram polidos e padronizados e posteriormente submetidos aos tratamentos de acordo com cada grupo. Os grupos POS, JAT e COM foram sinterizados previamente ao tratamento e o grupo PRE após a sonicação. Os grupos PRE e POS foram submetidos a tratamento em processador ultrassônico (Sonics VCX-750) em potência nominal de 30% durante 15 minutos. O grupo JAT foi jateado com partículas de alumínio 50µm a uma distância de 15 cm, enquanto o grupo CON não recebeu nenhum tratamento. A mensuração de rugosidade superficial média (Ra) foi feita em Microscópio Confocal (MC), em seguida cilindros de cimento resinoso foram preparados e fotoativados na superfície do Y-TZP para serem submetidos ao ensaio mecânico de microcissalhamento realizado em máquina de ensaios universal (INSTRON). Os valores de rugosidade superficial e resistência de união obtidos foram submetidos a ANOVA a um critério e teste de Tukey. Quanto aos valores de rugosidade superficial, o grupo PRE (299,91 Mpa) e POS (291,23 Mpa) não apresentaram diferença estatística significativa e o grupo JAT (925,21 Mpa) mostrou maiores valores de rugosidade superficial quando comparado ao PRE e POS. Para o teste de microcissalhamento não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os grupos. Por meio dos resultados obtidos foi possível observar que o tratamento ultrassônico é capaz de alterar a superfície da Y-TZP e influenciar na resistência adesiva ao cimento resinoso.

Palavras-chave: Y-TZP. Microcissalhamento. Tratamento de superfície.

ABSTRACT

Evaluation of surface treatment by sonochemical the bond strength between Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals and resin cement

The objective of this study was to evaluate the effect of ultrasonic treatment as surface treatment of Y-TZP before and after the final sintering, through measurement of surface roughness and bond strength by microshear test. Therefore, Y-TZP discs were made and distributed in 4 groups (n = 7), as surface treatment: 1-PRE: Pre-sintering sonication; 2-POS: Post-sintering sonication; 3-JAT: air abrasion with aluminum oxide particles 50µm; 4-CON: no treatment. The specimens were polished and standardized and subsequently submitted to the treatments according to each group. The POS, JAT and CON groups been previously sintered to treatment and the PRE group after sonication. The PRE and POS groups were submitted to Ultrasonic Processor treatment (Sonics VCX-750) at 30% power for 15 minutes. The JAT group received air abrasion with aluminum particles 50µm at distance of 15 cm, while group received no treatment. The measurement of surface roughness was made in Confocal Microscope (MC), then resin cement cylinders were prepared and polymerized in Y-TZP surface to be subjected to mechanical testing microshear performed on universal testing machine (INSTRON). The values of surface roughness and bond strength were subjected to ANOVA and Tukey test. About the values of surface roughness, the PRE group (299.91 MPa) and POS (291.23 MPa) showed no statistically significant difference and the JAT group (925.21 MPa) showed higher surface roughness values when compared to PRE and POS. For microshear test statistically significant differences were observed between the groups. Through the results it was observed that the ultrasonic treatment is able to change the surface of the Y-TZP and influence the bond strength to resin cement.

Key words: Y-TZP. Microshear. Surface treatment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1	- Sequência de torneamento e corte dos blocos cerâmicos pré-sinterizados para obtenção dos espécimes	33
Figura 2	- Processo de padronização e lavagem dos espécimes.....	34
Figura 3	- Representação esquemática da montagem do equipamento Sonics VCX-750 para o tratamento de superfície	36
Figura 4	- Adaptação do dispositivo de fixação das amostras no Becker.....	37
Figura 5	- Aplicação do adesivo no espécime já incluído em resina acrílica.....	38
Figura 6	- Preenchimento e posicionamento dos tubos com cimento resinoso e fotoativação	39
Figura 7	- Corte da lateral dos tubos para posterior remoção dos mesmos.....	39
Figura 8	- Suporte para o espécime e prolongamento da célula de carga laçando o cilindro de cimento resinoso	40
Figura 9	- Zircônia pré-sinterização sem tratamento – MC x20	47
Figura 10	- Zircônia pré-sinterização pós-tratamento (sonicação).....	49
Figura 11	- Zircônia tratada na fase pré-sinterizada, após sinterização	49
Figura 12	- Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento	51
Figura 13	- Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização pós-tratamento	51

Figura 14 - Representação 3D da superfície analisada - – Zircônia tratada na fase pré-sinterizada, após sinterização.....	53
Figura 15 - Zircônia pré-sinterização sem tratamento	53
Figura 16 - Zircônia pós-sinterização sem tratamento.....	55
Figura 17 - Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (sonicação)	55
Figura 18 - Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento	57
Figura 19 - Representação 3D da superfície analisada - – Zircônia pós-sinterização sem tratamento	57
Figura 20 - Representação 3D da superfície analisada - Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (sonicação).....	59
Figura 21 - Zircônia pré-sinterização sem tratamento	59
Figura 22 - Zircônia pós-sinterização sem tratamento.....	61
Figura 23 - Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (jateamento)	61
Figura 24 - Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento	63
Figura 25 - Representação 3D da superfície analisada – Zircônia pós-sinterização sem tratamento	63
Figura 26 - Representação 3D da superfície analisada – Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (jateamento)	65

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Valores médios e desvio-padrão de rugosidade dos grupos.....	45
Gráfico 2 - Valores médios e desvio-padrão dos grupos experimentais	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Descrição dos grupos.....	34
Tabela 2 - Descrição das fases analisadas, sendo que a fase inicial consiste na Y-TZP pré-sinterização, sem nenhum tratamento.....	35
Tabela 3 - Média e desvio-padrão dos resultados da rugosidade dos grupos	45
Tabela 4 - Resultados dos testes de microcisolamento por grupo experimental.....	65

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

c	Cúbica
CAD	<i>computer aided design</i>
CAM	<i>computer aided manufacturing</i>
FSZ	Zircônia totalmente estabilizada (<i>fully stabilized zirconia</i>)
Hz	Hertz
kHz	Quilo-hertz
m	Monoclínica
MC	Microscopia Confocal
MPa	Megapascal
N	Newton
PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada (<i>partially stabilized zirconia</i>)
Ra	Rugosidade superficial
t	Tetragonal
t-m	tetragonal-monoclínica
TZP	Zircônia tetragonal policristalina (<i>tetragonal zirconia polycrystals</i>)
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1	ZIRCÔNIA	21
2.2	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	23
2.3	SONOQUÍMICA.....	24
2.4	CIMENTAÇÃO ADESIVA	25
3	PROPOSIÇÃO	27
3.1	OBJETIVO GERAL.....	29
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
4	MATERIAL E MÉTODOS	31
4.1	CONFEÇÃO DOS ESPÉCIMES	33
4.2	MICROSCOPIA CONFOCAL	35
4.3	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE	36
4.4	ENSAIO MECÂNICO DE MICROCISALHAMENTO.....	37
4.5	ANÁLISES ESTATÍSTICAS	41
5	RESULTADOS.....	43
5.1	RUGOSIDADE SUPERFICIAL MÉDIA.....	45
5.2	MICROSCOPIA CONFOCAL	47
5.2.1	Grupo PRE	47
5.2.2	Grupo POS	53

5.2.3	Grupo JAT	59
5.3	RESISTÊNCIA ADESIVA	65
6	DISCUSSÃO	69
7	CONCLUSÕES	75
	REFERÊNCIAS	79

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas têm sido o material de eleição na confecção de próteses devido a suas propriedades inerentes, como estética, resistência à abrasão, biocompatibilidade e estabilidade de cor (HASELTON; DIAZ-ARNOLD; HILLIS, 2000; RAUT; RAO; RAVINDRANATH, 2011). Porém, se apresentam também frágeis e suscetíveis à tensão de tração causada por carga externa, o que pode resultar na propagação de trincas iniciada por falhas ou outros defeitos, tornando a restauração passível de insucesso (BORBA; DE ARAÚJO; et al., 2011; SEGHI; DENRY; ROSENSTIEL, 1995). Com a intenção de melhorar suas propriedades mecânicas, a indústria desenvolveu materiais cerâmicos que evoluíram na tentativa de suprir essas características deficientes (Della Bona, 2009). Como resultado, materiais cerâmicos com alto teor cristalino, entre eles a zircônia, começaram a ser utilizados por se destacarem devido suas excelentes propriedades mecânicas, como alta tenacidade à fratura, alta resistência mecânica e baixa taxa de desgaste em relação aos demais materiais cerâmicos (MANICONE; ROSSI IOMMETTI; RAFFAELLI, 2007).

A popularização dos sistemas CAD-CAM contribuiu como um dos principais motivos para o emprego da zircônia na Odontologia, sendo a Y-TZP (zircônia policristalina estabilizada por Ítria) a mais amplamente utilizada. Esse sistema permite maior agilidade no processo de confecção e minimiza defeitos inerentes do processamento das cerâmicas (DENRY; KELLY, 2008; KELLY; DENRY, 2008) além de possibilitar melhor adaptação interna e marginal (BORBA; CESAR; et al., 2011; COLPANI; BORBA; DELLA BONA, 2013).

Um dos principais fatores que influenciam o sucesso clínico de uma restauração indireta é a capacidade do agente cimentante garantir adequada retenção para a peça protética. Dentre as cerâmicas disponíveis para uso clínico, as cerâmicas vítreas são as que apresentam método de cimentação já bem definido, visto que o condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a área de superfície interna da peça e o agente silano aumenta a capacidade de molhamento do cimento, favorecendo a união entre os dois materiais (JARDEL et al., 1999).

O baixo potencial adesivo é uma desvantagem da Y-TZP em relação às demais cerâmicas. Enquanto as cerâmicas convencionais, por apresentarem fase vítrea em sua composição, são passíveis de condicionamento por ácido fluorídrico, a Y-TZP apresenta alto teor de conteúdo cristalino (LUTHARDT et al., 2002), sendo assim resistente ao condicionamento ácido, e a sua molhabilidade junto ao agente silano acaba sendo prejudicada (ATSU et al., 2006; DERAND; MOLIN; KVAM, 2005)

Estudos recentes têm sugerido técnicas de cimentação específicas para a Y-TZP (BORGES et al., 2003; SHAHIN; KERN, 2010) como jateamento da superfície cerâmica com óxido de alumínio (Al_2O_3) (SEGHI et al., 1995) com a finalidade de aumentar a rugosidade superficial (ABOUSHELIB, 2011; AKYIL; UZUN; BAYINDIR, 2010; MONACO et al., 2011; SUBAŞI; İNAN, 2012) e aumentar a área adesiva e a energia de superfície (SUBAŞI; İNAN, 2012; VALANDRO et al., 2006; WOLFART et al., 2007) permitindo retenção mecânica com o agente cimentante (AKYIL et al., 2010; KERN; THOMPSON, 1995; MONACO et al., 2011; MOON et al., 2011). Outra abordagem de tratamento de superfície é a silicatização, que consiste no jateamento da superfície cerâmica com partículas de alumina revestidas com sílica, que irá incorporar e recobrir a superfície jateada (PEUTZFELDT, 1988; THOMPSON et al., 2011) resultando na preparação da superfície para a aplicação do agente silano (silanização)(ABOUSHELIB, 2011) mas também na criação de retenções micromecânicas por alteração da rugosidade superficial (AKYIL et al., 2010). Contudo, esse aumento da resistência de união se apresenta insuficiente para o sucesso clínico da restauração a longo prazo (BORGES et al., 2003; ERNST et al., 2005) e alguns autores relataram diminuição das propriedades mecânicas da Y-TZP após o jateamento (CHEVALIER, J., 2006; STUART et al., 2007).

Embora pouco explorado, o tratamento de superfície a partir de um método sonoquímico se mostra como uma alternativa para suprir a deficiência de adesão inerente a Y-TZP. Baseado na associação entre a química e o ultrassom a técnica permite, através da irradiação de ondas ultrassônicas em meio líquido, o tratamento da superfície a partir de um processo denominado cavitação acústica, que consiste na formação, crescimento e colapso implosivo de bolhas num líquido (SUSLICK e PRICE, 1999).

Apesar de bastante investigado, ainda não está estabelecido um tratamento de superfície da Y-TZP e o assunto gera controvérsias na literatura. A interação entre a Y-TZP e o cimento resinoso ainda pode ser melhorada e novas abordagens de tratamento se mostram um caminho interessante a se seguir.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ZIRCÔNIA

O óxido de zircônio (ZrO_2) ou zircônia é um óxido de metal polimórfico na natureza, ou seja, ele é capaz de exibir diferentes estruturas cristalinas em diferentes temperaturas, sem qualquer alteração química. São três formas cristalinas: monoclinica (m) encontrada em temperatura ambiente e estável até 1170°C , onde se transforma em tetragonal (t) e, em seguida cúbica (c), em temperaturas acima de 2370°C . A transformação de fase t-m é objeto de atenção, uma vez que ocorre durante o resfriamento, resultado do processo de sinterização, e é associado com uma expansão de volume de aproximadamente 3 a 4% (PICONI; MACCAURO, 1999). A tensão gerada pela expansão pode gerar trincas na zircônia pura que, após a sinterização entre 1500 a 1700°C , podem resultar em fratura à temperatura ambiente. Uma alternativa para manter a integridade da zircônia ao atingir a temperatura ambiente seria manter o processo de sinterização em uma baixa temperatura, mantendo a fase monoclinica durante o processo - o que resulta em uma zircônia de baixa resistência e tenacidade - ou estabilizar as fases tetragonal ou cúbica à temperatura ambiente pela adição de óxidos estabilizantes, evitando assim a transformação t-m durante o resfriamento. Essa abordagem de estabilização de fase da zircônia foi descrita por Ruff et al., em 1929, e permanece válida até hoje, com a prática de adição de óxidos como o óxido de cálcio (CaO), de magnésio (MgO), de cério (CeO_2) ou de ítrio (Y_2O_3) que levam a uma variedade de microestruturas (CHEVALIER, JÉRÔME et al., 2009; HANNINK; KELLY; MUDDLE, 2000; PICONI; MACCAURO, 1999)

De acordo com a adição dos óxidos estabilizantes à zircônia pura, pode-se classificar em três tipos: FSZ, PSZ e TZP, respectivamente zircônia totalmente estabilizada (*fully stabilized zirconia*), zircônia parcialmente estabilizada (*partially stabilized zirconia*) e zircônia tetragonal policristalina (*tetragonal zirconia polycrystals*). A FSZ se apresenta na forma cúbica e é obtida com a adição de grandes quantidades de estabilizadores (mais de 8% em mol de óxido de ítrio). Na PSZ encontramos partículas nanométricas nas formas monoclinica ou tetragonal

precipitadas na matriz de zircônia cúbica e são normalmente obtidos pela adição de óxido de cálcio ou magnésio. A TZP, o tipo de cerâmica a base de zircônia mais utilizado na odontologia, é estabilizada com adição de óxido de ítrio (3% a 6% em peso) dando origem à Y-TZP (zircônia tetragonal estabilizada com ítria) e é constituída predominantemente pela fase tetragonal, embora possa pequenas quantidades de tetragonal. (CHEVALIER, JÉRÔME et al., 2009; PICONI; MACCAURO, 1999). Quando uma trinca se inicia e se propaga na Y-TZP, devido à cerâmica ser submetida a tensões como mastigação, desgaste, variações de temperatura ou polimento, os cristais localizados na ponta do defeito e que estão na fase tetragonal podem se transformar na fase monoclinica. O resultado é a ocorrência de uma expansão volumétrica, devido a fase monoclinica ocupar um volume de 3 a 5 % maior do que os grãos tetragonais, que cria tensões de compressão e nucleação de microtrincas (*microcrack toughening*) na ponta da trinca impedindo ativamente a propagação e fratura do material, que necessitará de maior energia para continuar a crescer, aumentando assim, a resistência à fratura da Y-TZP (GUAZZATO et al., 2004; KELLY; DENRY, 2008; MANICONE et al., 2007)

O uso da zircônia na área médica se iniciou em ortopedia, em 1969, como material utilizado para confecção de próteses de fêmur (MANICONE et al., 2007), sendo o seu uso justificado para a resolução de problemas relacionados à fragilidade das próteses ortopédicas de alumina e suas falhas inerentes ao material (CHEVALIER, J., 2006; CHRISTEL et al., 1988). Em razão da sua alta resistência e biocompatibilidade, foi sendo gradativamente incorporada ao uso odontológico para confecção de estruturas de próteses livres de metal, componentes para implantes, infraestrutura para coroas unitárias, braquetes ortodônticos e pinos intraradiculares (FERRARIS et al., 2000; KOUTAYAS; KERN, 1999; LÜTHY et al., 2005; YILDIRIM et al., 2000), mas foi o desenvolvimento da tecnologia CAD-CAM (*computer aided design – computer aided manufacturing*) que expandiu o uso da zircônia na Odontologia.

2.2 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE

Com o aumento da utilização da zircônia na Odontologia problemas em relação à adesão das peças protéticas foram identificados. O alto conteúdo cristalino e insuficiente fase vítrea (abaixo de 1%) (BORBA; DE ARAÚJO; et al., 2011) da cerâmica Y-TZP dificultam o tratamento de superfície, uma vez que o ácido fluorídrico não é efetivo no condicionamento da superfície para promover retenções mecânicas e a adesão química convencional não ser viável (AMARAL et al., 2006; ATSU et al., 2006; DERAND et al., 2005; KELLY; DENRY, 2008; YOSHIDA; TSUO; ATSUTA, 2006)

A procura de tratamentos que promovam retenção micromecânica na zircônia é contínua, uma vez que as irregularidades geradas durante a fresagem das peças não são suficientes para a obtenção de valores de retenção adesivas relevantes (ABOUSHELIB et al., 2008; DERAND et al., 2005; PHARK et al., 2009)

Com a finalidade de gerar um ganho de adesão da Y-TZP com os cimentos resinosos, diferentes tratamentos de superfície têm sido propostos.

Uma alternativa que tem sido amplamente testada é o jateamento com partículas de Al_2O_3 devido ao seu potencial de aumentar a energia e área de superfície da zircônia, assim como sua molhabilidade (DE OYAGÜE et al., 2009; DELLA BONA; BORBA; et al., 2007; KIM et al., 2005; PHARK et al., 2009; TSUO; YOSHIDA; ATSUTA, 2006; UO et al., 2006) Essa técnica é motivo de discussão entre autores, enquanto alguns estudos afirmam que o jateamento seria capaz de iniciar uma transformação de fase na zircônia que contribuiria na restrição da propagação de fratura na ponta da trinca, devido a formação de tensão de compressão gerada durante a aplicação do jato (CURTIS; WRIGHT; FLEMING, 2006; KOSMAC et al., 1999) a literatura também apresenta contra-indicações ao uso do jateamento em superfície de Y-TZP, visto a possibilidade de indução de defeitos ou microtrincas na superfície das cerâmicas, gerando áreas de concentração de tensão que pode reduzir significativamente sua resistência à fratura, induzindo a falha do material (THOMPSON et al., 2011; UO et al., 2006; ZHANG, S. et al., 2010; ZHANG, Y. et al., 2006)

A silicatização (jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica) é uma prática muito comum para tratamento de superfície de ligas metálicas e cerâmicas odontológicas (BOTTINO et al., 2005; ERNST et al., 2005; KERN; WEGNER, 1998; OZCAN; VALLITTU, 2003; PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005) por meio de ação triboquímica, uma união química obtida através da utilização de energia cinética. Essa união é obtida através da alteração da topografia da superfície e formação de uma camada de sílica que pode penetrar até 15 µm no substrato (OZCAN; VALLITTU, 2003; PEUTZFELDT, 1988) e posterior aplicação do agente silano de modo permitir a formação de uma união química entre a cerâmica e o material resinoso (DELLA BONA; DONASSOLLO; et al., 2007; HEIKKINEN et al., 2007; MATINLINNA; LASSILA; VALLITTU, 2007). Entretanto, quando se utiliza cimentos resinosos tradicionais pode ocorrer perda significativa na resistência de união, principalmente em longo prazo (KIYAN et al., 2007; ZHANG, X. F.; ZHENG; HAN, 2009). Isso pode ser resultante da alta dureza da zircônia, que implica em uma baixa concentração de sílica na superfície, se comparado a outros materiais. Alguns autores afirmam se tratar de um procedimento complexo, que não produz valores de união tão significativos como os relatados para porcelanas que contém sílica em sua composição (BLATZ; SADAN; KERN, 2003; PIASCIK et al., 2009; VALANDRO et al., 2006).

2.3 SONOQUÍMICA

O ultrassom é uma onda sonora de frequência além daquela ao qual o ouvido humano é capaz de responder, sendo que intervalo normal da audição humana é entre 20 Hz e 20 kHz e a faixa de propagação dos ultrassons se situa acima de 20 kHz. Quando utilizado em altas potências, o ultrassom pode influenciar a reatividade química capaz de promover alterações físico-químicas no meio em que se propaga (SUSLICK e PRICE, 1999).

Os efeitos químicos do ultrassom resultam principalmente da cavitação acústica, processo derivado da formação, crescimento e colapso implosivo das bolhas provenientes de grande concentração de energia derivado da conversão da

energia de superfície e energia cinética do movimento do líquido em calor e energia química. (SHCHUKIN et al., 2011; SUSLICK e PRICE., 1999).

Estudos sobre cerâmicas mostraram que parâmetros microestruturais como tamanho de grão e também acabamento de superfície são cruciais para o comportamento do material submetido a cavitação e a zircônia pode oferecer um comportamento vantajoso sob cavitação em comparação a outras cerâmicas. O comportamento erosivo induzido por cavitação de três cerâmicas zircônia e uma alumina foi investigado utilizando um teste laboratorial com cavitação induzida por vibração. Os autores investigaram a influência da cavitação na resistência das cerâmicas submetidas a cavitação. A zircônia exibiu perda de volume muito menor devido ao tratamento de cavitação do que a alumina. (SHCHUKIN et al., 2011)

2.4 CIMENTAÇÃO ADESIVA

Quando se trata de cerâmicas convencionais, que apresentam sílica em sua composição, tem-se um protocolo de cimentação adesiva já é bem estabelecido, pelo condicionamento da superfície com ácido fluorídrico. Já em relação às zircônias policristalinas, por apresentarem uma superfície totalmente apolar e inerte, sem presença de sílica e com alta resistência a corrosão, tem-se um material que não responde ao protocolo de condicionamento por ácido fluorídrico e com um baixo potencial para adesão química (KERN, 1998).

Apesar de a Y-TZP ser passível de cimentação convencional (cimento de fosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro convencional ou modificado por resina) essa abordagem deve ser evitada quando realizado tratamento de superfície na Y-TZP, visto que a literatura reporta defeitos reproduzidos na zircônia pelos tratamentos que não seriam preenchidos por estes cimentos (BLATZ et al., 2007).

Os cimentos mais indicados para cimentação de cerâmicas Y-TZP são os baseados no *bisphenol A diglycidylether methacrylate* (Bis-GMA) e monômeros do tipo *4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride* ou *methacryloxy decyl phosphoric acid* (MDP), pois existem evidências de que apresentam uma resistência de união melhor do que outros cimentos, já que altos valores de resistência adesiva podem

ser obtidos com a utilização de materiais afinidade química com os óxidos metálicos da cerâmica Y-TZP (DE OYAGÜE et al., 2009; KERN; WEGNER, 1998; WOLFART et al., 2007; YOSHIDA et al., 2006).

Passos et al. (2010) avaliaram a qualidade adesiva de cimentos convencionais e auto-adesivos a superfície de Y-TZP somente limpa com álcool ou silicatizada e silanizada, nas condições seca e envelhecida. Nos grupos não envelhecidos, não foi encontrado nenhuma diferença significativa na resistência de união ao cisalhamento. Os grupos tratados com álcool e submetidos a ciclagem, todos os espécimes dos grupos cimentados com Variolink II, Rely X U100 e Maxcem descolaram espontaneamente após a termociclagem. A incidência de falhas adesivas foi encontrada em todos os grupos após o envelhecimento. Os grupos submetidos à silicatização apresentaram maiores valores de resistência de união, segundo os autores, devido a penetração facilitada do cimento na superfície da zircônia, melhorando o embricamento mecânico e união ao agente silano.

Enquanto não houver um consenso e um conceito bem sedimentado na literatura sobre o protocolo de tratamento de superfície mais apropriado para uma adesão adequada do cimento à cerâmica a base de zircônia, bem como da durabilidade da adesão a longo prazo, ficarão lacunas quanto aos procedimentos de cimentação.

3 PROPOSIÇÃO

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo foram:

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o comportamento da cerâmica Y-TZP frente ao tratamento sonoquímico.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1- Avaliar os efeitos do tratamento sonoquímico na superfície da cerâmica Y-TZP, antes e após sua sinterização final, por meio da análise de rugosidade superficial em Microscopia Confocal (MC).
 - 2- Comparar a rugosidade superficial da Y-TZP tratada por método sonoquímico com a Y-TZP tratada com jateamento de óxido de alumínio.
 - 3- Avaliar a resistência adesiva, pelo teste de microcisalhamento, da cerâmica Y-TZP tratada por método sonoquímico e pelo jateamento de óxido de alumínio com cimento resinoso dual.
-
-

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES

Os espécimes foram preparados a partir de blocos (15,5mm x 19mm x 39mm) pré-sinterizados de Y-TZP IPS e.max Zircad (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), adaptados em torno e fresados em formato cilíndrico de 15 cm de diâmetro. Em seguida, cada cilindro foi adaptado numa cortadeira Isomet 1000 (Buehler, LakeBluff, IL, USA) e foram realizados cortes seriados para confecção dos espécimes com disco diamantado (series 15LC diamond no. 11-4254, Buehler, USA) em velocidade de 275 rpm e constante refrigeração (figura 1) nas dimensões de 5,5 mm de espessura. Esta medida foi estipulada objetivando uma amostra com medidas finais de aproximadamente 4 mm, considerando-se a redução da amostra durante o polimento e da contração de 20% em volume da zircônia após a sinterização final.

Figura 1 – Sequência de torneamento e corte dos blocos cerâmicos pré-sinterizados para obtenção dos espécimes

Após o corte, foram obtidos 28 espécimes subdivididos aleatoriamente em 4 grupos (n=7) de acordo com o tratamento de superfície recebido (tabela 1). Foi realizada a padronização da superfície de um dos lados do espécime, onde os tratamentos foram realizados posteriormente. Essa padronização foi obtida por um processo de acabamento em politriz EXACT (Nordestedt, Schleswing-Holstein, Alemanha), com lixas de granulação em ordem crescente, 1000 e 1200 (Polishing Paper K2000, EXACT, Nordestedt, Schleswing-Holstein, Alemanha) e polimento com discos de feltro de granulações média, fina e extra-fina e pasta diamantada por meio da politriz. A padronização da amostra foi realizada antes da sinterização final da cerâmica, visto que a sonicação da superfície foi realizada em dois tempos distintos: *antes* da sinterização final e *após* a sinterização final, como está descrito na tabela 1. A limpeza dos espécimes foi realizada por meio de duplo ciclo de imersão em etanol 100% e água destilada em cuba ultrassônica computadorizada (USC 700 – Unique Indústria e Comércio de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo, BR) por 10 minutos para cada agente de limpeza.

Tabela 1 – Descrição dos grupos

Grupos (n=7)	Tratamento
PRE	Sonicação na superfície da Y-TZP pré-sinterização
POS	Sonicação na superfície da Y-TZP pós-sinterização
JAT	Jateamento com Al_2O_3 na superfície da Y-TZP pós-sinterização
CON	Y-TZP sinterizada sem nenhum tratamento de superfície

Figura 2 – Processo de padronização e lavagem dos espécimes

Os espécimes foram levados em forno de sinterização de Y-TZP In Fire HTC Speed (Sirona Dental Systems, LongIsland City, NY, USA) por 7h e 52min, como orientação do fabricante em que ocorreu uma contração de sinterização esperada de aproximadamente 20% em volume. O grupo PRE foi sinterizado após o tratamento de superfície, enquanto os grupos POS, JAT e CON foram sinterizados após padronização da amostra e lavagem, previamente ao tratamento.

4.2 MICROSCOPIA CONFOCAL

Os espécimes foram submetidos a análise em microscopia confocal (Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) em fases distintas, descritos na tabela 2, para mensuração da rugosidade superficial média.

Tabela 2 – Descrição das fases analisadas, sendo que a fase inicial consiste na Y-TZP pré-sinterização, sem nenhum tratamento.

Grupo	Fases analisadas
PRE	Inicial
	Após tratamento
	Após sinterização
POS	Inicial
	Após sinterização
	Após tratamento
JAT	Inicial
	Após sinterização
	Após tratamento

4.3 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE

O tratamento de superfície dos grupos PRE e POS foi realizado com processador ultrassônico (Sonics VCX-750), com potência de 750 Watts e frequência de 20kHz. (figura 3)

Figura 3 – Representação esquemática da montagem do equipamento Sonics VCX-750 para o tratamento de superfície

Para o tratamento ultrassônico as amostras foram fixadas em dispositivo adaptado para que a superfície pudesse ser irradiada pelo ultrassom de maneira padronizada (figura 3). O dispositivo de alumínio permitia que o espécime ficasse centralizado, e retido no fundo do Becker, preenchido com água deionizada. O tratamento ultrassônico foi realizado durante 15 minutos, sendo que a amplitude das ondas foi programada em 30% (utilização de 30% da potência nominal do equipamento). O becker com o dispositivo e a amostra foram colocados dentro de uma cuba com água para o controlar possíveis alterações de temperatura durante o procedimento.

Figura 4 – Adaptação do dispositivo de fixação das amostras no Becker

O grupo JAT foi submetido a asperização com partículas de óxido de alumínio a 50 μ m a 50psi (Microjato – BIOART – São Carlos, BRA) e a uma distância padrão de 15cm. Enquanto o grupo CON não recebeu nenhum tratamento de superfície.

4.4 ENSAIO MECÂNICO DE MICROCISALHAMENTO

Após o tratamento da superfície dos espécimes foram preparados para o ensaio mecânico de microcisalhamento. A inclusão dos espécimes em resina acrílica foi necessária para adaptação das amostras na máquina de ensaio universal para o teste de microcisalhamento. A superfície tratada do espécime foi posicionada em contato com a superfície de uma placa de vidro polido, em seguida um tubo de PVC

3/4" foi posicionado sobre a mesma placa, de forma que o espécime estivesse alinhado no centro do tubo. Em seguida, o tubo foi preenchido com resina acrílica autopolimerizável (JET Clássico, São Paulo, BR). Após a polimerização da resina os espécimes foram analisados com lupa para certificar a ausência de resina sobre a superfície tratada de Y-TZP. Em seguida todos os espécimes receberam a aplicação de uma camada de adesivo Single Bond Universal (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA), seguindo as orientações do fabricante.

Figura 5 – Aplicação do adesivo no espécime já incluído em resina acrílica.

Na superfície de cada espécime foram posicionados 4 tubos de plástico com diâmetro médio de 1,40mm e 1mm de espessura para a confecção dos tubos dos cilindros de cimento resinoso. Esses tubos foram preenchidos com o cimento resinoso (RelyX ARC3M/ESPE, St. Paul, MN, USA) com por meio de seringa de irrigação (Ultradent Inc, South Jordan, Utah, USA) e agulha curta com calibre de 0,3 mm (BD Ultra-fine TM, Franklin Lakes, NJ, USA). Após o preenchimento dos tubos plásticos e remoção dos excessos de cimento resinoso com espátula foi realizada a fotoativação por 20 segundos com aparelho fotoativados de lâmpada LED de 1100mW/cm² (VALO Cordless - Ultradent Products, South Jordan, Utah).

Figura 6 – Preenchimento e posicionamento dos tubos com cimento resinoso e fotoativação

Após o tempo de presa química do cimento os cateteres cirúrgicos foram cortados e removidos com lâmina de bisturi número 11 (Embramed, Jurubatuba, SP, BR) para expor os cilindros de cimento. Todos os cilindros foram analisados com lupa para verificar a ausência de defeitos antes de serem submetidos ao ensaio mecânico de microcisalhamento. A seguir, os espécimes foram armazenados em imersão em água deionizada durante 24 horas na temperatura de 37°C.

Figura 7 – Corte da lateral dos tubos para posterior remoção dos mesmos.

Passado este período, os espécimes foram posicionados no dispositivo de teste de microcisalhamento da máquina de ensaios universal (INSTRON) de modo que os cilindros de cimento resinoso permanecessem alinhados com a célula de carga. A mensuração da força durante o ensaio foi feita através de uma célula de carga com uma capacidade de 50 kgf (500 N). Um fio de aço (Morelli Ortodontia, Sorocaba, BR) laçava o prolongamento da célula de carga da máquina de ensaios e um cilindro de cimento resinoso simultaneamente. O fio era mantido em íntimo contato com o semicírculo inferior dos cilindros e também com a superfície da cerâmica. A força de cisalhamento foi aplicada a uma velocidade de 0,5mm/min até o rompimento.

Figura 8 – Suporte para o espécime e prolongamento da célula de carga laçando o cilindro de cimento resinoso.

Os valores de carga do momento do rompimento, registrados em Newton (N), foram convertidos em MegaPascal (MPa) através da fórmula abaixo onde a área representa a área da secção transversal do cilindro de cimento resinoso em mm².

$$\text{MPa} = \frac{N}{\text{Área (mm}^2\text{)}}$$

4.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Os resultados obtidos na análise de rugosidade superficial e nos testes de microcisalhamento foram submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA para um fator de variação e o teste auxiliar de Tukey para que possíveis diferenças estatísticas significantes fossem detectadas entre os grupos testados.

5 RESULTADOS

5 RESULTADOS

5.1 RUGOSIDADE SUPERFICIAL MÉDIA

A tabela 3 apresenta as médias de rugosidade superficial dos grupos e seus respectivos desvios-padrão.

Tabela 3 – Média e desvio-padrão dos resultados da rugosidade dos grupos

Grupo	Média em MPa	Desvio-padrão
PRE	299,91 ^a	27,38
POS	291,23 ^a	17,11
JAT	925,21 ^b	213,31

Considerando o fator tratamento, o grupo PRE e POS não apresentaram diferença estatística significativa. O grupo JAT mostrou maiores valores de rugosidade superficial quando comparado ao PRE e POS, mostrando assim diferença significativa na comparação dos grupos PRE e JAT e POS e JAT. O gráfico 1 mostra uma representação esquemática dos resultados obtidos na análise de microscopia confocal.

Gráfico 1 – Valores médios e desvio-padrão de rugosidade dos grupos

5.2 MICROSCOPIA CONFOCAL

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

Abaixo estão apresentadas as imagens obtidas para os tratamentos testados, antes e após a sinterização final.

5.2.1 Grupo PRE

Resultados do grupo PRÉ, que recebeu tratamento ultrassônico previamente a sinterização.

Figura 9 – Zircônia pré-sinterização sem tratamento – MC x20

Figura 10 – Zircônia pré-sinterização pós-tratamento (sonicação)

Figura 11 – Zircônia tratada na fase pré-sinterizada, após sinterização

Figura 12 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento

Figura 13 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização pós-tratamento (sonicação)

Figura 14 – Representação 3D da superfície analisada - – Zircônia tratada na fase pré-sinterizada, após sinterização

5.2.2 Grupo POS

Figura 15 – Zircônia pré-sinterização sem tratamento

Figura 16 – Zircônia pós-sinterização sem tratamento

Figura 17 – Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (sonicação)

Figura 18 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento

Figura 19 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pós-sinterização sem tratamento

Figura 20 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (sonicação)

5.2.3 Grupo JAT

Figura 21 – Zircônia pré-sinterização sem tratamento

Figura 22 – Zircônia pós-sinterização sem tratamento

Figura 23 – Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (jateamento)

Figura 24 – Representação 3D da superfície analisada - Zircônia pré-sinterização sem tratamento

Figura 25 – Representação 3D da superfície analisada – Zircônia pós-sinterização sem tratamento

Figura 26 – Representação 3D da superfície analisada – Zircônia tratada na fase pós-sinterizada (jateamento)

5.3 RESISTÊNCIA DE UNIÃO

A tabela 4 apresenta as médias de resistência adesiva (em MPa) dos grupos e seus respectivos desvios-padrão.

Tabela 4 – Resultados dos testes de microcisalhamento por grupo experimental

Tratamento	Média em MPa	Desvio-padrão
Pré-sinterização	10,80 ^a	4,86
Pós-sinterização	9,32 ^a	7,11
Jateamento	13,81 ^a	6,35
Controle	11,35 ^a	6,55

Considerando o fator tratamento, não foram observadas diferenças estatisticamente significantes no resultado de tensão no ensaio mecânico de microcisalhamento entre os grupos.

O gráfico 2 mostra uma representação esquemática dos resultados obtidos no teste de resistência adesiva ao cisalhamento.

Gráfico 2 – Valores médios e desvio-padrão dos grupos experimentais

6 DISCUSSÃO

6 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou o efeito da sonoquímica como alternativa de condicionamento da Y-TZP por meio do tratamento de superfície com ultrassom, aplicado em dois momentos distintos: pré e pós sinterização final. O principal objetivo da sonicação é gerar uma superfície rugosa com características nano-retentivas, diferente do jateamento que fornece retenções microretentivas, e que favoreçam a união entre esse material e o cimento resinoso.

Visto que o principal objetivo do estudo foi avaliar o potencial do tratamento sonoquímico optou-se por realizar o polimento da superfície da Y-TZP, permitindo assim a comparação dos valores de rugosidade da superfície de zircônia polida e sem nenhum tratamento com os valores obtidos após a sonicação da superfície. Para um resultado mais aproximado da realidade clínica, o ideal seria a padronização da superfície através de pontas diamantadas, simulando o método de usinagem do bloco pré-sinterizado. Entretanto, optou-se por eliminar qualquer fator que influenciasse na superfície da Y-TZP e viesse a mascarar a avaliação do potencial de modificação de superfície do tratamento sonoquímico.

A maioria dos trabalhos que avaliam o tratamento de superfície em cerâmica Y-TZP, como jateamento de partículas Al_2O_3 , silicatização ou lasers, realiza esse procedimento na cerâmica já sinterizada. Embora apresentem bons resultados de resistência adesiva com os cimentos resinosos, esses tratamentos são também responsáveis na causa de defeitos na cerâmica e induzem a transformação de fase t-m, que reduz sua resistência à fratura tanto imediata quanto a longo prazo (KOSMAC et al., 1999; QEBLAWI et al., 2010). A busca pelo tratamento ideal para a cerâmica Y-TZP deve envolver não apenas uma abordagem que promova uma união estável entre cerâmica e cimento, como também um tratamento que não provoque danos às cerâmicas. Trabalhos que avaliaram os efeitos do jateamento da Y-TZP na fase pré-sinterização mostraram que esta alternativa se mostrou eficiente na formação de uma união entre cerâmica e cimento resinoso, semelhante aos resultados obtidos com o tratamento na Y-TZP sinterizada, porém sem causar transformação de fase t-m (MONACO et al., 2011; MOON et al., 2011). Baseado

nisso, optou-se realizar o tratamento da Y-TZP em duas fases: pré-sinterização e sinterizada.

A avaliação da rugosidade da superfície da Y-TZP sem tratamento e após tratamento se mostrou útil na identificação de modificação de superfície pelos tratamentos aplicados, visto que o aumento de rugosidade superficial implica em uma área maior de superfície e é importante para gerar um maior contato entre o cimento resinoso e a restauração indireta (OSORIO et al., 2010). Como o observado, a sonicação aplicada tanto na fase pré-sinterização (grupo PRE) como na pós-sinterização (grupo POS) produziu mudanças na rugosidade superficial média da superfície avaliada, não havendo diferença significativa entre os dois grupos. Entretanto, houve diferença significativa na comparação com o grupo que recebeu jateamento. A explicação para essa diferença importante está no fato de o tratamento sonoquímico ser capaz de criar alterações de superfície em escala nanométrica, enquanto o tratamento triboquímico cria alterações em escala micrométricas. Ambas as alterações cumprem o objetivo de aumentar a área de superfície da zircônia tratada, embora como é relatado na literatura, a geração de defeitos na superfície da cerâmica resultantes do jateamento pode levar à redução da resistência da restauração ao longo do tempo (KIYAN et al., 2007; ZHANG, C.; DEGRANGE, 2010; ZHANG, X. F. et al., 2009).

Diversos testes têm sido utilizados para a avaliação laboratorial da resistência adesiva, tais como cisalhamento, tração, microtração e microcisalhamento (ARMSTRONG; KELLER; BOYER, 2001; FOONG et al., 2006; MCDONOUGH et al., 2002; TANTBIROJN et al., 2000). Para os propósitos do presente estudo, o teste de microcisalhamento se mostrou o mais adequado pois em relação ao teste de cisalhamento, o teste de microcisalhamento parece diminuir o estresse do substrato, gerando menor ocorrência de falhas coesivas (BRAGA et al., 2010; HEINTZE, 2013) por uma distribuição mais homogênea de forças ao longo da interface adesiva (DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; SANO et al., 1994), além da possibilidade da realização de vários espécimes no mesmo espécime (MCDONOUGH et al., 2002). Entretanto, todos testes e ensaios laboratoriais apresentam limitações em simular as condições do meio bucal, não reproduzindo temperatura, diversas forças ou umidade (ROEDER et al., 2011; SCHERRER; CESAR; SWAIN, 2010; VAN MEERBEEK et al., 2010).

A literatura apresenta uma associação da utilização de materiais com afinidade química por óxidos metálicos aos resultados positivos de adesão à cerâmica Y-TZP. É o caso dos monômeros fosfatados, que reagem quimicamente com os óxidos da Y-TZP (ATSU et al., 2006; KERN; WEGNER, 1998; OZCAN; VALLITTU, 2003; WOLFART et al., 2007; YOSHIDA et al., 2006). Temos disponíveis no mercado cimentos e adesivos contendo esse material. Entretanto, a escolha dos materiais para o teste de resistência de união de cisalhamento se baseou em utilizar materiais aptos para a adesão à cerâmica Y-TZP, porém sem gerar questionamentos a respeito dos seus resultados ou deixar dúvidas sobre sua contribuição para possíveis resultados positivos. Sendo assim, optou-se pelo uso de cimento resinoso dual e adesivo sem adição de monômeros fosfatados, assim como a exclusão do agente silano no preparo dos testes de união por microcisalhamento.

Baseado nos resultados obtidos nesse presente estudo, observa-se a necessidade de realização de estudos mais aprofundados quanto ao efeito do tratamento sonoquímico em Y-TZP, além de estudos que avaliem a durabilidade da resistência adesiva entre a zircônia tratada com sonoquímica com o cimento resinoso.

7 CONCLUSÕES

7 CONCLUSÕES

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

1. Pela análise de rugosidade realizado em MC o tratamento sonoquímico foi capaz de modificar a superfície da Y-TZP pré-sinterização e sinterizada.
2. Quanto ao teste de resistência adesiva, conclui-se que a sonoquímica pode ser um potencial tratamento de superfície de Y-TZP, visto que não há diferença entre os valores de resistência adesiva encontrados para os métodos de tratamento testados.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

- ABOUSHELIB, M. N. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. **J Adhes Dent**, v. 13, n. 3, p. 255-60, Jun 2011.
- ABOUSHELIB, M. N. et al. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. **Dent Mater**, v. 24, n. 9, p. 1268-72, Sep 2008.
- AKYIL, M. S.; UZUN, I. H.; BAYINDIR, F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. **Photomed Laser Surg**, v. 28, n. 6, p. 801-8, Dec 2010.
- AMARAL, R. et al. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. **Dent Mater**, v. 22, n. 3, p. 283-90, Mar 2006.
- ARMSTRONG, S. R.; KELLER, J. C.; BOYER, D. B. Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (muTBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing. **Dent Mater**, v. 17, n. 3, p. 201-10, May 2001.
- ATSU, S. S. et al. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **J Prosthet Dent**, v. 95, n. 6, p. 430-6, Jun 2006.
- BLATZ, M. B. et al. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence Int**, v. 38, n. 9, p. 745-53, Oct 2007.
- BLATZ, M. B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 89, n. 3, p. 268-74, Mar 2003.
- BORBA, M. et al. Adaptation of all-ceramic fixed partial dentures. **Dent Mater**, v. 27, n. 11, p. 1119-26, Nov 2011.
- BORBA, M. et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. **Dent Mater**, v. 27, n. 7, p. 710-21, Jul 2011.
-
-

BORGES, G. A. et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 89, n. 5, p. 479-88, May 2003.

BOTTINO, M. A. et al. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 18, n. 1, p. 60-5, 2005 Jan-Feb 2005.

BRAGA, R. R. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. e38-49, Feb 2010.

CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials**, v. 27, n. 4, p. 535-43, Feb 2006.

CHEVALIER, J. et al. The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 92, p. 1901, 2009.

CHRISTEL, P. et al. Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery. **Ann N Y Acad Sci**, v. 523, p. 234-56, 1988.

COLPANI, J. T.; BORBA, M.; DELLA BONA, A. Evaluation of marginal and internal fit of ceramic crown copings. **Dent Mater**, v. 29, n. 2, p. 174-80, Feb 2013.

CURTIS, A. R.; WRIGHT, A. J.; FLEMING, G. J. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. **J Dent**, v. 34, n. 3, p. 195-206, Mar 2006.

DE OYAGÜE, R. C. et al. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. **Dent Mater**, v. 25, n. 2, p. 172-9, Feb 2009.

DEHOFF, P. H.; ANUSAVICE, K. J.; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. **Dent Mater**, v. 11, n. 2, p. 126-31, Mar 1995.

DELLA BONA, A. et al. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. **Braz Oral Res**, v. 21, n. 1, p. 10-5, 2007 Jan-Mar 2007.

DELLA BONA, A. et al. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. **Dent Mater**, v. 23, n. 6, p. 769-75, Jun 2007.

DENRY, I.; KELLY, J. R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dent Mater**, v. 24, n. 3, p. 299-307, Mar 2008.

DERAND, T.; MOLIN, M.; KVAM, K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. **Dent Mater**, v. 21, n. 12, p. 1158-62, Dec 2005.

ERNST, C. P. et al. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. **J Prosthet Dent**, v. 93, n. 6, p. 551-8, Jun 2005.

FERRARIS, M. et al. Coatings on zirconia for medical applications. **Biomaterials**, v. 21, n. 8, p. 765-73, Apr 2000.

FOONG, J. et al. Comparison of microshear bond strengths of four self-etching bonding systems to enamel using two test methods. **Aust Dent J**, v. 51, n. 3, p. 252-7, Sep 2006.

GUAZZATO, M. et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dent Mater**, v. 20, n. 5, p. 449-56, Jun 2004.

HANNINK, R. H. J.; KELLY, P. M.; MUDDLE, B. C. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, 2000.

HASELTON, D. R.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; HILLIS, S. L. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. **J Prosthet Dent**, v. 83, n. 4, p. 396-401, Apr 2000.

HEIKKINEN, T. T. et al. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. **Acta Odontol Scand**, v. 65, n. 4, p. 241-8, Aug 2007.

HEINTZE, S. D. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. **Dent Mater**, v. 29, n. 1, p. 59-84, Jan 2013.

JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 12, n. 1, p. 59-64, 1999 Jan-Feb 1999.

KELLY, J. R.; DENRY, I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. **Dent Mater**, v. 24, n. 3, p. 289-98, Mar 2008.

KERN, M.; THOMPSON, V. P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent**, v. 73, n. 3, p. 240-9, Mar 1995.

KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dent Mater**, v. 14, n. 1, p. 64-71, Jan 1998.

KIM, B. K. et al. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **J Prosthet Dent**, v. 94, n. 4, p. 357-62, Oct 2005.

KIYAN, V. H. et al. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. **Oper Dent**, v. 32, n. 5, p. 457-65, 2007 Sep-Oct 2007.

KOSMAC, T. et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dent Mater**, v. 15, n. 6, p. 426-33, Nov 1999.

KOUTAYAS, S. O.; KERN, M. All-ceramic posts and cores: the state of the art. **Quintessence Int**, v. 30, n. 6, p. 383-92, Jun 1999.

LUTHARDT, R. G. et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. **J Dent Res**, v. 81, n. 7, p. 487-91, Jul 2002.

LÜTHY, H. et al. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. **Dent Mater**, v. 21, n. 10, p. 930-7, Oct 2005.

MANICONE, P. F.; ROSSI IOMMETTI, P.; RAFFAELLI, L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. **J Dent**, v. 35, n. 11, p. 819-26, Nov 2007.

MATINLINNA, J. P.; LASSILA, L. V.; VALLITTU, P. K. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. **Acta Odontol Scand**, v. 65, n. 1, p. 44-51, Feb 2007.

MCDONOUGH, W. G. et al. A microshear test to measure bond strengths of dentin-polymer interfaces. **Biomaterials**, v. 23, n. 17, p. 3603-8, Sep 2002.

MONACO, C. et al. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. **J Prosthodont**, v. 20, n. 2, p. 97-100, Feb 2011.

MOON, J. E. et al. 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**, v. 27, n. 7, p. 651-63, Jul 2011.

OSORIO, E. et al. Effect of different surface treatments on In-Ceram Alumina roughness. An AFM study. **J Dent**, v. 38, n. 2, p. 118-22, Feb 2010.

OZCAN, M.; VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent Mater**, v. 19, n. 8, p. 725-31, Dec 2003.

PEUTZFELDT, A. [Evaluation of three methods of bonding composite resin to metal]. **Tandlaegebladet**, v. 92, n. 8, p. 301-5, May 1988.

PHARK, J. H. et al. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. **J Prosthet Dent**, v. 101, n. 1, p. 29-38, Jan 2009.

PIASCIK, J. R. et al. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. **Dent Mater**, v. 25, n. 9, p. 1116-21, Sep 2009.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1-25, Jan 1999.

PIWOWARCZYK, A.; LAUER, H. C.; SORENSEN, J. A. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. **Oper Dent**, v. 30, n. 3, p. 382-8, 2005 May-Jun 2005.

QEBLAWI, D. M. et al. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. **J Prosthet Dent**, v. 103, n. 4, p. 210-20, Apr 2010.

RAUT, A.; RAO, P. L.; RAVINDRANATH, T. Zirconium for esthetic rehabilitation: an overview. **Indian J Dent Res**, v. 22, n. 1, p. 140-3, 2011 Jan-Feb 2011.

ROEDER, L. et al. Spotlight on bond strength testing--unraveling the complexities. **Dent Mater**, v. 27, n. 12, p. 1197-203, Dec 2011.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, v. 10, n. 4, p. 236-40, Jul 1994.

SCHERRER, S. S.; CESAR, P. F.; SWAIN, M. V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. e78-93, Feb 2010.

SEGHI, R. R.; DENRY, I. L.; ROSENSTIEL, S. F. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 74, n. 2, p. 145-50, Aug 1995.

SHAHIN, R.; KERN, M. Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. **Dent Mater**, v. 26, n. 9, p. 922-8, Sep 2010.

SHCHUKIN, D. G. et al. Ultrasonic cavitation at solid surfaces. **Adv Mater**, v. 23, n. 17, p. 1922-34, May 2011.

STUDART, A. R. et al. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. **Biomaterials**, v. 28, n. 17, p. 2695-705, Jun 2007.

SUBAŞI, M. G.; İNAN, Ö. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. **Lasers Med Sci**, v. 27, n. 4, p. 735-42, Jul 2012.

TANTBIROJN, D. et al. Nominal shear or fracture mechanics in the assessment of composite-dentin adhesion? **J Dent Res**, v. 79, n. 1, p. 41-8, Jan 2000.

THOMPSON, J. Y. et al. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? **Dent Mater**, v. 27, n. 1, p. 71-82, Jan 2011.

TSUO, Y.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. **Dent Mater J**, v. 25, n. 4, p. 669-74, Dec 2006.

UO, M. et al. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. **Dent Mater J**, v. 25, n. 3, p. 626-31, Sep 2006.

VALANDRO, L. F. et al. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. **J Adhes Dent**, v. 8, n. 3, p. 175-81, Jun 2006.

VAN MEERBEEK, B. et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. e100-21, Feb 2010.

WOLFART, M. et al. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. **Dent Mater**, v. 23, n. 1, p. 45-50, Jan 2007.

YILDIRIM, M. et al. Ceramic abutments--a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. **Int J Periodontics Restorative Dent**, v. 20, n. 1, p. 81-91, Feb 2000.

YOSHIDA, K.; TSUO, Y.; ATSUTA, M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 77, n. 1, p. 28-33, Apr 2006.

ZHANG, C.; DEGRANGE, M. Shear bond strengths of self-adhesive luting resins fixing dentine to different restorative materials. **J Biomater Sci Polym Ed**, v. 21, n. 5, p. 593-608, 2010.

ZHANG, S. et al. Influence of contamination on resin bond strength to nano-structured alumina-coated zirconia ceramic. **Eur J Oral Sci**, v. 118, n. 4, p. 396-403, Aug 2010.

ZHANG, X. F.; ZHENG, H.; HAN, D. W. [Effect of nano-silica coating on bonding strength of zirconia ceramics to dentin]. **Shanghai Kou Qiang Yi Xue**, v. 18, n. 2, p. 198-202, Apr 2009.

ZHANG, Y. et al. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. **Int J Prosthodont**, v. 19, n. 5, p. 442-8, 2006 Sep-Oct 2006.